

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**X38CrMoV5-3 SICAK İŞ TAKIM ÇELİĞİNDE YÜZEY İŞLEM
UYGULAMALARI VE AŞINMA DAVRANIŞININ İNCELENMESİ**

AHMET YILDIZ

KOCAELİ 2024

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**X38CrMoV5-3 SICAK İŞ TAKIM ÇELİĞİNDE YÜZEY İŞLEM
UYGULAMALARI VE AŞINMA DAVRANIŞININ İNCELENMESİ**

AHMET YILDIZ

Prof. Dr. Ş. Hakan ATAPEK
Danışman, Kocaeli Üniversitesi

.....

Dr. Öğr. Üyesi Gülşah AKTAŞ ÇELİK
Jüri Üyesi, Kocaeli Üniversitesi

.....

Dr. Öğr. Üyesi Ayşenur KELEŞ DAYAUÇ
Jüri Üyesi, Hitit Üniversitesi

.....

Tezin Savunulduğu Tarih: 12.06.2024

ETİK BEYAN VE ARAŞTIRMA FONU DESTEĞİ

Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez/proje çalışmada,

- Bu tezin/projenin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu,
- Çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı,
- Bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi,
- Bu çalışmanın Kocaeli Üniversitesi'nin abone olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Fen Bilimleri Enstitüsü'nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun olduğunu,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Tezin/Projenin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez/proje çalışması olarak sunmadığımı,

beyan ederim.

☐ Bu tez/proje çalışmasının herhangi bir aşaması hiçbir kurum/kuruluş tarafından maddi/alt yapı desteği ile desteklenmemiştir.

☒ Bu tez/proje çalışması kapsamında üretilen veri ve bilgiler Kocaeli Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Proje birimi tarafından FYL-2023-3232 no'lu proje kapsamında maddi/alt yapı desteği alınarak gerçekleştirilmiştir.

Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Ahmet YILDIZ

YAYIMLAMA VE FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI

Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından onaylanan lisansüstü tezimin/projemin tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda belirtilen koşullarla kullanıma açma izninin Kocaeli Üniversitesi'ne verdiğimi beyan ederim. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet hakları bende kalacak, tezimin/projemin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki makale, kitap, tebliğ, lisans, patent gibi çalışmalarda kullanımı, danışmanımın isim hakkı saklı kalmak koşuluyla ve her iki tarafın bilgisi dâhilinde bana ait olacaktır.

Tezin/projenin kendi özgün çalışmam olduğunu, başkalarının haklarını ihlal etmediğimi ve tezimin/projenin tek yetkili sahibi olduğumu beyan ve taahhüt ederim. Tezimde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanılması zorunlu metinlerin yazılı izin alarak kullandığımı ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederim.

Yükseköğretim kurulu tarafından yayınlanan **“Lisanüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge”** kapsamında tezim aşağıda belirtilen koşullar haricinde YÖK Ulusal Tez Merkezi/ Kocaeli Üniversitesi Kütüphaneleri Açık Erişim Sisteminde erişime açılır.

- ☐ Enstitü yönetim kurulu kararı ile tezimin/projemin erişime açılması mezuniyet tarihinden itibaren 2 yıl ertelenmiştir.
- ☒ Enstitü yönetim kurulu gerekçeli kararı ile tezimin/projemin erişime açılması mezuniyet tarihinden itibaren 6 ay ertelenmiştir.
- ☐ Tezim/projem ile ilgili gizlilik kararı verilmemiştir.

Ahmet YILDIZ

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim süresince her daim yanımda olan hem akademik hem de hayata dair bilgi birikimi ve yol gösterici tavrı ile desteğini esirgemeyen danışman hocam Sayın Prof. Dr. Ş. Hakan Atapek'e teşekkürlerimi sunarım. Laboratuvar çalışmalarında emeğini ve desteğini içtenlikle sunan Dr. Öğr. Üyesi Gülşah Aktaş Çelik'e teşekkür ederim. Laboratuvarda yürüttüğüm deneysel çalışmalarda bana eşlik eden, Ali Kerem Timur'a, Halit Hazar Camcı'ya ve Abdülaziz Alkan'a teşekkür ederim. Karakterizasyon çalışmalarına vermiş olduğu katkılarından dolayı Asaş Alüminyum Sanayi ve Ticaret A.Ş., Ar-Ge birimi çalışanlarına ve Kocaeli Üniversitesi, Havacılık ve Uzay Fakültesi Öğretim Üyesi Doç. Dr. Sinan Fidan'a da ayrıca teşekkürlerimi sunarım.

Tüm hayatım boyunca yanımda olan, aldığım kararları her zaman destekleyerek gelişmem ve ilerlemem adına her koşulda varlıklarını hissettiren, çözüm arayışında yapıcı tavırları ile motivasyon ve cesaret kaynağım olan, annem Meryem Yıldız'a, babam Veli Yıldız'a, kız kardeşim Tuba Yıldız'a ve ablam Zeynep Yıldız Daskara'ya gönülden ve sonsuz teşekkür ediyorum.

Tez çalışması kapsamında malzeme temini ve prosesleme süreçlerinde çalışmama katkı veren ve yardımlarını sunan Voestalpine High Performance Metal A.Ş.'e teşekkürlerimi sunarım. Son olarak tez çalışmam Kocaeli Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından FYL2023-3232 No'lu proje ile desteklenmiştir. Bu çalışmaya olan katkı ve desteklerinden dolayı ilgili birime teşekkür ederim.

Haziran-2024

Ahmet YILDIZ

İÇİNDEKİLER

ETİK BEYAN VE ARAŞTIRMA FONU DESTEĞİ	i
YAYIMLAMA VE FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI.....	ii
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	iv
TABLolar DİZİNİ	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	x
ÖZET	xii
ABSTRACT	xiii
1. GİRİŞ	1
2. SICAK İŞ TAKIM ÇELİKLERİ VE METALURJİSİ	3
2.1. Sıcak İş Takım Çeliklerinin Sınıflandırılması ve Uygulama Alanları	5
2.1.1. Kromlu Sıcak İş Takım Çelikleri	6
2.1.2. Tungstenli Sıcak İş Takım Çelikleri	7
2.1.3. Molibdenli Sıcak İş Takım Çelikleri	8
2.2. Sıcak İş Takım Çeliklerine Alaşım Elementlerinin Metalurjik Etkisi	9
2.3. Sıcak İş Takım Çeliklerinin Isıl İşlemi.....	13
3. SICAK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN YÜZEY İŞLEMİ VE TRİBOLOJİSİ.....	20
3.1. Termo-Kimyasal Yüzey İşlemleri ve Yüzeylerin Yapısal Karakterizasyonu	23
3.2. Buhar Biriktirme Yöntemleriyle Yüzeylerin Kaplanması ve Yapısal İncelemeler	43
3.3. Yüzey İşlemi Uygulanmış Sıcak İş Takım Çeliklerinde Aşınma Davranışı.....	51
4. MALZEME VE YÖNTEM.....	65
4.1. Malzeme Tanıtımı	65
4.2. Isıl İşlem ve Yüzey İşlem Uygulamaları	65
4.3. Mikroyapısal ve Mekanik karakterizasyon.....	67
4.4. Tribolojik Testler	67
5. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	71
5.1. Yüzeyde ve Kesitte Metalurjik Bulgular	71
5.2. Kesitte Sertlik Değişimi.....	75
5.3. Tribolojik Test Verilerinin Değerlendirilmesi	77
5.3.1. Oda Sıcaklığı Aşınma Davranışı	77
5.3.2. Sıcak Aşınma Davranışı.....	83
6. SONUÇLAR.....	87
KAYNAKLAR	89
KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER.....	94
ÖZGEÇMİŞ.....	95

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1.	Sıcak iş takım çelikleri için proses-mikroyapı-özellik-performans ilişkisi	3
Şekil 2.2.	Dövme işleminde kullanılan çalışma kalıpları	8
Şekil 2.3.	Alaşım elementlerinin ötektoid dönüşüm sıcaklığına etkisi.	10
Şekil 2.4.	Takım çeliklerinde alaşım karbürlerinin, sementitin ve martenzitin sertliğinin kıyaslanması	13
Şekil 2.5.	Takım çeliklerine uygulanan ısıtma işlem basamaklarının şematik gösterimi; S: sıvı, A: östenit, C: sementit, F: ferrit, M _s : martenzit başlangıç sıcaklığı, RT: oda sıcaklığı	14
Şekil 2.6.	Fe-C alaşımları için ısıtma, soğutma ve denge üzerindeki kritik dönüşüm sıcaklıkları	15
Şekil 2.7.	Takım çeliklerinde temperleme sıcaklığına bağlı sertlik değişimi	18
Şekil 2.8.	Krom içeren sıcak iş takım çeliklerinde alaşım karbür çökmesinin ikincil sertleşme üzerine etkisi	19
Şekil 3.1.	Çeşitli yüzey işlem ve kaplama teknikleri için tipik kaplama kalınlığı/nüfuziyet derinliği gösterilmektedir	21
Şekil 3.2.	Yüzey işlem tekniklerinin mekanik özelliklere etkisini gösteren bir Venn diyagramı	22
Şekil 3.3.	Gaz nitrasyonunu gösteren şematik bir çizim	24
Şekil 3.4.	Endüstriyel bir plazma nitrasyon ünitesi	25
Şekil 3.5.	Fe-N denge diyagramı	26
Şekil 3.6.	(a) Nitrasyon işlemi uygulanmış malzeme yüzeyinde çoklu katman yapıları ve (b) bileşim tabakasının oluşumu	27
Şekil 3.7.	(a) γ' -Fe ₄ N için kristal yapı ve (b) nitrürlenmiş çelikte sertleştirme derinliğinde var olan faz dağılımı ve derinlik boyunca azot konsantrasyonu	28
Şekil 3.8.	Farklı ısıtma işlemleri (NS1 ve NS2) sonrası nitrasyon uygulanmış H13 sıcak iş takım çeliğinde yüzeyden merkeze doğru mikroyapısal bileşimler; (a) NS1 ve (b) NS2	29
Şekil 3.9.	Farklı ısıtma işlemleri sonrası nitrasyon uygulanmış H13 sıcak iş takım çeliğinde yüzeyden merkeze doğru azot konsantrasyonu ve sertlik değişim profilleri	29
Şekil 3.10.	Sıvı (tuz) nitrokarbürleme prosesi için tipik zaman-sıcaklık döngüsü	32
Şekil 3.11.	Farklı sürelerde nitrokarbürlenmiş X37CrMoV5-1 çeliğinin kesitlerine ait mikroyapılar; (a) 4 ve (b) 8 saat prosesleme	33
Şekil 3.12.	Farklı sürelerde (4 ve 8 saat) nitrokarbürlenmiş X37CrMoV5-1 çeliğine ait sertlik profilleri	33
Şekil 3.13.	FactSage kullanılarak hesaplanan Fe-O faz diyagramı	35
Şekil 3.14.	550 °C sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda üç katmanlı bir tabaka oluşturmak için demirin oksidasyonu	36
Şekil 3.15.	Fe-Cr alaşımlarında 1000 °C sıcaklıkta Fe-Cr-O faz diyagramının izotermal kesiti	37
Şekil 3.16.	Nitrürlenmiş bir sıcak iş takım çeliğinin oksidasyon işlemi sonrası yüzeyine ait X-ışını kırınım spektrumu	39

Şekil 3.17.	Plazma nitrülenmiş ve sonrasında oksitlenmiş X32CrMoV33 takım çeliğinin kesitine ait mikroyapılar; (a) kesite ait genel görünüm, (b) yüzeyde nitrür ve oksit tabakasını gösteren bir görüntü ve (c) oksit tabakası üzerine yapılan mikroanaliz verisi.....	40
Şekil 3.18.	(a) Borlanmış 100Cr6 rulman çeliğinin parlatılmış kesitine ait bir mikroyapı ve (b) yüzeyde oluşturulan tabaka yapısına ait bir şematik gösterim.....	42
Şekil 3.19.	Farklı sıcaklıklarda 6 saat borlanmış H13 sıcak iş takım çeliğinin kesitlerine ait taramalı elektron mikroskop görüntüleri; (a) 800, (b) 900 ve (c) 1000 °C	42
Şekil 3.20.	Farklı sıcaklıklarda ve sürelerde borlanmış H13 sıcak iş takım çeliğine ait yüzeyden merkeze doğru mikrosertlik profilleri	43
Şekil 3.21.	CVD prosesine ait şematik bir görsel	44
Şekil 3.22.	Farklı kimyasal buhar biriktirme tekniklerinde kaplama sürecini gösteren şematik görseller; (a) termal ve (b) plazma destekli kimyasal buhar biriktirme	46
Şekil 3.23.	CVD prosesi boyunca var olabilen önemli reaksiyon bölgeleri.....	47
Şekil 3.24.	CVD kaplamalara ait kesit görüntüleri; (a) Al ₂ O ₃ /TiC; (b) TiCN/TiC; (c) TiAlN.....	47
Şekil 3.25.	CVD ile oluşturulmuş farklı kaplama türleri için sıcaklığa bağlı sertlik değişimi	18
Şekil 3.26.	Farklı türden kaplamaların kesit mikroyapıları; (a) CVD Ti(C,N)-Al ₂ O ₃ -TiN ve (b) PVD (Ti,Al)N-(Al,Cr ₂)O ₃	48
Şekil 3.27.	Püskürtme biriktirme prosesinin ana bileşenlerin şeması.....	49
Şekil 3.28.	Isıl işlem sonrasında nitrülenmiş ve PVD ile kaplanmış çeliğin kesit mikroyapıları; (a) CrN, (b) AlTiN ve (c) CrN/AlTiN	51
Şekil 3.29.	Isıl işlem sonrasında nitrülenmiş ve PVD ile kaplanmış çeliklerin sertlik profilleri	51
Şekil 3.30.	Aşınma test mekanizmalarının tipik konfigürasyonları.....	53
Şekil 3.31.	Aşınma türlerinin kategorizasyonu.....	54
Şekil 3.32.	Aşınma türlerinin şematik görseli; (a) abrazif aşınma, (b) adhezif aşınma ve (c) yorulma aşınması.....	56
Şekil 3.33.	Farklı sürelerde nitrasyonlanmış takım çelikleri için kayma mesafesine bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimi.....	60
Şekil 3.34.	Farklı sürelerde nitrasyonlanmış çeliklerin farklı mesafelere karşılık spesifik aşınma oranları.....	60
Şekil 3.35.	(a) 1 saat nitrülenmiş ve 150 m'lik bir kayma mesafesi boyunca test edilmiş çelikte genel aşınmayı gösteren ve (b) aşınma mekanizmalarının anlaşılmasını sağlayan yüksek büyütme görüntüleri	61
Şekil 3.36.	Uygulanan normal yük, çelik grubu ve ısı + yüzey işlemlerinin bir fonksiyonu olarak aşınma katsayısının değişimi: (a) Isıl işlem uygulanmış AISI H13, (b) Isıl işlem uygulanmış Cr-Mo-V, (c) Isıl ve yüzey işlem uygulanmış AISI H13, (d) Isıl ve yüzey işlem uygulanmış Cr-Mo-V çeliği (□:40 HRC, o:45HRC, Δ: 50 HRC).....	62

Şekil 3.37.	Farklı nominal yük altında aşındırılmış Cr-Mo-V çeliği için yüzeyde meydana gelen aşınma izi ve ize ait profilometrik projeksiyonlar; (a) 5 N yük ve (b) 10 N	62
Şekil 3.38.	Değişken proseslenmiş ve değişken sıcaklıklarda test edilmiş H13 takım çeliklerine ait kayma mesafesine bağlı sürtünme katsayısı değişim diyagramları; (a) oda sıcaklığı ve (b) 250 °C	64
Şekil 3.39.	Farklı proseslenmiş ve aşındırılmış H13 takım çeliklerinin yüzeyinde var olan aşınma izlerini gösteren taramalı elektron mikroskop görüntüleri; (a) QT, (b) QTC, (c) SBN, (d) GN-O	64
Şekil 4.1.	Yüksek sıcaklık “block-on-cylinder” tipi test düzeneği	69
Şekil 4.2.	Yüksek sıcaklık aşınma konfigürasyonunu gösteren şematik çizim	70
Şekil 5.1	Nitrokarbürizasyon uygulanmış çeliğin yüzeyine ait SEM görüntüleri; (a) yüzey genel görünümü ve (b) daha yüksek büyütmede yüzey görünümü.....	71
Şekil 5.2.	Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış çeliğin yüzeyine ait SEM görüntüleri; (a) yüzey genel görünümü ve (b) daha yüksek büyütmede yüzey görünümü.....	71
Şekil 5.3.	Farklı yüzey işlemi uygulanmış çeliklere ait XRD datası	72
Şekil 5.4.	Nitrokarbürizasyon uygulanmış takım çeliğinin kesit mikroyapıları; (a) IM ve (b) SEM	73
Şekil 5.5.	(a) Nitrokarbürizasyon uygulanmış çelik kesitine ait genel bir SEM görüntüsü ve (b-d) kesitte elementel değişim profilleri.....	73
Şekil 5.6.	Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış takım çeliğinin kesit mikroyapıları; (a) IM ve (b) SEM	74
Şekil 5.7.	(a) Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış çelik kesitine ait genel bir SEM görüntüsü ve (b-d) kesitte elementel değişim profilleri	75
Şekil 5.8.	Nitrokarbürizasyon uygulanmış çeliğin kesitine ait sertlik değişim profili	76
Şekil 5.9.	Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış çeliğin kesitine ait sertlik değişim profili.....	76
Şekil 5.10.	Oda sıcaklığı aşınma testleri sonrası toplam kayma mesafesinin bir fonksiyonu olarak sürtünme katsayısı değişimi.....	77
Şekil 5.11.	Isıl işlem uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı aşınma testi sonrası aşınma izine ait 3D profilometrik projeksiyonlar	78
Şekil 5.12.	Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı aşınma testi sonrası aşınma izine ait 3D profilometrik projeksiyonlar	79
Şekil 5.13.	Nitrasyon ve oksidasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı aşınma testi sonrası aşınma izine ait 3D profilometrik projeksiyonlar	79
Şekil 5.14.	Oda sıcaklığı kuru sürtünme testleri sonrası hesaplanan spesifik aşınma oranları	80
Şekil 5.15.	Isıl işlem uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri	81
Şekil 5.16.	Isıl işlem uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait SEM görüntüleri	81

Şekil 5.17.	Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri.....	82
Şekil 5.18.	Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait SEM görüntüleri.....	82
Şekil 5.19.	Nitrasyon ve oksidasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri	83
Şekil 5.20.	Nitrasyon ve oksidasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait SEM görüntüleri	83
Şekil 5.21.	Yüksek sıcaklık testleri sonrası toplam kayma mesafesinin bir fonksiyonu olarak sürtünme katsayısı değişimi	84
Şekil 5.22.	Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin yüksek sıcaklık aşınma testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri.....	85
Şekil 5.23.	Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin yüksek sıcaklık aşınma testi sonrası aşınma yüzeyine ait SEM görüntüleri.....	85
Şekil 5.24.	Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış takım çeliğinin yüksek sıcaklık aşınma testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri.....	86
Şekil 5.25.	Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış takım çeliğinin yüksek sıcaklık aşınma testi sonrası aşınma yüzeyine ait SEM görüntüleri.....	86

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 2.1.	Sıcak iş takım çelikleri için kompozisyon sınırlamaları.....	6
Tablo 2.2.	Alaşım elementlerinin takım çeliklerine etkisi	9
Tablo 2.3.	Takım çeliklerinde bulunan alaşım karbürleri ve özellikleri.	12
Tablo 4.1.	Altlık malzeme olarak kullanılan sıcak iş takım çeliğine ait kimyasal kompozisyon (ağ.-%).....	65



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

d	: Aşınma izi genişliği, (mm)
Wr	: Spesifik aşınma oranı, (mm ³ /N.m)
R	: Aşınma izi yarıçapı, (mm)
H	: Sıcak iş takım çeliği grubu
HT	: Yüksek sıcaklık, (°C)
K	: Difüzyon sabiti
r	: Bilya yarıçapı, (mm)
β	: Beta fazı
T _m	: Ergime sıcaklığı, (°C)
ε	: Epsilon fazı
α	: Ferrit fazı
γ'	: Gama prime fazı
V	: Hacim kaybı, (mm ³)
M _s	: Martenzit başlangıç sıcaklığı, (°C)
M _f	: Martenzit bitiş sıcaklığı, (°C)
N	: Nominal yük, (N)
RT	: Oda sıcaklığı, (°C)
γ	: Östenit fazı
A ₁	: Ötektoid sıcaklık, (°C)
A ₃	: Ötektoid altı çelikler için östenit alanına geçiş sıcaklığı, (°C)
A _{C1}	: Östenitleştirme işlemi için alt kritik dönüşüm sıcaklığı, (°C)
μ	: Sürtünme katsayısı
F	: Sürtünme kuvveti, (N)
m	: Toplam sürtünme mesafesi, (m)
ymk	: Yüzey merkezli kübik

Kısaltmalar

AISI	: American Iron and Steel Institute (Amerikan Demir ve Çelik Enstitüsü)
ASTM	: American Society for Testing Materials (Amerikan Test ve Materyalleri Topluluğu)
COF	: Coefficient of Friction (Sürtünme Katsayısı)
CVD	: Chemical Vapor Deposition (Kimyasal Buhar Biriktirme)
EBW	: Electron Beam Welding (Elektron Demet Kaynağı)
EDS	: Energy Dispersive Spectrometer (Enerji Dağılımlı X-Işın Spektrometresi)
FCAW	: Flux Core Arc Welding (Özlü Telli Gaz Altı Ark Kaynağı)
FLSP	: Femtosecond Laser Surface Processing (Femto Saniye Lazer Prosesleme)
GMAW	: Gas Metal Arc Welding (Gaz Metal Ark Kaynağı)
GTAW	: Gas Tungsten Arc Welding (Gaz Tungsten Ark Kaynağı)
HV	: Hardness of Vickers (Vickers Sertliği)
HRC	: Hardness of Rockwell (Rockwell Sertliği)
IM	: Işık Mikroskobu
LCVD	: Laser Chemical Vapor Deposition (Lazer Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme)
OAW	: Oxidacetylene Arc Welding (Oksiasetilen Ark Kaynağı)

PAW	: Plasma Arc Welding (Plazma Ark Kaynağı)
PVD	: Physical Vapor Deposition (Fiziksel Buhar Biriktirme)
PECVD	: Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition (Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme)
PSP	: Pressure-Sensitive Paint Coating (Basınca Duyarlı Boya Kaplama)
SAW	: Submerged Arc Welding (Tozaltı Ark Kaynağı)
SEM	: Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu)
XRD	: X-Ray Diffractometer (X-Işın Difraktometresi)



X38CrMoV5-3 SICAK İŞ TAKIM ÇELİĞİNDE YÜZEY İŞLEM UYGULAMALARI VE AŞINMA DAVRANIŞININ İNCELENMESİ

ÖZET

Bu çalışmada, X38CrMoV5-3 kalite sıcak iş takım çeliği öncelikle 1010 °C sıcaklıkta 20 dakika östenitleştirilmiş, havada soğutulmuş ve 580 °C sıcaklıkta üç kez 2 saat boyunca temperlenmiştir. Böylece temper martenzitik matriks içeren bir çelik yapısı elde edilmiştir. Isıl işlemi takiben bilyalı dövülmüş yüzeyler üzerine nitrokarbürizasyon ve nitrasyon ve oksidasyon işlemleri uygulanmıştır. Yüzey faz analiz çalışmaları proses gereği karbonitrürlerin ve oksitlerin oluştuğuna işaret etmiştir. Kesitte yapılan metalurjik analizler ise (i) nitrokarbürizasyon işlemi sonrası yüzeyden merkeze ~ 8 µm kalınlığında azot ve karbonca zengin tabakanın oluştuğunu ve difüzyon tabaka derinliğinin ~ 120 µm derinlikte olduğunu, (ii) nitrasyon işlemi ile beyaz tabaka oluşturulmaksızın ~ 20 µm derinliğinde bir difüzyon tabakasının var olduğunu ve (iii) bu tabaka üzerinde oksidasyon ile ~ 2 µm kalınlığında demirce zengin bir oksit tabakasının oluştuğunu göstermiştir. Mekanik karakterizasyon çalışmaları nitrokarbürizasyon ve nitrasyon ve oksidasyon işlemleri sonrası yüzey sertliklerinin sırası ile 1100±142 HV₁₀ ve 810±22 HV₁₀ sertlik değerlerinden olduğunu göstermiştir. Oda sıcaklığı ve yüksek sıcaklığı aşınma testleri ısıl işlem uygulanmış çelik matriksine (565±19.8 HV₁₀) göre daha sert yüzeylerin oluşturulması halinde aşınma direncinin arttırabildiğini ve uygulanan yüzey işlemlerinden nitrokarbürizasyon işleminin nitrasyon ve oksidasyon işlemine kıyasla daha yüksek aşınma direnci sağladığını ortaya koymuştur.

Anahtar Kelimeler: Karakterizasyon, Triboloji, Yüzey Mühendisliği, X38CrMoV5-3 Takım Çeliği.

SURFACE TREATMENT APPLICATIONS AND INVESTIGATION OF WEAR BEHAVIOR OF X38CrMoV5-3 HOT WORK TOOL STEEL

ABSTRACT

In this study, X38CrMoV5-3 grade hot work tool steel is first austenitized at 1010 °C for 20 min, cooled in air and tempered at 580 °C three times for 2 h. Thus, a steel microstructure containing a tempered martensitic matrix is obtained. Following the heat treatment, nitrocarburising and nitriding and oxidation processes are applied on the shot-peened surfaces. Surface phase analysis studies are shown that carbonitrides and oxides are formed due to the applied processes. Metallurgical analyzes performed on the cross-sections show that (i) after the nitrocarburising process, a nitrogen and carbon-rich layer with a thickness of $\sim 8 \mu\text{m}$ and the diffusion layer depth of $\sim 120 \mu\text{m}$ are formed from the surface to the center, (ii) a diffusion layer with a depth of $\sim 20 \mu\text{m}$ is formed without the formation of a white layer by the nitriding process and (iii) an iron-rich oxide layer with a thickness of $\sim 2 \mu\text{m}$ is formed on this layer by oxidation. Mechanical characterization studies are shown that the surface hardness values after nitrocarburising and nitriding and oxidation processes are $1100 \pm 142 \text{ HV}_{10}$ and $810 \pm 22 \text{ HV}_{10}$ hardness values, respectively. Room temperature and high temperature wear tests have revealed that wear resistance can be increased if harder surfaces are formed compared to the heat-treated steel matrix ($565 \pm 19.8 \text{ HV}_{10}$), and that the nitrocarburising process, one of the applied surface treatments, provides higher wear resistance compared to the nitriding and oxidation process.

Keywords: Characterization, Tribology, Surface Engineering, X38CrMoV5-3 Tool Steel.

1. GİRİŞ

AISI sınıflandırma sisteminde H grubu olarak adlandırılan sıcak iş takım çelikleri, yüksek sıcaklık ve çevrimli yükler altında sertliklerini koruyabilen, tokluk, ısıl iletkenlik ve aşınmaya karşı gösterdikleri direnç gibi üstün özellikler ile karakterize edilmektedirler (Totten, 2006). Sahip oldukları bu üstün özellikler nedeniyle malzeme şekillendirme tekniklerinden olan metal enjeksiyon ve ekstrüzyon gibi sıcak şekil verme yöntemlerinde ve demir/demir dışı metallerin düşük basınçlı döküm yöntemlerinde kalıp malzemesi olarak sıklıkla kullanılırlar (Mesquita, 2017). Genellikle bu tür malzemeler hem ısıl hem de mekanik tekrarlı yüklere ve tribolojik koşullara maruz kaldığından erken ömürde hasarlanabilmektedir. Kalıp malzemesinin yüzeyinde oluşan yoğun iç gerilmeler ve deformasyon hasar oluşuma neden olmaktadır. Bahsi geçen tüm bu süreç takım malzemelerinin verimliliğini azaltarak maliyetlerini arttırmaktadır (Widomski ve Gronostajski, 2020). Takım çeliklerinin özellikleri üzerine kimyasal kompozisyonun ve ısıl işlem çevriminin önemli bir etkisi vardır. Bu çeliklerde östenitleştirme, su verme ve temperleme işlemleri sonrası temper martenzitik bir matriks oluşturulur. Kimyasal kompozisyonunda bulunan güçlü karbür oluşturu elementlere (Cr, Mo, W, V) bağlı olarak matriks içerisinde $M_{23}C_6$, M_7C_3 , M_3C , MC, M_6C tipi karbürlerin oluşumu da sağlanabilmektedir. Böylece takım çeliğinden beklenen çoğu mekanik özellik elde edilmiş olur (Roberts ve diğ., 1988).

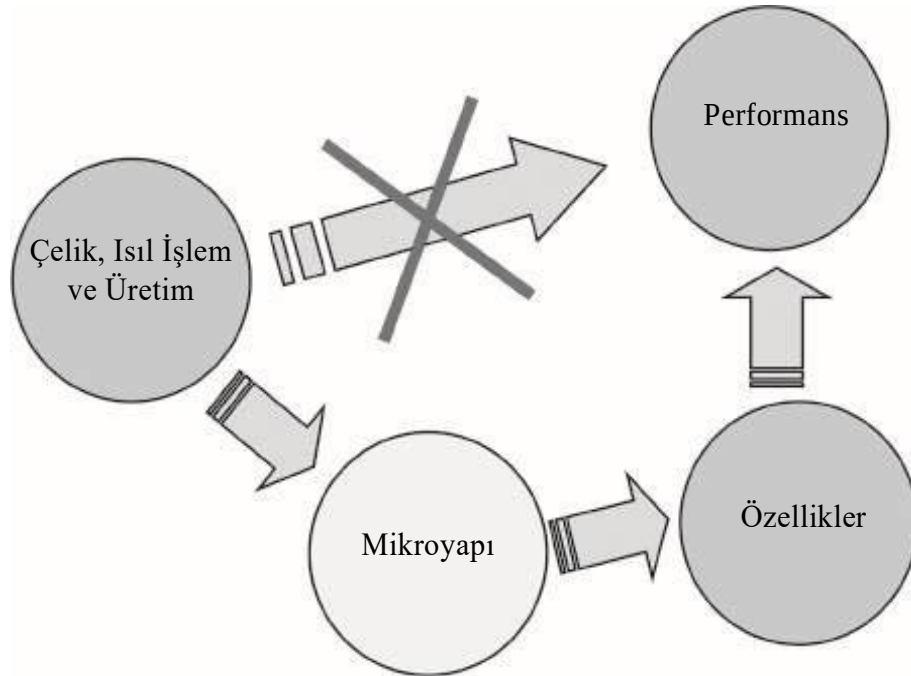
Takım çeliğinde mekanik özellikleri geliştirmek için ısıl işlem uygulamaları yaygın olarak kullanılsa da söz konusu aşınma direnci olduğunda yüzey mühendisliğinin uygulamalarının rolü büyük önem taşımaktadır. Bu amaçla tribolojik koşullarda takım malzemesinin direncini artırmak için çeşitli yüzey modifikasyon tekniklerini kullanılmaktadır. Ancak en yaygın olarak kullanılan teknikler arasında başta termo-kimyasal yüzey işlemleri gelmektedir. Termo-kimyasal işlemler ile yüzey metalurjisini değiştirmeden yüzeyin kimyasal bileşimini değiştirerek yüzeyde sert ve koruyucu bir tabaka oluşturulmaktadır. Böylece sürtünme katsayısı azaltılmakta ve malzemenin aşınma direncini artırılmaktadır. Çoklu yüzey işlemleri uygulanarak takım yüzeylerinin fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikleri önemli ölçüde geliştirilebilmektedir (Polat ve diğ., 2012; Davis, 2002).

Ferritik çeliklere bir termo-kimyasal işlem olan nitrasyon işleminin uygulanması halinde yüzeye azot atomları difüze edilmekte ve proses şartlarında yüzeyden merkeze doğru metalurjik yapı değişimine gidilmektedir. Proses şartlarına bağlı olarak malzeme yüzeyinde Fe_{2-3}N (ϵ) ve Fe_4N (γ') fazlarından oluşan bir bileşim tabakası (beyaz tabaka) oluşmaktadır. Bu tabaka sert ve kırılğan bir çift faz yapısına sahiptir. Yüzeyden merkeze doğru belirli bir derinlik boyunca çözünmüş azot ve nitrür içeren bir matriks yapısı da oluşabilmektedir. Bu yapı esasen bir difüzyon tabakasını oluşturmaktadır. Bu tür bir tabakanın varlığı çeliğin yük taşıma kapasitesini arttırmakta ve çeliğe tokluk kazandırmaktadır (Pye, 2003; Zhao ve diğ., 2019). Nitrokarbürizasyon işlemi ise nitrasyon işlemine benzer şekilde çeliğin servis ömrünü, aşınma direncini ve tribolojik performansını arttırmak amacıyla uygulanan bir başka termo-kimyasal yüzey işlemidir. Çelik yüzeyine azot ve karbonun eş zamanlı difüzyonu sağlanarak, yüzeyde demir karbonitrürlerden oluşan bir beyaz tabaka [$\epsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N},\text{C})$ ve $\gamma'\text{-Fe}_4(\text{N},\text{C})$] ve yine benzer şekilde yüzeyin hemen altında belirli bir derinlik boyunca tane sınırlarında bulunan ikincil karbürlerle birlikte karbür ve nitrürlerin bulunduğu bir difüzyon tabakası oluşturulur (Wang ve diğ., 2018; Ciski ve diğ., 2014). Oksidasyon işlemi ile de malzeme yüzeyinde anyon ve katyon difüzyonu sonucu wüstite (FeO), manyetit (Fe_3O_4) ve hematit (Fe_2O_3) gibi oksit yapılarının oluşan ince bir oksit tabakası oluşturulmaktadır (Naraparaju, 2013). Bu sayede malzeme yüzeyinde korozyona dirençli bir bariyer tabaka oluşturulur. Aynı zamanda oksit tabakasının bir yağlayıcı gibi davranması sonucu sürtünme katsayısı azaltılmaktadır. Bu durumda yüksek aşınma direnci ve uzun takım ömrü sağlanmaktadır (Delaunois ve diğ., 2022).

Tez çalışması kapsamında, altlık malzeme olarak X38CrMoV5-3 kalite kromlu sıcak iş takım çeliği seçilmiş olup, konvansiyonel ısıt işlemler sonrası termo-kimyasal yüzey işlemleri (nitrokarbürizasyon ve nitrasyon+oksidasyon) uygulanmıştır. Yüzey işlemleri sonrası çeliğin yüzey ve yüzey altı mikroyapısal ve mekanik karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklıkta (450 °C) tribolojik testler yapılarak yüzey işlemlerinin ısıt işlem uygulanmış çeliğe kıyasla aşınma performansı takip edilmiştir.

2. SICAK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN METALURJİSİ

Sıcak iş takım çelikleri, diğer çelik gruplarına benzer mekanik özelliklere sahip olmakla birlikte, özellikle yüksek sıcaklık ve tekrarlı yükleme koşullarında üstün performans sergileyen özel çelik grupları olarak kabul edilmektedir. Bu çelikler, Amerikan Demir ve Çelik Enstitüsü (AISI) sınıflandırma sisteminde "H grubu" olarak adlandırılmaktadır. En önemli özellikleri ise çalışma koşullarında özellikle 200 °C ve üzeri sıcaklıklarda ortaya çıkan ısı, mekanik ve tribolojik etkenlerin oluşturduğu gerilmelere karşı gösterdikleri yüksek dirençtir. Bu sayede endüstriyel uygulamalarda kritik bir rol oynayarak, yüksek sıcaklıkta uzun süreli çalışma koşullarında meydana gelen aşınma ve deformasyona karşı direnç gösterebilmektedirler (Totten, 2006). Sıcak iş takım çeliklerinin kimyasal bileşimi, imalat yöntemi ve ısıtım süreçleri dikkate alındığında, farklı malzeme özelliklerine ulaşılabilir. Belirli bir uygulama için en iyi sıcak iş takım çeliğinin seçimi, çalışma koşullarındaki mekanik özellik gereksinimleri doğrultusunda, yapı, özellik ve performansların ilişkisine bağlıdır (Şekil 2.1). Bu nedenle takım çeliklerinin performanslarını yorumlarken bu değişkenlerin tümü göz önünde tutulmalıdır (Mesquita, 2017).



Şekil 2.1. Sıcak iş takım çelikleri için proses-mikroyapı-özellik-performans ilişkisi (Mesquita, 2017).

Sıcak iş takım çeliklerinin performansını belirleyen özellikler arasında sıcak şekillendirilebilirlik, yüksek şok direnci, yüksek aşınma direnci, işlenebilirlik ve ısı kontrolüne karşı direnç gelmektedir (Totten, 2006; Mesquita, 2017).

Bilindiği üzere, sıcak şekillendirilebilirlik metalurjik olarak tane sınırları boyunca karbürlerin, inklüzyonların ve yüksek seviyede kükürt, bakır, kalay ve antimon gibi segregasyon elementlerinin varlığına bağlı olarak değişiklik gösterir. Bu fazlar ve elementler takım çeliklerinin sıcak şekillendirilebilirliğini olumsuz yönde etkileyerek, çatlak oluşma riskini arttırabilmektedir. Ancak, sıcak şekillendirilebilirliği arttırmak için çeliklerin yeniden ergitme işlemiyle temizlenmesi ve yüzey kalitesinin iyileştirilmesi gibi bazı önlemler alınabilmektedir (Totten, 2006; Mesquita, 2017).

Öte yandan, takım malzemesi olarak kullanılan sıcak iş takım çeliklerinde, iş parçasının çalışma koşullarında meydana gelen ani sıcaklık değişimleri ve mekanik yüklerin etkisiyle oluşan sıcaklık farkları, zamanla çatlak oluşumuna ve hasarlanmaya yol açabilmektedir. Özellikle hızlı soğutma içeren uygulamalarda, bu tür hasarları önlemek için takım malzemelerinin mekanik ve termal şoka karşı üstün direnç ve yüksek tokluk özelliklerine sahip olması gerekmektedir. Bu bağlamda, H tipi çeliklerinin karbon içerikleri genellikle düşük veya orta seviyelerde tutulur. Düşük karbon içeriği, çeliğin daha yüksek tokluk ve süneklik özellikleri göstermesini sağlar. Tokluk, malzemenin ani darbelerle karşı dayanıklılığını artırırken, süneklik ise malzemenin şekil değiştirme kapasitesini ve deformasyonunu artırır. Bu özellikler, sıcak işleme sırasında malzemenin çatlamasını ve kırılmasını önler, dolayısıyla çeliğin uzun ömürlü ve güvenilir bir performans sergilemesini sağlar (Roberts ve diğ., 1998; Totten, 2006).

Sıcak iş takım çeliklerinde uygulama alanları dikkate alındığında takım ömrünü en çok etkileyen ve en fazla malzeme kaybına neden olan hasar mekanizmalarının başında yüksek sıcaklıkta aşınma gelmektedir. Aşınma direnci ile sertlik arasında doğrusal ilişki göz önünde tutulduğunda aşınma direnci doğrudan çalışma sırasındaki sertliğe ve temperleme direncinin kombinasyonuna bağlı olmaktadır. Bu hasar, malzeme seçimi yaparken, yüksek sıcaklıklarda sertlik değerleri yüksek ve nispeten daha düşük tokluğa sahip olan alaşım ve mikroyapıların seçilmesiyle önlenmeye çalışılmaktadır (Roberts ve diğ., 1998).

İşlenebilirlik esasen düşük karbonlu takım çelikleri gibi mikroyapısında yüksek ferrit içeriğine sahip çelikler için, takım malzemesi ve iş parçası arasındaki yapışma nedeniyle oldukça güçtür. Bu tür çelikler, genellikle yumuşak çelikler olarak sınıflandırılır. İşlenebilirlik özelliğini iyileştirmek için düşük karbonlu çeliklerde ferrit-perlit faz yapısı normalize edilir. Normalize işlemi, çeliklerin sıcaklık kontrolü altında yavaşça soğutulmasını içerir ve bu sayede çeliklerin homojen bir yapı kazanmaları sağlanır. Öte yandan, yüksek karbonlu çelikler için, işlenebilirlik sorunları farklı bir yaklaşım gerektirir. Bu tür çelikler, küreselleştirilmiş karbürler ile yumuşak tavlama koşulları altında işlenirler. Bu işlem, çeliklerin sertliklerini ve mukavemetlerini artırırken işlenebilirliklerini korumalarını sağlar. Ayrıca, karbürlerin küreselleştirilmesi, çeliklerin daha homojen bir yapıya sahip olmalarını sağlar (Mesquita, 2017).

Isı kontrolüne karşı direnç, uzun süreli ısıtma ve tekrarlı yükler altında kalan sıcak iş takım çeliklerinde ince çatlakların oluşumuna karşı bir savunma mekanizması olarak da tanımlanabilir. Özellikle düşük ergime sıcaklığına sahip metallerin dökümü için uygulanan basınçlı döküm yönteminde, takım malzemelerinin bu tür çatlaklara karşı direnci, takım ömrünü önemli ölçüde etkiler ve dolayısıyla verimliliği azaltan ana faktörlerden biri olarak kabul edilir. Düşük ergime sıcaklıklarına sahip metaller, yüksek ısı ve basınç altında işlenirken takım malzemesinin yüksek ısıya karşı direnç göstermesi, malzemenin ısıl gerilmelere dayanabilmesi ve uzun ömürlü performans sergilemesi açısından kritik öneme sahiptir. Bu nedenle, sıcak iş takım çeliklerinde ısıya karşı gösterilen direnç, malzemenin dayanıklılığı ve işlem verimliliği açısından aranan önemli bir özellik olarak değerlendirilir. Bu direnç hem ısıl çatlamların hem de aşınmanın önlenmesine katkıda bulunur (Totten, 2006; Mesquita, 2017).

2.1. Sıcak İş Takım Çeliklerinin Sınıflandırılması ve Uygulama Alanları

Takım çelikleri kullanım alanlarına, kimyasal kompozisyonlarına ve ısıl işlem süreçlerine bağlı olarak sınıflandırılmaktadır. AISI sınıflandırma sistemine göre sıcak iş takım çelikleri, nominal kompozisyonun da bulunan majör karbür oluşturuca alaşım elementlerine bağlı olarak; (i) kromlu sıcak iş takım çelikleri, (ii) tungstenli sıcak iş takım çelikleri ve (iii) molibdenli sıcak iş takım çelikleri olmak üzere üç gruba ayrılmıştır. Tablo 2.1'de sıcak iş takım çeliklerinin AISI sınıflandırma sistemine göre nominal

kompozisyon sınırlamaları verilmiştir. Sıcak iş takım çeliklerinin matrisinde bulunan bu karbürler takım çeliğinin sertliğini belirlemektedir (Roberts ve diğ., 1998).

Tablo 2.1. Sıcak iş takım çelikleri için kompozisyon sınırlamaları (Roberts ve diğ., 1998).

	Kompozisyon (ağırlıkça %)								
AISI	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	W	V	Co
Kromlu Sıcak İş Takım Çelikleri									
H10	0.35-0.45	0.25-0.70	0.80-1.20	3.00-3.75	0.30 maks.	2.00-3.00	-	0.25-0.75	-
H11	0.33-0.43	0.20-0.50	0.80-1.20	4.75-5.50	0.30 maks.	1.10-1.60	-	0.30-0.60	-
H12	0.30-0.40	0.20-0.50	0.80-1.20	4.75-5.50	0.30 maks.	1.25-1.75	1.00-1.70	0.50 max	-
H13	0.32-0.45	0.20-0.50	0.80-1.20	4.75-5.50	0.30 maks.	1.10-1.75	-	0.80-1.20	-
H14	0.35-0.45	0.20-0.50	0.80-1.20	4.75-5.50	0.30 maks.	-	4.00-5.25	-	-
H19	0.35-0.45	0.20-0.50	0.20-0.50	4.00-4.75	0.30 maks.	0.30-0.55	3.75-1.50	1.75-2.20	4.00-4.50
Tungstenli Sıcak İş Takım Çelikleri									
H21	0.26-0.36	0.15-0.40	0.15-0.50	3.00-3.75	0.30 maks.	-	8.50-10.00	0.30-0.60	-
H22	0.30-0.40	0.15-0.40	0.15-0.40	1.75-3.75	0.30 maks.	-	10.00-11.75	0.25-0.50	-
H23	0.25-0.35	0.15-0.40	0.15-0.60	11.00-12.75	0.30 maks.	-	11.00-12.75	0.75-1.25	-
H24	0.42-0.53	0.15-0.40	0.15-0.40	2.50-3.50	0.30 maks.	-	14.00-16.00	0.40-0.60	-
H25	0.22-0.32	0.15-0.40	0.15-0.40	3.75-4.50	0.30 maks.	-	14.00-16.00	0.40-0.60	-
H26	0.45-0.55 ^(b)	0.15-0.40	0.15-0.40	3.75-4.50	0.30 maks.	-	17.25-19.00	0.75-1.25	-
Molibdenli Sıcak İş Takım Çelikleri									
H42	0.55-0.70 ^(b)	0.15-0.40	-	3.75-4.50	0.30 maks.	4.50-5.50	5.50-6.75	1.75-2.20	-
(b) Birkaç karbon aralığında mevcuttur.									

2.1.1. Kromlu Sıcak İş Takım Çelikleri

AISI sınıflandırma sistemine göre H10 ile H19 türleri bu grubu ifade etmektedir. Bunlar arasında özellikle H11, H12 ve H13 türleri diğer alaşım elementlerine oranla majör oranında krom içerdiğinden dolayı yüksek sertleşebilirliğe sahiptir. Bu sayede minimum boyut toleransı ile havada soğutma uygulanarak yüksek oranda sertleşebilirlik elde edilebilmektedir (ASM Handbook, 1993). Tipik uygulama alanları arasında alüminyum, çinko ve magnezyum gibi elementlerin dökümlerinde kalıp malzemesi, demir ve demir dışı metallerin plastik şekil verme işlemlerinde dövme kalıpları, kesici ve delici uçlara ek olarak sıcak iş uygulamalarında kesme bıçakları olmak üzere geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Kromlu sıcak iş takım çeliklerinin öne çıkan özellikleri, yüksek tokluk ve darbelere karşı dirençleridir. Kromlu sıcak iş takım çeliklerinin kimyasal

kompozisyonunda nispeten düşük ve orta derece karbon içeriğine ilave olarak karbür yapıcı alaşım elementlerinin bulunması sıcak çalışma koşullarında yüksek yumuşama/temperleme direnci sağlar. Kompozisyonunda bulunan düşük karbon içeriği, krom ve molibden (ağırlıkça %1) nedeniyle östenitin difüzyon kontrollü dönüşümleri büyük ölçüde geciktirilir. Ayrıca bir başka dönüşüm yapısı olan perlitin sertliği düşük olmakla birlikte bu çeliklerde martenzit başlangıç sıcaklığı (M_s) nispeten yüksektir. Yüksek sıcaklıklarda uzun sürelerde çalışabilen bu çelikler hem yumuşamaya hem de çevrimli yüklerin neden olduğu termal yorulmaya karşı mükemmel dirence sahiptir. Kromlu sıcak iş takım çelikleri, tungstenli ve molibdenli sıcak iş takım çeliklerine kıyasla daha düşük sıcak sertlik değerine ve daha yüksek şok direncine sahiptir. Bu nedenle kalıpların su ile soğutulması gereken uygulamalarında yaygın olarak tercih edilmektedir (Roberts ve diğ., 1998).

2.1.2. Tungstenli Sıcak İş Takım Çelikleri

AISI sınıflandırma sistemine göre H20 ile H39 türleri bu grubu ifade etmektedir. Kimyasal kompozisyonlarında ağırlıkça % 9-19 arasında tungsten ve düşük miktarda karbon içerirler. Bu nedenle diğer sıcak iş takım çeliği gruplarına kıyasla daha yüksek sıcak sertlik değerine sahiptirler. Kromlu sıcak iş takım çeliklerine kıyasla kimyasal kompozisyonlarında bulunan yüksek oranda karbür yapıcı elementler nedeniyle çelikte sertlik artışı sağlayarak daha düşük tokluk ve gevrek kırılma eğilimi gösterirler. Bu durumu önlemek için kompozisyondaki karbon seviyeleri düşük değerlerde tutulur. (Roberts ve diğ., 1998).

Karbon seviyelerinin bu denli düşük tutulmasına rağmen kromlu sıcak iş takım çelikleri ile karşılaştırıldıklarında daha düşük ısı ve mekanik şok direncine sahip oldukları saptanmıştır. Ancak yüksek çalışma sıcaklıklarında uzun sürelerle maruz kalmaları halinde kromlu sıcak iş çeliklerine kıyasla yumuşamaya karşı daha yüksek direnç sergilerler. Bunun nedeni kompozisyonda bulunan tungsten içeriğinden kaynaklanmaktadır. Yumuşamaya karşı gösterilen direnç, yüksek oranda tungsten elementinin kompozisyona dahil edilmesi ile elde edilir. Bu tür bir çelik grubu, sıcak şekil verme yöntemlerinde kullanılan ilk çelik grubu olmasına rağmen kromlu sıcak iş takım çeliklerinin sıklıkla tercih edildiği su soğutmalı uygulamalarda hasar oluşumları nedeniyle sınırlanmaktadır (Totten, 2006; Mesquita, 2017).

2.1.3. Molibdenli Sıcak İş Takım Çelikleri

AISI sınıflandırma sistemine göre H40 ile H59 türleri bu grubu ifade etmektedir. En yaygın olarak kullanılan türü ise H42'dir. Bu gruba dahil olan çelik türleri, tungstenli sıcak iş takım çelikleri ile kıyaslanabilir bir yumuşama direncine sahip olduğundan dolayı bulunabilirlik ve maliyet söz konusu olduğunda alternatif bir seçenek sunmaktadır (Roberts ve diğ., 1998). Molibdenli sıcak iş takım çelikleri sıcak çalışma koşullarında ısı ve mekanik şoklara karşı dirençli olup, tungstenli sıcak iş takım çeliklerinden daha yüksek şok direncine sahiptirler. Sertlik değerleri açısından kıyaslandığında ise tungstenli ve kromlu sıcak iş takım çelikleri grupları arasında yer almaktadırlar. Molibden etkili bir karbür oluşturuca alaşım elementi olduğundan dolayı krom, vanadyum ve tungsten ile birlikte yüksek sıcaklıkta şekil verme yöntemlerinde kararlı karbür içeren mikroyapı oluşumları sağlamaktadır (Totten, 2006; Mesquita, 2017).

Sıcak iş takım çelikleri, plastik şekil verme süreçlerinde bir kalıp malzemesi olarak kullanılmaktadır. Bu çelikler aynı zamanda düşük ergimeli metaller için yüksek basınçlı döküm kalıpları olarak da yaygın olarak kullanılmaktadır. Bilindiği üzere, yüksek basınçlı döküm tekniği ile özellikle alüminyum alaşımlarının karmaşık parçaları yüksek kalitede ve kısa sürede üretilmektedir. Bu tür bir süreçte sıcak iş takım çelikleri yüksek performansta çalışabilen ideal kalıp malzemeleridir. Bundan dolayı günümüzde alüminyum dökümü, sıcak iş takım çelikleri için geniş ve gün geçtikçe artmakta olan bir uygulama alanı oluşturmaktadır (Roberts ve diğ., 1998). Öte yandan plastik şekil verme tekniklerinden olan dövme işlemi için sıcak iş takım çeliklerinden imal edilmiş takım malzemeleri Şekil 2.2'de gösterilmektedir (Chang ve diğ., 2008).



Şekil 2.2. Dövme işleminde kullanılan çalışma kalıpları (Chang ve diğ., 2008).

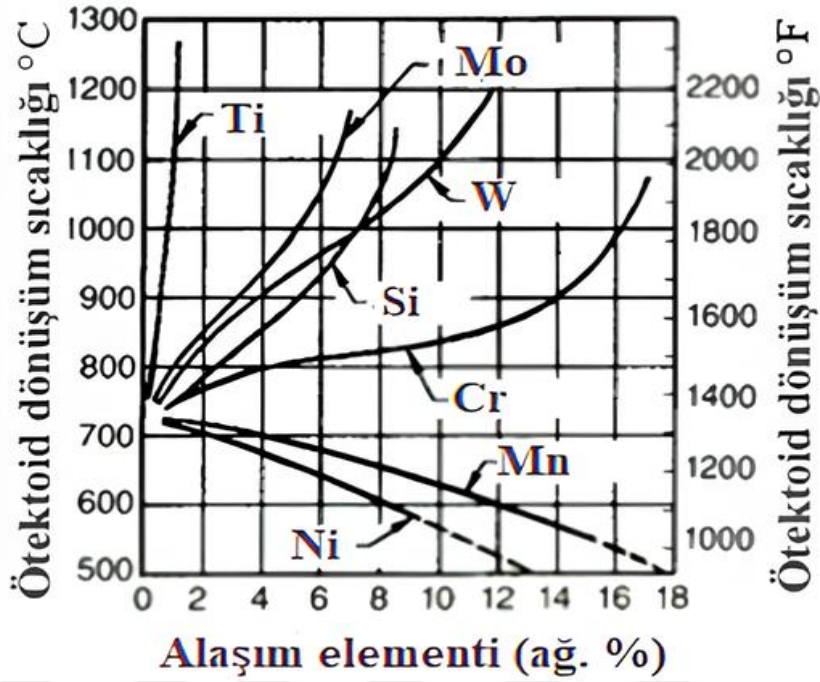
2.2. Sıcak İş Takım Çeliklerine Alaşım Elementlerinin Metalurjik Etkisi

Sıcak iş takım çeliklerinde arzu edilen sertlik ve mukavemet değerlerine ulaşmak için en yaygın kullanılan teknik alaşımlandırmadır. Alaşım elementlerine bağlı olarak uygulanan konvansiyonel ısıt işlemler sonucu genellikle martenzitik yapı içerisinde homojen dağılmış sert karbürler barındıran bir mikroyapı elde edilerek kristalin fazların oluşumu sağlanmaktadır. Sıcak iş takım çeliklerinin kimyasal kompozisyonunda yer alan alaşım elementleri, atom numarası ve atom büyüklüğüne bağlı olarak demir-karbon (Fe-C) faz diyagramında ferrit veya östenit kristal yapısını stabilize edici olarak görev almaktadır. (Krauss, 2015). Tablo 2.2’de sıcak iş takım çeliklerinde bulunan alaşım elementleri ferrit ve östenit yapıcı olmak üzere sınıflandırılmıştır (Roberts ve diğ., 1998).

Tablo 2.2. Alaşım elementlerinin takım çeliklerine etkisi (Roberts ve diğ., 1998).

Ferrit stabilize elementler	Östenit stabilize elementler
Krom (Cr)	Karbon (C)
Molibden (Mo)	Kobalt (Co)
Niyobyum (Nb)	Bakır (Cu)
Silisyum (Si)	Mangan (Mn)
Tantalyum (Ta)	Nikel (Ni)
Titanyum (Ti)	Azot (N)
Tungsten (W)	
Vanadyum (V)	
Zirkonyum (Zr)	

Alaşım elementlerinin Fe-C faz diyagramı üzerindeki bir başka etkisi ise ötektoid sıcaklığı değiştirme kabiliyetleridir. Çeliklerde ötektoid reaksiyon, östenitin ferrit ve sementite dönüştüğü katı hal reaksiyonu olarak tanımlanmaktadır. Bir başka deyişle üç fazın termodinamik olarak dengede olduğu bir duruma karşılık gelmektedir. Ferrit stabilize edici elementler ötektoid sıcaklığını yükseltmekte ve ferritin kararlı olarak bulunduğu sıcaklık aralığını genişletmektedir. Östenit stabilize edici elementler ise ötektoid sıcaklığını düşürmekte ve östenitin kararlı olarak bulunduğu sıcaklık aralığını genişletmektedir. Yaygın olarak kullanılan alaşım elementlerinin ötektoid sıcaklık üzerine etkileri Şekil 2.3’te verilmektedir (Krauss, 2015).



Şekil 2.3. Alaşıım elementlerinin ötektoid dönüşüm sıcaklığına etkisi (Krauss, 2015).

Sıcak iş takım çeliklerinin kimyasal kompozisyonunda bulunan karbon, östenit yapıcı bir element olup, demir ile oluşturduğu karbürü çeliğin mukavemet ve aşınma direncini doğrudan arttırmaktadır. Karbon aynı zamanda takım çeliğinin sertleşebilirliğini belirleyen önemli bir elementtir. Kompozisyonda bulunan mangan, östenit yapıcı bir elementtir ve çeliğin tane boyutunun optimize edilmesinde önemli rol oynar. Bu element ile çeliğin sıcak şekillendirme performansı artırılabilir. Mangan karbür yapıcı bir element olmamakla birlikte yalnızca sementit içerisinde çözünür. Çelik içerisine de oksidasyon ve fazla kükürdü gidermek için eklenir. Takım çeliklerinin kompozisyonunda bulunabilen nikel, östenit alanını genişletebilen bir elementtir. Çeliğin tokluğunu ve sünekliğini önemli ölçüde artırır. Ferrit içerisinde yüksek çözünürlüğe sahip bu element karbür veya oksit yapıcı değildir. Bu elementin varlığı ile yapı içerisinde tane kabalaşması önlenilmekte, su verme işlemi sırasında çatlak oluşumu minimize edilmekte ve ayrıca temper gevrekliği oluşum eğilimi azalmaktadır. Bilindiği üzere, silisyum, ferrit stabilize bir elementtir ve çelik içerisine oksit oluşturucu olarak eklenir. Bu element karbürleri stabilize etmek için mangan, krom ve vanadyum gibi diğer alaşıım elementleri ile birlikte kullanılır. Silisyum, çeliğin mukavemetini arttırmakta ve şekillendirilebilirliğini azaltmaktadır. Ferrit yapıcı bir diğer element de krom olup, bu elementi karbon ile reaksiyonu sonrasında $Cr_{23}C_6$ ve Cr_7C_3 türü karbürler oluşturmaktadır. Kromun varlığı

ile hem çeliğin sertleşebilirliği arttırılmakta hem de mukavemet ve aşınma direnci kontrol edilebilmektedir. Krom katkısı ile çelik matriksinde tane inceltmesi sağlanabilmektedir. Krom ilavesi aynı zamanda kritik çalışma sıcaklık aralığını arttırmakta ve yüksek çalışma sıcaklıklarında temper direncini geliştirmektedir. Kromun bir diğer önemli özelliği korozyon ve oksidasyona karşı malzemeye direnç sağlamasıdır. Ferrit alanını genişleten molibden kroma benzer şekilde karbür yapıcı bir elementtir. Çelik içerisindeki molibden miktarına ve sıcaklığa bağlı olarak matrikste özel karbürler oluşturmaktadır. Molibden karbondan sonra en büyük sertleştirme etkisine sahip ve tokluğun büyük oranda korunmasına katkı verir. Bu element ile çeliklerde su verme sonrası temperleme işleminde ikincil sertlik elde edilir. Tane inceltici etkisi olan molibden, yorulma direncini arttırıcı yönde etki etmektedir. Tungsten, ferrit alanını genişleten bir element olmakla birlikte takım çeliklerinde geniş bir kullanım alanına sahiptir. Kompozisyonda bu elementin varlığı ile yüksek sıcaklıklarda sertlik ve tokluk özelliklerini muhafaza edilir. Güçlü karbür yapıcı bir element olmakla birlikte, molibden gibi tungsten de su verme sonrası temperleme işleminde ikincil sertlik elde edilmesine imkan tanımaktadır. Aynı zamanda bu element yüksek çalışma sıcaklıklarında tane büyümesini engeller. Vanadyum, güçlü bir karbür yapıcı elementtir ve bu nedenle yapı içerisinde düşük miktarlarda kullanılır. Sementit (Fe_3C) içerisinde çok az çözünürlüğe sahip olan bu element esasen çeliğin sertleşebilirliği üzerinde büyük bir etki oluşturur. Vanadyum çeliklerde bir diğer tane inceltici elementtir. Yüksek sıcaklıklara karşı tokluk direnci kazandırarak çalışma ömrünü arttırdığından takım çeliklerinde sıklıkla tercih edilmektedir. İkincil sertleşme eldesine imkan tanıyarak mukavemeti de önemli ölçüde arttırmaktadır (ASM Handbook, 1993; Bhardwaj, 2014).

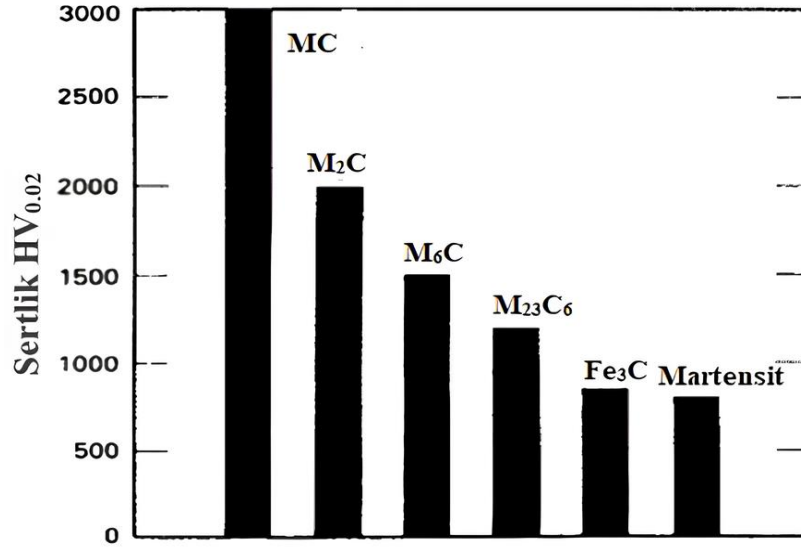
Karbon, takım çeliğinin temel alaşım elementi olduğundan ve miktarı çelik türüne bağlı olarak değişiklik gösterdiğinden dolayı, çeliğin nihai özelliklerini etkileyen en temel elementtir. Demir ile birlikte takım çeliğinin kimyasal bileşimine bağlı olarak kompozisyonda yeterli miktarda titanyum, niyobyum, molibden ve krom gibi güçlü karbür yapıcı elementlere sahip ise farklı türden karbür yapıları oluşarak çeliğin akma ve çekme mukavemet değerleri artmakta ve çeliğin sertleşebilirlik kabiliyeti iyileştirilmektedir (Krauss, 2015). Yapıda bulunan karbürlerin miktarı ve türü, karbon içeriğine, karbür yapıcı alaşım elementinin miktarına ve sıcaklığa önemli ölçüde bağlıdır.

(ASM Handbook, 1993). Tablo 2.3'te takım çeliklerinde oluşabilecek alaşım karbürlerinin çeşitli türleri ve önemli özellikleri verilmiştir (Krauss, 2015).

Tablo 2.3. Takım çeliklerinde bulunan alaşım karbürleri ve özellikleri (Krauss, 2015).

Karbür Tipi	Kafes Yapısı	Özellikler
M_3C	Ortorombik	Sementit (Fe_3C) tipinde karbürlerdir. "M"; Fe, Mn, Cr ve bir miktar W, Mo içerebilmektedir.
M_7C_3	Hekzagonal	Çoğunlukla Cr alaşımlı çeliklerde bulunur. Yüksek sıcaklıklarda çözünmeye karşı dayanıklıdır. Sert ve aşınmaya dayanıklıdır.
$M_{23}C_6$	Yüzey Merkezli Kübik	Yüksek kromlu çeliklerde ve tüm yüksek hız çeliklerinde bulunur. Cr, W ve Mo ile karbürler elde etmek için Fe ile yer değiştirilebilir.
M_6C	Yüzey Merkezli Kübik	W veya Mo açısından zengin karbürlerdir. Orta derece Cr, V, Co içerebilir. Tüm yüksek hız çeliklerinde bulunur. Son derece aşınmaya dayanıklıdır.
M_2C	Hekzagonal	W veya Mo açısından zengin karbürlerdir. Temperlemiden sonra ortaya çıkar. Önemli miktarda Cr çözebilir.
MC	Yüzey Merkezli Kübik	V açısından zengin karbürlerdir. Çözünmeye karşı dirençlidir. Küçük miktarda çözünen karbürler ikincil sertleşme ile çökler.

Karbürlerin mikroyapıdaki yüksek hacim fraksiyonları (miktarları) demir ve demir dışı malzemeleri şekillendirmek için kullanılan takım malzemelerinin yüksek sertlik ve aşınma direncinin elde edilmesine katkı sağlamaktadır. Bu durum takım ömrünü arttırıp, aşınma kaynaklı hasarlanmaları minimuma indirmektedir. Toplam bu etki ile takım performansı olumlu yönde etkilenir. Çünkü karbür oluşturabilecek alaşım elementi ve karbon miktarı ne kadar yüksek ise, karbür içeriği ve sertlikte o kadar yüksektir. Şekil 2.4'te çeşitli alaşımlı karbürlerinin sahip olduğu sertlik değerleri martenzit ve sementitin sertlik değerleri ile kıyaslanmıştır. Alaşım karbürlerinin sertliği her iki fazın sertliğinden daha yüksektir (Krauss, 2015).

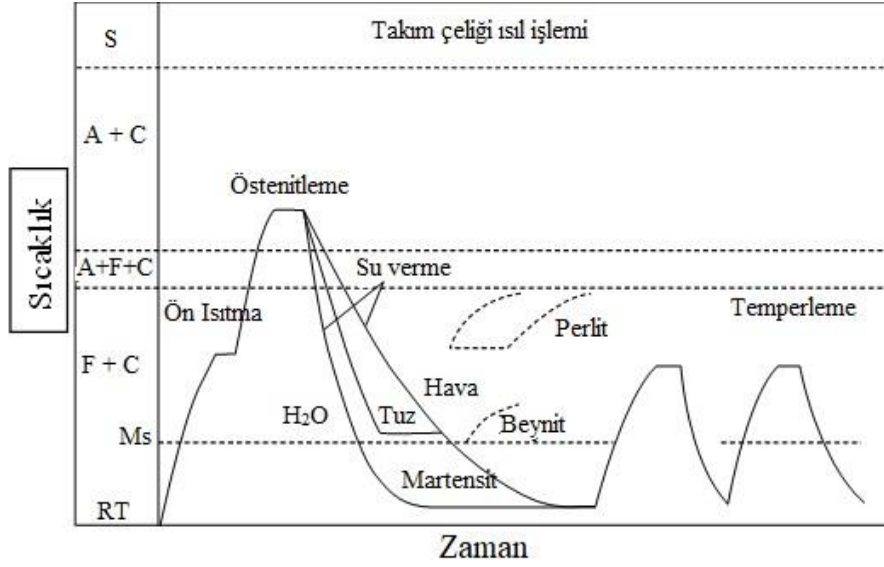


Şekil 2.4. Takım çeliklerinde alaşım karbürlerinin, sementitin ve martenzitin sertliğinin kıyaslanması (Krauss, 2015).

2.3. Sıcak İş Takım Çeliklerinin Isıl İşlemi

Takım çelikleri endüstriyel uygulamalarda tekrarlı ve yüksek sıcaklıklar altında son derece yüksek yüklere maruz kalmaktadırlar. Bu yükler altında kırılma, aşınma ve deformasyona uğramadan kullanım ömürlerini tamamlamak verimlilik açısından oldukça önem arz etmektedir. Bu amaçla birçok uygulama için uygun takım malzemesinin seçimi, optimum özellik kombinasyonunun bir araya getirilmesi ile sağlanmaktadır. Takım çeliklerinde optimum servis performansı; (i) uygun takım tasarımına, (ii) üretim tekniğine, (iii) uygun çelik türünün belirlenmesine ve (iv) uygulanan ısıl işleme büyük ölçüde bağlıdır. Çoğu takım çeliğinde aşınma direnci, deformasyona karşı direnç, yüksek yükler altında kırılmaya karşı direnç ve yüksek sıcaklıklarda yumuşamaya karşı direnç ısıl işlem uygulamaları ile çeliğe kazandırılmaktadır. Takım çeliğinin kimyasal kompozisyonuna bağlı olarak ısıl işlemler sonucu çelikte performans artışı farklılık gösterebilir (Totten, 2006; Krauss, 2015).

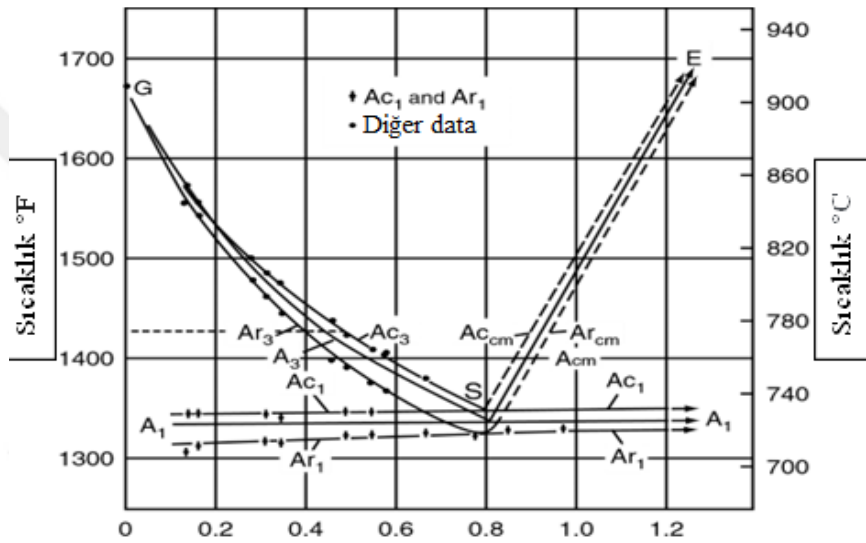
Takım çeliklerine uygulanan konvansiyonel ısıl işlemler esasen üç aşamalı bir süreci içerir; (i) östenit oluşturmak için çeliğin östenit bölgesine ısıtılması (östenitleştirme), (ii) östenitin martenzite dönüştürülmesi için çeliğin östenitleştirme sıcaklığından soğutulması (su verme) ve (iii) martenzitin tokluğunu arttırmak için tavlama (temperleme). Şekil 2.5'te takım çeliklerine uygulanan sertleştirme ısıl işleminin adımları gösterilmektedir (ASM Handbook, 1991).



Şekil 2.5. Takım çeliklerine uygulanan ısıtım işlemi basamaklarının şematik gösterimi; S: sıvı, A: östenit, C: sementit, F: ferrit, M_s : martenzit başlangıç sıcaklığı, RT: oda sıcaklığı (ASM Handbook, 1991).

Östenitleştirme, ısıtım işlemin ilk adımı olmakla kalmayıp en belirleyici adımdır. İşlem parametrelerinin dikkatlice belirlenmesi gerekmektedir aksi takdirde yetersiz ısıtım veya bekleme süreleri düşük sertlik ve düşük aşınma direnci ile sonuçlanabilmektedir. Bu aşamada, takım çelikleri ötektoid sıcaklığının (A_3) üzerinde belirlenen bir sıcaklığa ısıtılarak homojen östenit fazının eldesi ve yapının karbür-ferrit mikroyapısından ferrit östenit fazına dönüşmesi sağlanır. Şekil 2.6'da östenit faz alanını, ferrit ve karbürün östenitleştirme sırasındaki dönüşüme karşılık gelen ötektoid sıcaklığı ve A_{c1} dahil olmak üzere ilgili kritik dönüşüm sıcaklıkları verilmiştir (Totten, 2006). Östenitik matriks ve yapıda bulunan karbürler arasında son alaşım elementinin ayrışması sağlanarak karbürlerin bileşimi, hacim oranını ve dağılımları belirlenmektedir. Bu aşamada, anormal tane büyümesi ve aşırı karbür hacim fraksiyonlarının oluşumlarının engellenmesi de gerekmektedir. Çünkü karbürler yalnızca aşınma direncine katkıda bulunmaz, tane boyutu ve hacim fraksiyonlarına bağlı olarak östenit tane boyutunu da kontrol etmektedir. Östenitleştirme ısıtım işlemi çok yüksek bir sıcaklıkta gerçekleştirildiği takdirde karbürlerin kabalaşmasına neden olarak, arzu edilmeyen tane büyümesi de meydana getirebilmektedir. Öte yandan artan östenitleştirme sıcaklığı ile daha fazla alaşım elementi çözünerek, martenzit başlangıç sıcaklığı azalmakta ve oda sıcaklığında daha fazla kalıntı östenit bulunabilmektedir. Östenitleştirme sırasında takım çeliklerinin

kimyasal bileşimine bağlı olarak karbürlü veya karbürsüz östenitik dönüşümün elde edilmesi mümkündür. Düşük alaşımlı çeliklerde, östenitleştirme işlemi sırasında karbür içermeyen homojen bir östenitik mikroyapı elde edilirken, yüksek alaşımlı takım çeliklerinde ise çözünmemiş karbürlerinde yer aldığı bir östenit fazına ulaşılabilir. Temperlenmiş mikroyapıda bulunan M_7C_3 , $M_{23}C_6$, M_6C ve MC tipi karbürlerin çözeltiye alınma zorluğundan dolayı östenitleştirme sıcaklıkları düşük alaşımlı çeliklerden çok daha yüksektir. Bu karbürlerin çözünmesi esasen östenitleştirme sıcaklığına ve bu sıcaklıkta tutma süresine bağlıdır (Totten, 2006; Krauss, 2015; ASM Handbook, 1991).



Şekil 2.6. Fe-C alaşımları için ısıtma, soğutma ve denge üzerindeki kritik dönüşüm sıcaklıkları (Totten, 2006).

Ön ısıtma işlemi östenitleştirme öncesinde uygulanan bir ısıtma süreci olup, soğuk olan iş parçasında ısı fark nedeni ile olası çatlamanın ve boyutsal çarpılmanın indirgenmesi için uygulanmaktadır. Yüksek alaşımlı sıcak iş takım çeliklerinin yapısında bulunan alaşım karbürleri ve sahip oldukları karmaşık mikroyapılarından dolayı ısıl dengenin oluşabilmesi oldukça uzun süreler alabilmektedir. Dolayısı ile ön ısıtma yüksek alaşımlı sıcak iş takım çeliklerinde yaygın olarak tercih edilmektedir (Krauss, 2015; ASM Handbook, 1991).

Su verme işlemi daha öncesinde de ifade edildiği üzere östenit fazının martenzit fazına dönüşümünü sağlamak amacıyla çeliğin östenitleştirme sıcaklığından oda sıcaklığına yüksek soğuma hızlarında soğutulmasına olanak verir. Dönüşüm sonrası oluşacak mikroyapı sıcak iş takım çeliğinin ilk sertlik değerlerini kazandıracağından oldukça önem

arz etmektedir. Dönüşüm sırasında soğuma hızına bağlı olarak yapıda bir miktar dönüşmemiş (kalıntı) östenit bulunabilmektedir. Kalıntı östenit çeliğin sertliğini azaltmakta ve uygulamada önemli bir performans azalmasına neden olmaktadır. Öte yandan martenzit bitiş sıcaklığı (M_f) kalıntı östenit miktarına, kimyasal kompozisyona, östenitleştirme sıcaklığına ve soğutma hızına bağlı olarak değişebilmektedir. Esasen östenitleştirme sıcaklığı ile ilişkisi doğru orantılıdır. Çünkü temperlenmiş yapı içerisinde bulunan karbür yapılarının çözünmesi sonucu hem karbon içeriği hem de diğer alaşım elementlerinin içeriği artmaktadır. Kobalt dışında diğer alaşım elementleri martenzit başlangıç sıcaklığını indirgemekte olup, bu sıcaklık üzerine en belirgin etki karbon ile sağlanır. Östenit fazının alaşım içeriği ne kadar yüksek ise martenzit başlangıç sıcaklığı o kadar düşüktür ve kalıntı östenit miktarı da bir o kadar fazladır (Totten, 2006).

Takım çeliklerinin kimyasal kompozisyonuna ve kesit kalınlığına bağlı olarak su verme ortamları değişken olabilmektedir. Bu ortamlar su, tuzlu su, yağ, tuz, inert gaz veya hava içerebilmektedir (ASM Handbook, 1991). Su verme ortamlarına bağlı olarak çatlama veya aşırı çarpılma gibi hasarlanma meydana gelebilmekte ve bu tür oluşumların indirgenmesi için uygun bir su verme ortamının seçimi gerekmektedir. Su verme işlemi ile östenit kristal kafesinde bulunan karbon atomlarının difüzyonu engellenmekte ve östenitin yüzey merkezli kübik (ymk) kristal yapısı deforme olmaktadır. Böylece hacim merkezli tetragonal kristal kafese sahip martenzit yapısı oluşturulur (Totten, 2006; ASM Handbook, 1991).

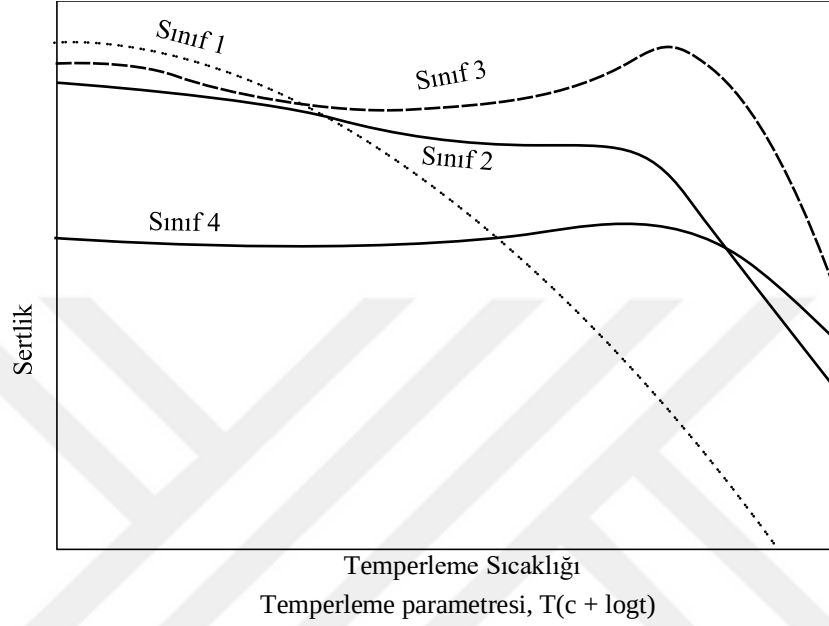
Temperleme işlemi, takım çeliklerinde konvansiyonel ısıtma işlem basamağının son adımıdır. Bu aşamada su verilmiş çeliğin mukavemet, sertlik ve tokluk özelliklerinin optimizasyonu hedeflenir. Esasen bu ısıtma işlem adımı takım çeliklerinin tokluk özelliklerinin iyileştirmesinde önemli bir işleve sahiptir. Su verilmiş durumda takım çeliğinin mikroyapısı kalıntı östenit, martenzit ve karbür barındıran heterojen bir mikroyapıdan oluşmaktadır. Arzu edilen tokluğun kazanılması için tüm kalıntı östenitin dönüştürülmesi gerekmektedir (Krauss, 2015).

Takım çeliklerinde optimum özelliklere sahip bir mikroyapı elde etmek için kompozisyonundaki alaşım elementlerine bağlı olarak birden fazla tavlama adımı uygulanabilmektedir. Örneğin; yüksek alaşımlı bir takım çeliğinde ilk tavlama adımından sonraki soğuma sırasında sadece kalıntı östenitin düşük bir miktarı temperlenmemiş

martenzite dönüştürülebilir. Kalıntı östenitin nerdeyse tamamının dönüşümünü sağlamak ve yeni oluşturulmuş martenziti temperlemek için iki temper basamağına daha ihtiyaç duyulmaktadır (ASM Handbook, 1991). Bu nedenle temperleme işlemi birinci adımda 50-200 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirilmekte ve böylece martenzit kristal kafesinden karbonun difüzyonu gerçekleşerek su verilmiş yapının yumuşamasını geciktiren epsilon (ϵ) karbürlerin çökmesi sağlanmaktadır. Bu durum mikroyapıda hacimsel bir distorsiyon (çarpılma) meydana getirmektedir. İkinci adım 200-350 °C arasındaki sıcaklıklarda uygulanmakta ve bu süreçte epsilon karbürün çözünmesine ve sementitin çökmesine bağlı olarak sertlikte bir azalma gerçekleşir. Temperlemede üçüncü adımın sıcaklık aralığı çeliğin kimyasal kompozisyonuna bağlı olarak belirlenmektedir. Bu adımda kalıntı östenitin kararlılığında bir azalma yaşanmaktadır. Bu kararsızlık, karbon çelikleri ve yüksek alaşımlı takım çelikleri için sırasıyla 150 ve 450 °C sıcaklıklarda başlar. Isıtmayı takiben uygulanan soğutma ile kalıntı östenitin martenzit veya beynite dönüşmesi sağlanır ve yapıda hacimsel bir artış meydana gelir. Bu hacimsel artış, var olan kalıntı östenitin hacimsel fraksiyonu ile doğru orantılıdır. Dördüncü adım ise karbür oluşturu alaşım elementleri içeren yüksek alaşımlı takım çeliklerinde gözlenmektedir. Sementit ve diğer alaşım karbürleri arasında bir karbon değiş tokuşu gerçekleşmekte ve bu durum büyük miktarda hacimsel genişlemeye neden olur. Beşinci ve son adımda yine yüksek alaşımlı takım çeliklerine uygulanmaktadır. Temperleme sıcaklığı 600 °C sıcaklıkta başlar ve A_{c1} sıcaklığına kadar devam eder (Totten, 2006; ASM Handbook, 1991).

Takım çeliklerinin sertliği temperleme sıcaklığına bağlı olarak Şekil 2.7'de gösterildiği üzere değişkenlik gösterebilmektedir (Totten, 2006). Sementit veya diğer düşük alaşımlı karbürlerin çökmesi ve kabalaşmasına bağlı olarak sertlik değişimi “Sınıf 1” değişimine neden olur. Bu tür bir değişim çoğunlukla düşük karbonlu ve düşük alaşımlı takım çeliklerinde gözlenmekte olup, artan sıcaklıkla birlikte sertliğin giderek azalması söz konusudur. Orta ve yüksek alaşımlı soğuk iş takım çeliklerinde çoğu kez alaşım ilavesine de bağlı olarak temperleme boyunca karbür çökmesi ve böylece yumuşamanın geciktirilmesi mümkündür (Sınıf 2). Öte yandan düşük ve orta alaşımlı çeliklerde Sınıf 1 ve Sınıf 2 arasında kalan eğrileri gözlemlemek olasıdır. Yüksek alaşımlı yüksek hız takım çeliklerin için temperlemede sıcaklığa bağlı sertlik değişimi “Sınıf 4” tipi bir eğilim gösterir. Bu takım çeliklerinde özellikle yüksek temperleme sıcaklıklarında ikincil

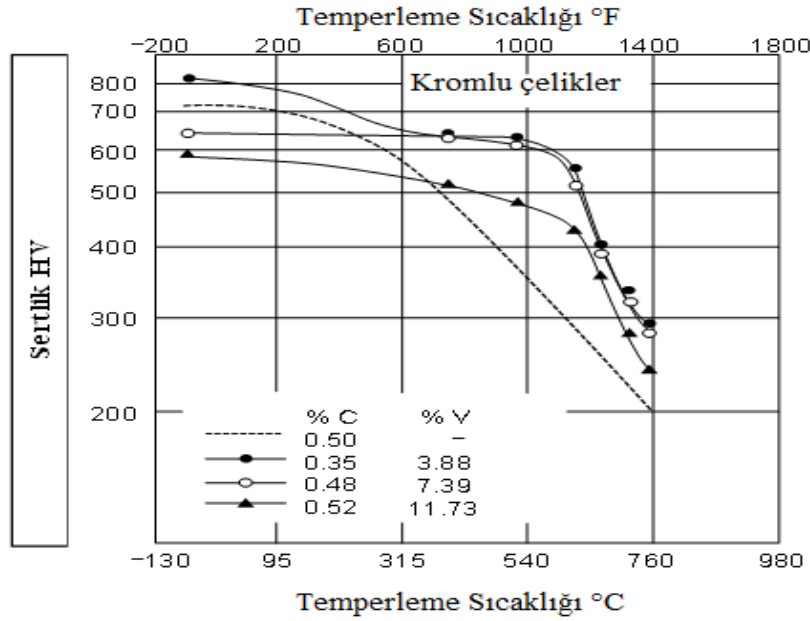
sertleşme gerçekleşmekte olup, çeliğin nihai sertliği temperlenmemiş durumdaki sertliğin üzerinde bir değere ulaşabilmektedir. Nihai olarak orta ve yüksek alaşımlı sıcak iş takım çeliklerinde de Sınıf 3 ve Sınıf 4 benzeri ikincil sertleşme karakteristiğine sahip eğilimlere ulaşmak mümkündür (Totten, 2006).



Şekil 2.7. Takım çeliklerinde temperleme sıcaklığına bağlı sertlik değişimi (Totten, 2006).

Takım çeliklerinde ikincil sertleşme temperleme sıcaklığından soğutma ile birlikte yapıda bulunan kalıntı östenitin martenzite dönüşmesi ile gerçekleşir. Bu durum ile mikroyapı içerisinde çok ince alaşım karbürlerin çökmesi sağlanır (Totten, 2006). Güçlü karbür oluşturu elementlerden olan tungsten, vanadyum, krom ve molibden ikincil sertleşme elde etmek için yaygın olarak kullanılan elementlerdir. Bu elementlerin çökme davranışlarından faydalanabilmek için östenitleştirme sıcaklığına ulaşıldığında tamamen çözünerek aşırı doymuş bir yapı ve su verme ile birlikte oluşan martenzitik mikroyapı başarı ile oluşturulmalıdır (Krauss, 2015).

Şekil 2.8'de güçlü karbür yapıcı elementlerden olan kromun ağırlıkça % 0.5C içeren takım çeliğinde ikincil sertleşme üzerine etkisi verilmiştir (Totten, 2006). İkincil sertleşme sonrası elde edilen mekanik özellikler çeliğin kompozisyonu ve sıcaklık ile yakından ilişkilidir. Çünkü sıcak iş takım çeliklerinde alaşım elementinin miktarına göre oluşan karbür türleri ve karbürlerin oluştuğu sıcaklıklar değişmektedir (Krauss, 2015).



Şekil 2.8. Krom içeren sıcak iş takım çeliklerinde alaşım karbür çökmesinin ikincil sertleşme üzerine etkisi (Totten, 2006).

Temperleme sırasında karbür yapıcı elementlerin difüzyonu ile birlikte alaşım karbürler meydana gelmektedir. Bu süreçte alaşım elementleri temperlenmiş martenzitin yüzey merkezli kübik kristal kafesi boyunca yayılmakta ve düşük difüzyon hızları nedeniyle difüzyon mesafelerinin kısılmasına ve böylece ince alaşım karbürlerin çökmesine yol açmaktadır. Ayrıca bu durum karbür kabalaşmasını gecikmesi ile de sonuçlanmaktadır. Düşük temperleme sıcaklıklarında, demir karbürler ve sementit oluşurken, yüksek temperleme sıcaklıklarında ise alaşım elementlerinin artan difüzyonu nedeniyle alaşım karbürleri çökmesine söz konusudur. Majör alaşım elementine bağlı olarak krom içeren takım çeliklerinde artan temperleme sıcaklığı ile çökelen karbürler sırasıyla M_3C , M_7C_3 ve $M_{23}C_6$ karbürleridir. Molibden içeren takım çeliklerinde ise sırasıyla M_3C , M_2C ve M_6C şeklindedir. Temperleme sırasında oluşan alaşım karbürlerinin kristalografisi ve kompozisyonu yapıdaki alaşım elementlerine karşı oldukça duyarlıdır. Alaşım karbürlerin birçoğunun temperlenmiş martenzit mikroyapısı içinde tercih edilen kristalografik düzlemler üzerinde ince diskler veya iğneler şeklinde oluşmaktadır. (Krauss, 2015).

3. SICAK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN YÜZEY İŞLEMİ VE TRIBOLOJİSİ

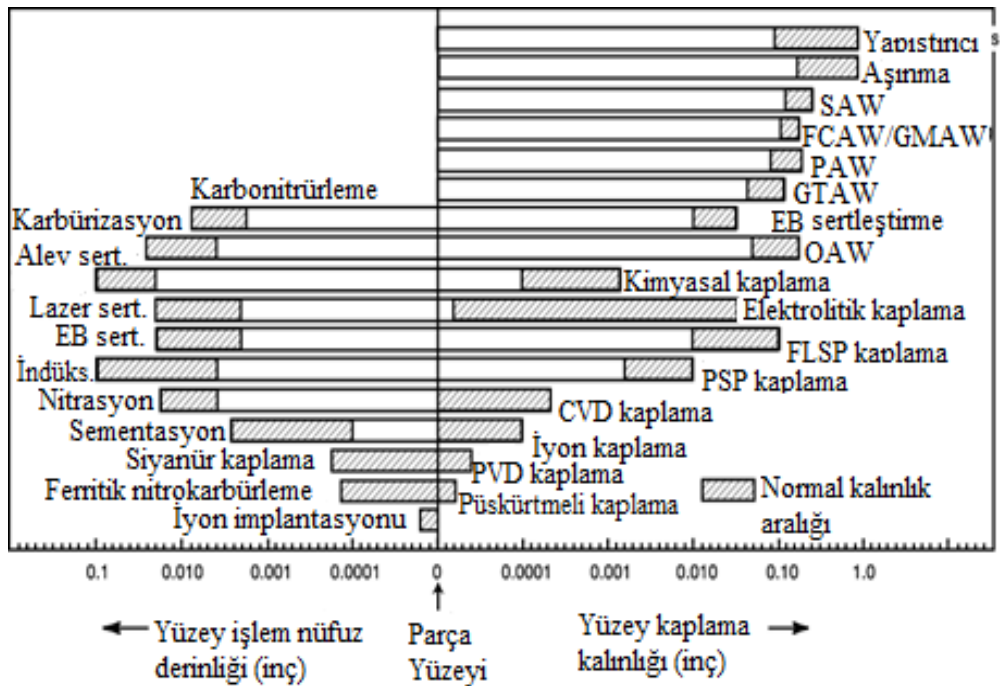
Bilindiği üzere, sıcak iş takım çelikleri yüksek çalışma sıcaklıklarında agresif tribolojik koşullarına, çevrimli yüklenmelere ve termo-mekanik gerilmelere maruz kalmaktadır. Bu durumda malzemenin yüzeyinde ve yüzey altında oluşan iç gerilmelerin etkisiyle yorulma çatlakları oluşabilmekte ve aynı zamanda aşınma nedenli erken ömürde hasarlanma meydana gelmektedir. Sıcak iş takım çeliklerinin kullanım ömürlerini arttırmak için günümüzde yüzey işlem teknikleri sıklıkla kullanılır. Esasen çoğu yüzey işlemi ısı yorulma ve iç gerilmelere maruz kalan yüzeylerin darbe altında kırılmasını ve aşınmasını indirmek amacıyla uygulanır. Yüzey işlemleri ile ana malzemenin mukavemetinde ve tokluğunda önemli bir değişim olmaksızın aşınmaya dirençli sert yüzeylerin eldesi mümkündür (Paschke ve diğ., 2010).

Sıcak iş takım çeliklerinde yüzey aşınmasını en aza indirmek, takım malzemesinin ömrünü arttırmak ve maliyeti azaltmak için alaşımla ve ısı işlem uygulamaları ile kesitte belirli bir sertlikte, toklukta ve mukavemette malzeme eldesi mümkündür. Ancak yüksek sıcaklık tribolojisi söz konusu iken yüzey mekanik özelliklerin daha da artırılması hedeflenir (Widomski ve diğ., 2020). Bu nedenle her ne kadar ısı işlem uygulamaları ile takım çeliğinde yoğun karbür içeren bir temper martenzit matriks yapısı oluşturulsa da çeliğin çalışma koşullarında hasarlanmasını en aza indirmek için yüzey mühendisliğinin katkısı yadsınamaz (Polat ve diğ., 2012).

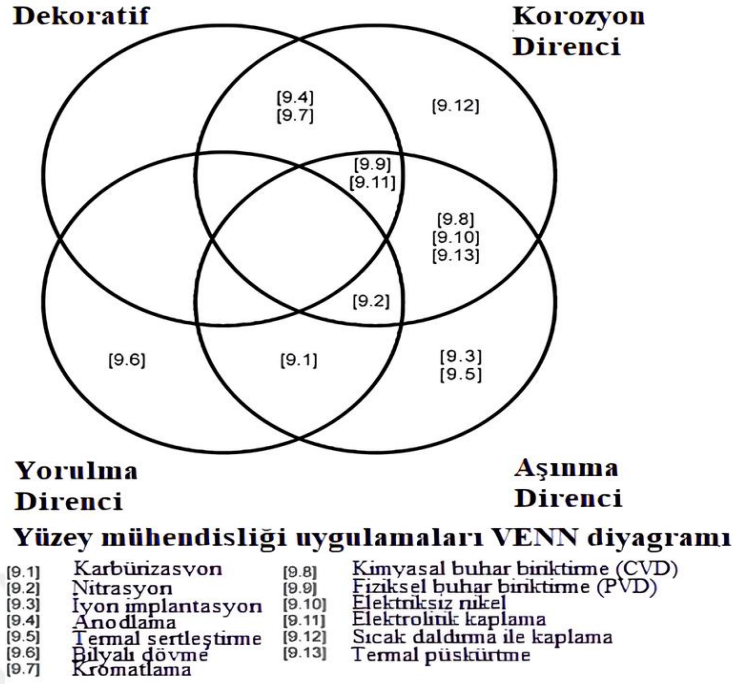
Yüzey işlemleri ile yüzeyi modifiye etmek veya yüzeyde kararlı bir bileşenin sürekliliğini sağlamak mümkündür. Seçilen prosese özgü olarak yüzeyde belirli bir tabaka kalınlığında veya belirli bir nüfuziyet derinliğinde kimyasal modifikasyon/değişim elde edilebilir. Şekil 3.1’de çeşitli yüzey işlem teknikleri için kaplama kalınlığı ve nüfuziyet derinliği karşılaştırılması verilmiştir. Burada yüzey işlem teknolojisinde birçok tekniğin var olduğu da açıktır. Söz konusu tekniklerden sementasyon, nitrasyon, karbürizasyon, karbonitrasyon, nitrokarbürizasyon iyi bilinen termo-kimyasal işlemlerdendir. Öte yandan yüzeye ısı verilmesi halinde istenen modifikasyon çoğu kez ısıtma-soğutma döngüsünde oluşturulmaktadır. Bu durumda yüzeyin kimyasal bileşimini değiştirilmeden enerji/ısı girdisi ile yüzey metalurjisini değiştirmektedir. Alev ile sertleştirme ve indüksiyon ile sertleştirme gibi teknikleri bu tür fayda sağlayan özgü tekniklerdir. Yüzeylerin mekanik dövülmesi ile özellikle yüzey altında belirli bir kalıntı gerilmenin

oluşturulması halinde malzemelerin yorulma direncinde önemli bir gelişimin sağlanması da söz konusudur (Wang ve diğ., 2018; Mitrovic ve diğ., 2014).

Aynı zamanda elektron demet kaynağı (electron beam welding, EBW), tozaltı ark kaynağı (submerged arc welding, SAW), özlü telli gaz altı ark kaynağı (flux core arc welding, FCAW), gaz metal ark kaynağı (gas metal arc welding, GMAW), plazma ark kaynağı (plasma arc welding, PAW), gaz tungsten ark kaynağı (gas tungsten arc welding, GTAW) ve oksiasetilen ark kaynağı (oxiacetylene arc welding, OAW) gibi yöntemler kullanılarak da yüzeyleri kaplamak mümkündür. Yüzeyde belirli bir bileşime sahip tabakanın sürekli, homojen ve istenen kalınlıkta oluşturulması için elektrolitik kaplama, femto saniye lazer prosesi (femtosecond laser surface processing, FLSP), basınca duyarlı boya kaplama (pressure-sensitive paint coating, PSP), kimyasal buhar biriktirme (chemical vapour deposition, CVD), fiziksel buhar biriktirme (physical vapour deposition, PVD), iyon kaplama ve püskürtmeli kaplama gibi yöntemler sıklıkla kullanılır (Davis, 2002). Söz konusu tüm bu teknikler ile birçok malzemenin yüzeyinde birçok özellik eş zamanlı iyileştirilebilmektedir. Şekil 3.2’de bazı yüzey işlem tekniklerinin mekanik özellikler etkisi Venn diyagramı ile gösterilmiştir (Swift ve Booker, 2013).



Şekil 3.1. Çeşitli yüzey işlem ve kaplama teknikleri için tipik kaplama kalınlığı/nüfuziyet derinliği gösterilmektedir (Davis, 2002).



Şekil 3.2. Yüzey işlem tekniklerinin mekanik özelliklere etkisini gösteren bir Venn diyagramı (Swift ve Booker, 2013).

Yüzey işlem teknikleri içerisinde en yaygın kullanılanı termo-kimyasal işlemler olup, karbon, azot ve bor gibi arayer atomlarının yüzeyden içeri doğru difüzyonu ile çelik yüzeyinin kimyasal bileşimini değiştirilmektedir. Yüzeyden merkeze doğru çoğu kez tabakalı bir yapı oluşturularak ana malzemeye göre daha sert yüzeylerin eldesi mümkündür. Ticari pratiklik sunması açısından bu yöntem çoğu takım çeliğine çoğunlukla uygulanabilmektedir. Bu tür bir proseste arayer atomlarının malzemenin yüzeyine/yüzey altına difüzyonunu artırmak için sıcaklığa ihtiyaç duyulmaktadır. Dolayısıyla difüzyon derinliğinin zaman-sıcaklık bağımlılığı vardır. Bu bağımlılık Denklem (3.1)'de gösterildiği gibi formülize edilmektedir (Davis, 2002).

$$\text{Sertleştirme Derinliği} \propto K\sqrt{\text{Zaman}} \quad (3.1)$$

Denklem (3.1)'de bulunan difüzyon sabiti (K) sıcaklığa, çeliğin kimyasal bileşimine ve proseste seçilen arayer atom türünün konsantrasyon gradyanına bağlıdır. Difüzyon sabiti mutlak sıcaklığın bir fonksiyonu olarak üstel olarak artmaktadır. Konsantrasyon gradyanları, seçilen işlemin yüzey kinetiğine ve gerçekleşecek reaksiyonlara bağlıdır. Bu yöntemde sertleştirici olarak kullanılan arayer atomları çeşitli hal varyasyonlarda (gaz,

sıvı veya iyon) olabilmektedir. Bu varyasyonlara bağılı olarak hem yüzey sertliğinde hem de sertleştirme derinliğinde farklılıklar gözlemlenir (Davis, 2002). Bu bölümde tez çalışmasına eşlenik olması açısından termo-kimyasal yüzey işlemlerinden nitrasyon, nitrokarbürleme ve oksidasyon işlemleri üzerinde durulacak olup, uygulanan yüzey işlemleri sonrasında açığa çıkan metalurjik bileşenler ve bu bileşenlerin yüzey özellikleri üzerine etkileri tanıtılacaktır.

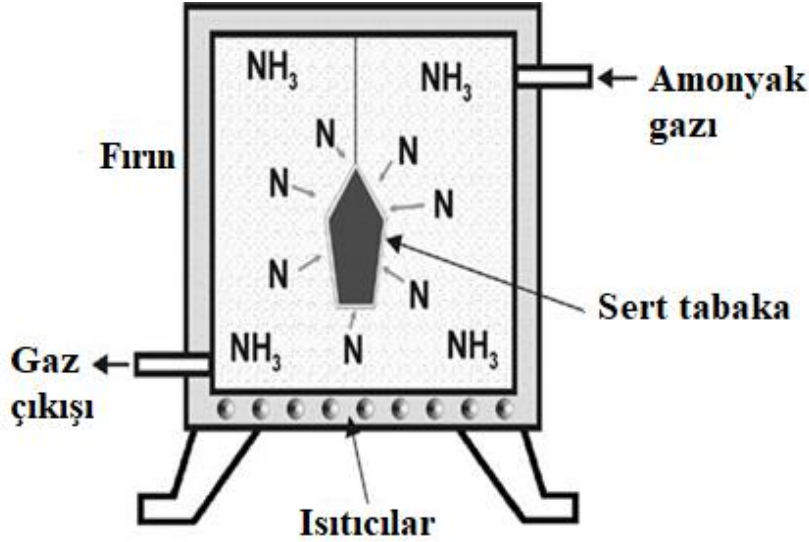
3.1. Termo-Kimyasal Yüzey İşlemleri ve Yüzeylerin Yapısal Karakterizasyonu

Proses olarak nitrasyon işlemi gaz, sıvı (tuz) ve plazma (iyon) ortamında azotun malzeme yüzeyinden içeri doğru difüzyonuna imkan veren bir prosestir. Şekil 3.3'te tipik bir gaz nitrasyon prosesi şematik olarak gösterilmektedir (Swift ve Booker, 2013). Gaz nitrasyonunda malzeme amonyak gazı (NH_3) atmosferinde 480-590 °C sıcaklık aralığında belirli bir sürede azot ile etkileşime girmektedir. Amonyak gazı, genellikle fırın içindeki harici bir kaynaktan gelen ısı ile birlikte ayrılmaya başlar. Nitrürleme sıcaklıklarında eş zamanlı birçok reaksiyon [Denklem (3.2)-(3.4)] gerçekleşerek azotun yüzeyden içeri doğru difüzyonu sağlanmış olur (Czerwinski, 2012; Swift ve Booker, 2013).



Denklem (3.2)'de gösterilen amonyak gazı azot ve hidrojen atomlarına ayrılmaktadır. Ayrışma sonucu elde edilen atomlar kararsızdır. Denklem (3.3) ve (3.4)'te gösterildiği gibi N-N ve H-H birleşimi ile moleküller oluşumlar söz konusudur. Atomik durumdayken difüzyon gerçekleşir ve serbest bırakılan azot nitrürleme sıcaklığına ulaşıldığında yüzeyden içeriye doğru yayılır. Azot, demire karşı hem yüksek afinite göstermekte hem de yüksek sıcaklıklarda kolaylıkla difüze olmaktadır. Sıcaklık artışıyla azot difüzyonu hızı ve sertleştirme derinliği artmaktadır. Birçok uygulamada gaz nitrasyonu esas itibarı

ile zaman alıcı bir proses olup, endüstriyel pratiklikte 80 saat kadar sürebilen gaz nitrasyon süreci de mevcuttur. (Czerwinski, 2012; Swift ve Booker, 2013).



Şekil 3.3. Gaz nitrasyonunu gösteren şematik bir çizim (Swift ve Booker, 2013).

Tuz nitrasyonunda azot kaynağı olarak ergimiş tuz kullanılmakta olup, tuz banyosunda siyanürün siyanata ayrışması ile tuz içerisindeki azotun malzeme ile etkileşimi sağlanmaktadır. Prosesten hemen önce ısıtılmış iş parçası 510-565 °C sıcaklıkta ergimiş sodyum siyanür tuzlarından oluşan tuz banyosuna daldırılır ve azotun yüzeyden merkeze doğru difüzyonu gerçekleştirilir. Bu yöntem gaz nitrasyonuna kıyasla nispeten daha düşük proses maliyetleri içermektedir. Ancak hedeflenen yüzey özelliklerine ulaşmak için gaz nitrasyonuna kıyasla daha yüksek proses sıcaklıklarına ihtiyaç duyulur (Czerwinski, 2012; Swift ve Booker, 2013).

Plazma (iyon) nitrasyonda ise çoğunlukla takım çeliklerinin yüzey modifikasyonunda kullanılır. Bu yöntem aynı zamanda bir vakumlama işlemi de içermekte olup, Şekil 3.4'te endüstriyel bir plazma nitrasyon ünitesi gösterilmektedir. Plazmadan gelen pozitif yüklü azot iyonları malzeme yüzeyine doğru bombardıman edilir ve böylece azot atomlarının yüzeye difüzyonu sağlanır. Gaz ve tuz nitrasyonuna kıyasla bu tür bir yöntemde nispeten düşük sıcaklıklarda (~ 340 °C) proses gerçekleştirilir. Gazların ayrıştırılmasında, yüzeyin aktive edilmesinde ve reaksiyonların gerçekleştirilmesinde önemli bir elektrik sarfiyatına ihtiyaç duyulur. Bu tür bir prosesleme ile karmaşık parçaların yüzey mühendisliği kısa bir süre içerisinde tamamlanabilmektedir. Bu yöntemin sağladığı diğer avantaj ise

yüzeyde kontrollü bir beyaz tabakanın oluşumunun sağlanabilmesidir. Bu yöntem ile beyaz tabaka içermeyen altlık malzemede belirli bir difüzyon tabakası oluşturulabilir ve özellikle takım çeliklerinde yüzey sertliği, tabaka kalınlığı ve sertleştirme derinliği gibi unsurlar kontrollü olarak optimize edilebilir (Czerwinski, 2012; Swift ve Booker, 2013).

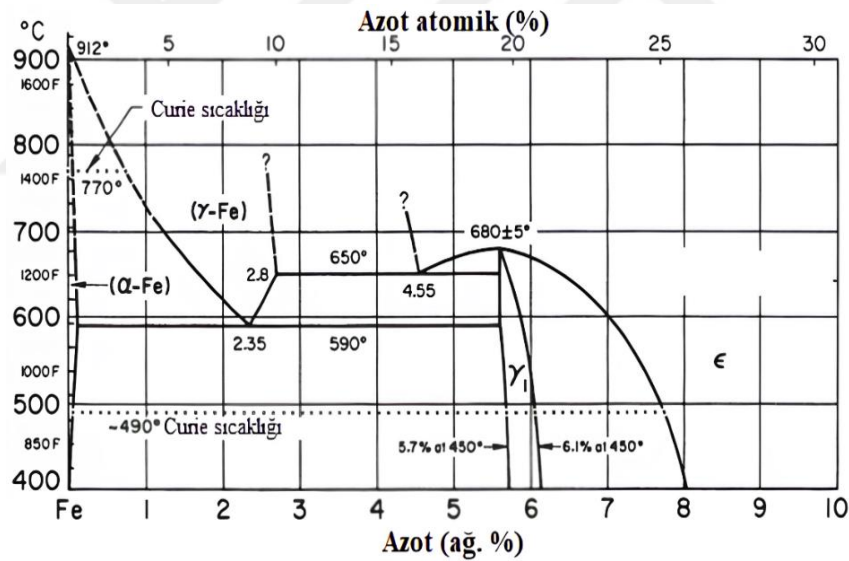


Şekil 3.4. Endüstriyel bir plazma nitrasyon ünitesi (Czerwinski, 2012).

Nitrasyon işlemi diğer yüzey işlem teknikleri ile kıyaslandığında birçok avantaja sahiptir. Nitrasyon proses parametrelerinin kolay kontrol edilebilir olması, bu süreçte çekirdek sertliğinin belirlenebilmesi, ön sertleştirme ve temperleme işlemlerinin nispeten düşük sıcaklıklarda yapılması avantajlar arasında sayılabilir. Genellikle ısıl işlem görmüş (su verilmiş ve temperlenmiş) alaşımlı çelikler nitrasyon uygulanabilen malzemelerdir. Sıcaklık seçimi çeliğin temperleme sıcaklığına bağlıdır. Nitrasyon sıcaklığının temperleme sıcaklığında veya üzerinde olması durumunda sertleştirilip temperlenmiş çeliğin çekirdek sertliği seçilen proses parametrelerine (zamana ve sıcaklığa) bağlı olarak azalabilir. Öte yandan temperleme sıcaklığının nitrasyon sıcaklığının üzerinde yapılması nitrülleme sırasında kararlı olan bir çekirdek yapısı da sağlayacaktır (Davis, 2002; Pye, 2003).

Nitrasyon demir ve demir dışı malzemelere uygulanabilen bir yüzey işlemi olsa da endüstriyel uygulamalar göz önüne alındığında çoğunlukla demir esaslı malzemelere uygulanır. Ferritik faza sahip çeliklerin 500-550 °C sıcaklık aralığında yüzeylerine azotun difüze edilmesi ile nitrasyon gerçekleştirilmektedir. Yapılan bu tür bir işlem ile düşük ve

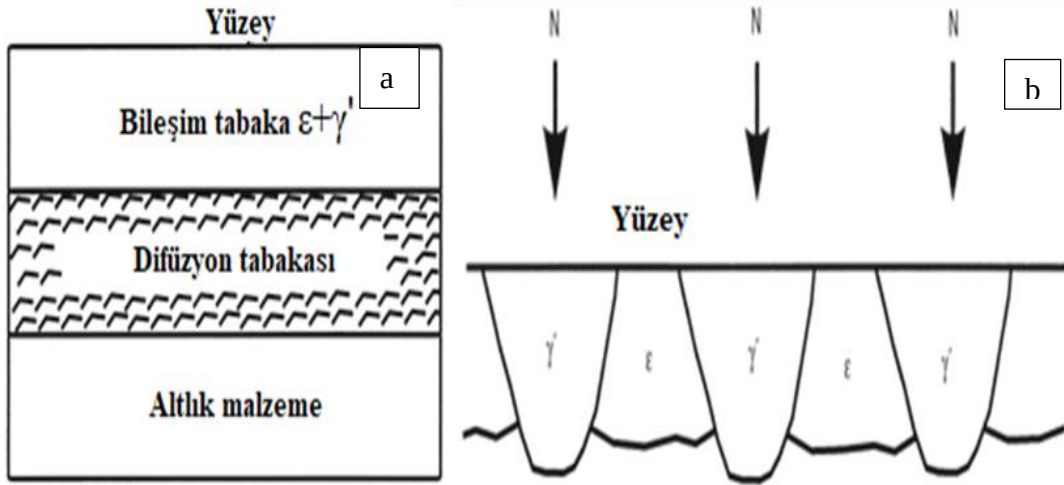
orta karbonlu çeliklere aşınma ve korozyon direnci sağlanmaktadır. Nitrasyon sırasında ferritten östenite faz dönüşümü gerçekleşmediği gibi östenitten martenzite de faz dönüşümü söz konusu değildir. Çelik nitrasyon işlemi boyunca ferrit fazında kalır. Bu durumda mevcut fazın kristal kafes yapısı değişmemektedir. Yalnızca azot difüzyonunun neden olduğu çelik yüzeyindeki hacimsel değişiklikten dolayı bir tabaka büyümesi gerçekleşir (Pye, 2003). Proses minimum distorsiyon ve mükemmel boyut kontrolü ile gerçekleştirilebilmektedir. Difüzyon prosesi, azotun demir içerisindeki çözünürlüğüne dayanır. Şekil 3.5'te Fe-N denge diyagramı gösterilmektedir. Çözünürlük sınırı sıcaklığa bağlı olduğundan 450 °C sıcaklıkta yaklaşık ağırlıkça % 5.7-6.1 azot içeriğine sahip gama prime (Fe_4N , γ') fazı oluşurken ağırlıkça % 8'den fazla azot içeriğinde ise denge reaksiyon ürünü olan epsilon fazı (Fe_{2-3}N , ϵ) oluşmaktadır. Epsilon fazı çeliğin karbon içeriğinden büyük ölçüde etkilenmektedir. Karbon içeriği ne kadar yüksek olursa epsilon fazının oluşma potansiyeli o kadar yüksektir (Pye, 2003).



Şekil 3.5. Fe-N denge diyagramı (Pye, 2003).

Nitrasyon tabakası esasen katmanlı bir yapıya sahiptir. En dış tabaka “beyaz tabaka” veya “bileşim tabakası” olarak adlandırılır ve bu tabaka Fe_4N ve Fe_{2-3}N olmak üzere çift fazlı bir yapı içerir. Bu tabaka mekanik özellikler açısından çok sert ve kırılgan olduğundan genellikle istenmemektedir. Beyaz tabaka çeliğin içine difüze olmadan yüzeyde kalarak zaman, sıcaklık ve gaz bileşiminin fonksiyonu ile ilişkili olarak kalınlaşmaktadır. İşlem sırasında böyle bir tabakanın oluşumunu azaltmak veya kırılganlık özelliklerini

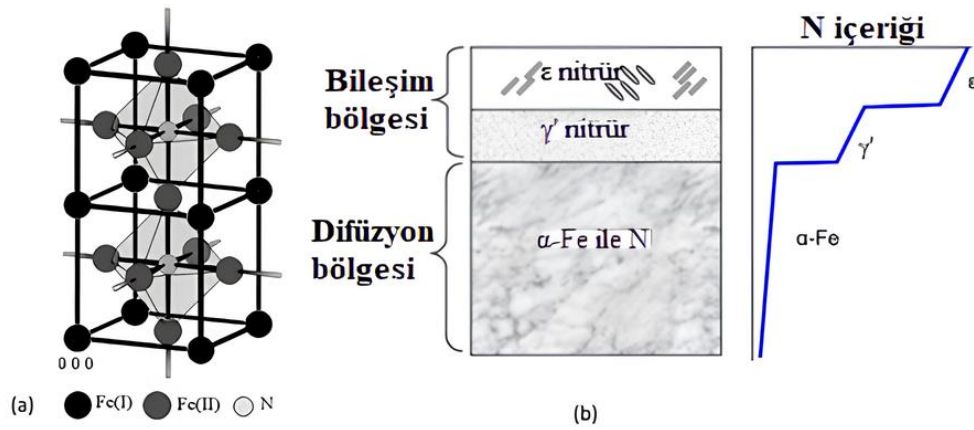
iyileştirmek için özel nitrasyon parametreleri de uygulanabilmektedir. Çeliğin kimyasal kompozisyonundaki karbon atomları çekirdeklenme sürecinin morfolojisini doğrudan değiştirebilmektedir. Karbon içeriğinin artışı bileşim tabakasındaki ε -fazını artırırken, azalışı γ' fazını arttıracaktır. Öte yandan çelikteki karbon miktarının bileşim tabaka kalınlığı üzerine oldukça düşük bir etkisi vardır. Beyaz tabakanın hemen altındaki bölge “difüzyon tabakası” olarak adlandırılır. Bu bölge azot ile nitrür oluşturu elementlerin reaksiyonu sonucu ortaya çıkan kararlı nitrürlerden oluşmaktadır. Bu tabakanın sertliği ana metalin sertliğinden daha yüksektir. Nitrürler, azot atmosferi ile çelik arayüzünde γ' fazının çekirdeklenmesiyle oluşmaya başlar ve çelik arayüzünde ε fazının çekirdeklenmesine kadar devam eder. En alt tabaka ise çelik matriksten oluşmaktadır. Bu üç bölgenin sertlik değerleri yüzeyden içeriye doğru bir azalma trendi gösterir. Böylece yüzeyde yüksek sertliğin iç kısımda ise tokluğun baskın olduğu bir mikroyapı oluşturulur. Şekil 3.6a’da bahsi geçen üç bölgenin şematik görüntüsü ve Şekil 3.6b’de bileşim katmanının oluşumuna ait şematik bir görüntü verilmiştir (Pye, 2003).



Şekil 3.6. (a) Nitrasyon işlemi uygulanmış malzeme yüzeyinde çoklu katma yapıları ve (b) bileşim tabakasının oluşumu (Pye, 2003).

Nitrasyon sonucu elde edilen sertleştirme derinliği ve kalitesi çeliğin kimyasal kompozisyonuna, nitasyon süresine, proses sıcaklığına ve bileşim tabakası ile difüzyon tabakasının azot konsantrasyonuna bağlıdır. Aynı zamanda seçilen nitasyon yöntemi de bu süreçte belirleyici olabilmektedir. Bileşim tabaka sertliği alaşım içeriğinden etkilenmezken, difüzyon tabakasının sertliği kimyasal kompozisyonda bulunan krom, molibden, tungsten ve vanadyum gibi güçlü nitrür oluşturu elementlerin varlığından

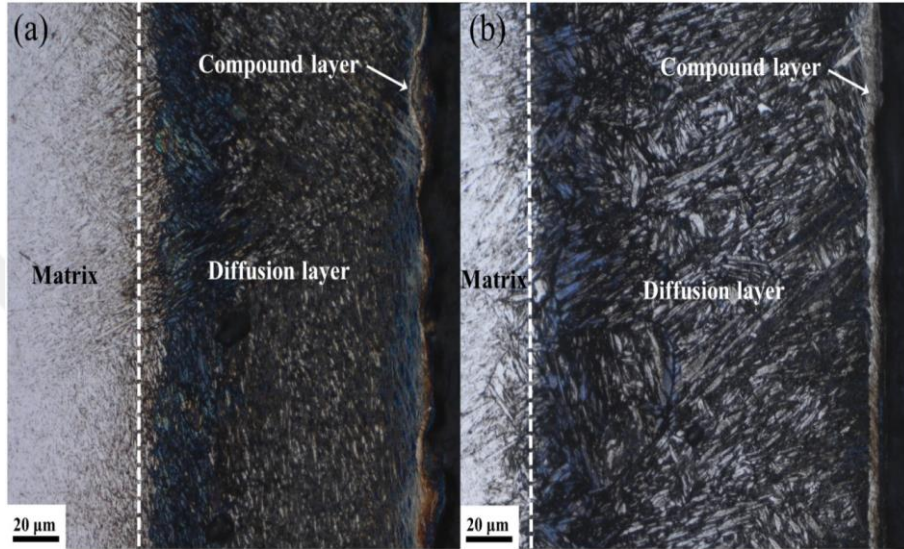
etkilenir. Bu elementlerin varlığı nitrasyon kabiliyetini de arttırmaktadır (Davis, 2002; Pye, 2003). Şekil 3.7’de nitrasyon işlemi uygulanmış bir çeliğin ait kristal yapısını, sertleştirme derinliği içerisindeki faz dağılımını ve derinlik boyunca azot konsantrasyonu örneklenmiştir (Czerwinski, 2012). Nitrasyon sonucu oluşan sertleştirme derinliği sıcaklık ile artmakta ve alaşım konsantrasyonunun artışı ile azaltılmaktadır. Çok sert olmasının yanı sıra kırılgan olabilmektedir. Kırılganlık, sertleştirme derinliği ile artar bu nedenle genellikle sıg (0.08-0.2 mm) sertleştirme derinlikleri arzu edilmektedir (Czerwinski, 2012).



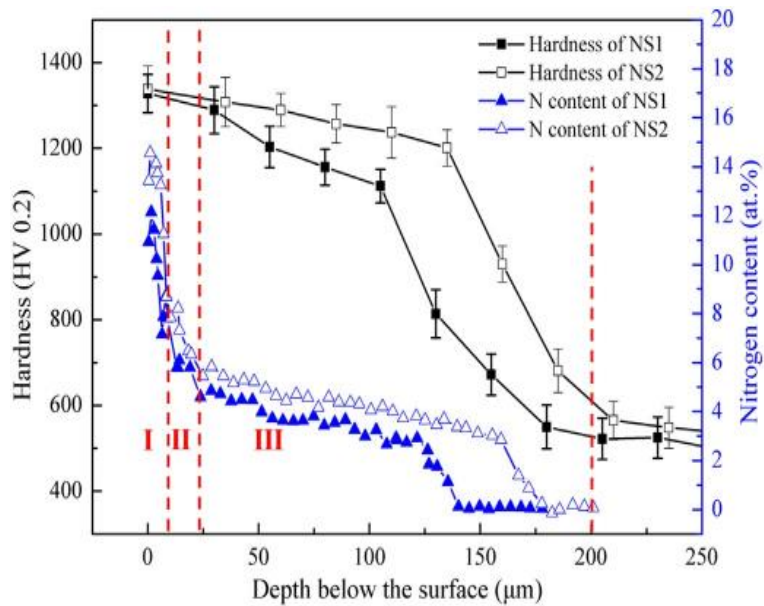
Şekil 3.7. (a) γ' -Fe₄N için kristal yapı ve (b) nitrürlenmiş çelikte sertleştirme derinliğinde var olan faz dağılımı ve derinlik boyunca azot konsantrasyonu (Czerwinski, 2012).

Şekil 3.8’de H13 sıcak iş takım çeliğinin değişken konvansiyonel ısıtma işlemleri takiben 550 °C sıcaklıkta 10 saat nitrasyon prosesi sonrası kesit mikroyapısı örneklenmiştir (Zhao ve diğ., 2019). NS1 ve NS2 olarak kodlandırılan çeliklerde martenzitik bir matris üzerine belirli bir derinlikte difüzyon tabakası ve en dış yüzeyde bir bileşim tabakası başarılı bir şekilde oluşturulmuştur. Mikroyapılardan da görüleceği üzere, her ne kadar farklı ısıtma işlemi uygulansa da nitrasyon sonrası yüzeyde 2-6 μ m kalınlıkta bir beyaz tabaka ve 150-200 μ m derinlikte bir difüzyon tabakası elde edilmiştir. Şekil 3.9’da bu çelikler için sertleştirme derinliği boyunca hem azot konsantrasyonundaki değişim hem de sertlik profili eğrileri verilmiştir (Zhao ve diğ., 2019). Profillerde üç bölge oldukça önem arz etmektedir: Yüzeyden 8 μ m derinliğe kadar olan kısım I. bölge olarak nitelendirilmiştir. Derinlikte 8-24 μ m ve 24-200 μ m arası mesafeyi ise sırası ile II. ve III. bölge olarak değerlendirilmelidir. I. bölge esasen ağırlıkça %7’nin üzerinde yüksek azot konsantrasyonuna sahip olup, beyaz tabakanın varlığına işaret etmektedir. Bu bölgenin

sertliği her iki malzeme için yaklaşık 1300 HV seviyesindedir. Genel olarak çift faz içeren beyaz tabakanın sertliğini γ -Fe₄N ve ϵ -Fe₂₋₃N oranı belirlemektedir. II. bölgede her ne kadar malzemelerin sahip olduğu sertlik değerinde belirgin bir değişim olmasa da sertlik ile azot konsantrasyonu arasındaki doğrusal korelasyon dikkat çekicidir. III. bölgede bahsi geçen ilişki daha da belirgin bir şekilde izlenebilmektedir (Zhao ve diğ., 2019).



Şekil 3.8. Farklı ısı işlemler (NS1 ve NS2) sonrası nitrasyon uygulanmış H13 sıcak iş takım çeliğinde yüzeyden merkeze doğru mikroyapısal bileşenler; (a) NS1 ve (b) NS2 (Zhao ve diğ., 2019).



Şekil 3.9. Farklı ısı işlemler sonrası nitrasyon uygulanmış H13 sıcak iş takım çeliğinde yüzeyden merkeze doğru azot konsantrasyon ve sertlik değişim profilleri (Zhao ve diğ., 2019).

Termo-kimyasal yüzey işlemlerinden biri de nitrokarbürizasyon işlemi olup, bu proses esasen nitrasyona benzerdir. Ancak daha karmaşık bir proses sürecinden oluşmaktadır. Nitrasyon işleminde olduğu gibi nitrokarbürleme prosesinde de azotun ve karbonun malzeme yüzeyi ile olan etkileşimi sağlayan farklı ortamlar olabilir ve bu durumda gaz, sıvı (tuz) ve plazma (iyon) nitrokarbürizasyon gibi farklı yöntemler kullanılabilir. Bu yöntemler kullanım özelliklerine bağlı olarak farklı avantajlar sağlasa da en yaygın kullanılan teknik gaz atmosferinde gerçekleştirilen nitrokarbürleme işlemidir (Davis, 2002). Gaz nitrokarbürizasyon prosesi genellikle 450-590 °C sıcaklık aralığında 1-4 saat arasında değişen sürelerde gerçekleştirilir (Pye, 2003). Süreç iki aşamadan oluşmaktadır. İlk aşamada hızlı bir şekilde bileşim tabaka oluşumunu teşvik etmek için yüksek karbondioksit (CO₂) oranına sahip bir atmosfer kullanılır. Bu aşamada bileşim katmanındaki epsilon fazının miktarı artan karbondioksit içeriğiyle artmaktadır. Epsilon fazı alaşımlı çeliklerde, saf demir veya yalın karbon çeliklere kıyasla daha kolay oluşmaktadır. İkinci aşamada ise aşınma direncini arttırmak amacıyla bileşim tabakasının karbon konsantrasyonunu arttırmak için yüksek oranda karbonmonoksit (CO) içeren bir atmosfer kullanılır (Davis, 2002; Prabhudev, 1992). Gaz nitrokarbürleme prosesine detaylı bir şekilde değinmek gerekirse işlemde esasen amonyak gibi azot taşıyan bir gaz, karbon taşıyan bir gaz ve inert bir taşıyıcı gazın mutlaka ortama sağlanması gerekmektedir. Karbon taşıyan gazın bileşimi değişiklik göstermekle birlikte propan, endotermik gaz ve karbondioksit proste kullanılan tipik gazlardır. Amonyak, proses için en kolay ve aktif olarak temin edilebilen azot kaynağıdır. Seçilen çoğu proses sıcaklıklarında eş zamanlı gerçekleşen çoklu reaksiyonlar vardır. Denklem (3.5)'te gösterildiği gibi amonyağın NH₃ kısmi çözünürlüğüne bağlı olarak azot atomunun gaz fazından ayrışması meydana gelmekte ve elde edilen atomik gaz kararsız durumdadır. Karbon taşıyıcı gaz olarak karbondioksit kullanıldığında amonyağın ayrışması sonucu oluşan hidrojen gazı ile reaksiyona girerek homojen su-gaz reaksiyonuna göre karbonmonoksit oluşmaktadır (Denklem 3.6). Daha sonra Denklem (3.7)'den de görüldüğü üzere daha öncesinde elde edilen karbon monoksit ile heterojen su-gaz reaksiyonu sonucunda oluşan atomik karbonun iş parçası yüzeyine difüzyonu gerçekleşir (King ve diğ., 2005a; Prabhudev, 1992).



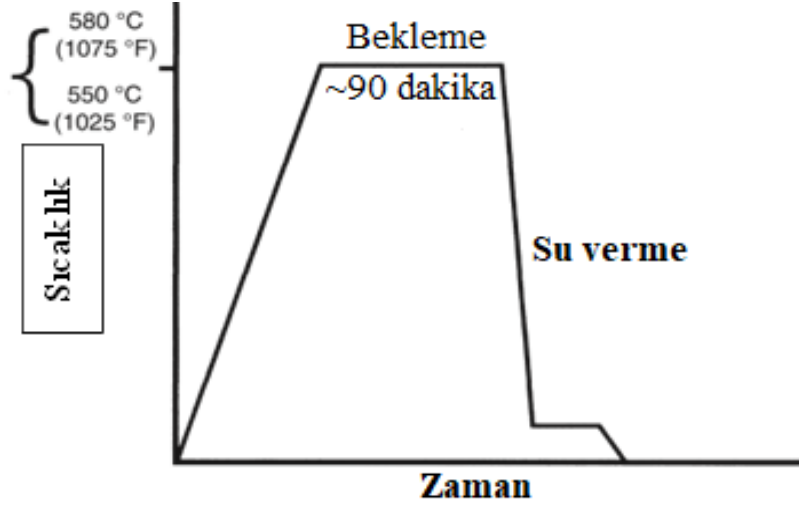


Daha önceden de belirtildiği üzere karbon taşıyıcı gazın bileşimi değişiklik gösterebilmekte ve karbondioksit yerine metan gazı (CH₄) kullanılmış olsaydı, Denklem (3.8)'de gösterildiği gibi bu gazın doğrudan ayrışması ile atomik karbon eldesi mümkün olabilmektedir (King ve diğ., 2005a).



Proses metalurjik açıdan değerlendirildiğinde süreç artık katmanda karbon bulunması dışında klasik gaz nitrüleme işlemine benzer şekilde gerçekleşmektedir. Bileşim tabaka kalınlığı daha öncede ifade edildiği gibi proses süresi ve sıcaklığı, kullanılan gazlar ve altlık malzemeye uygulanan ön işlemlere bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. Bileşim tabakasının büyüme hızı ise seçilen işlem sıcaklığında işlem süresinin kareköküne eşittir. (Davis, 2002).

Sıvı (tuz) nitrokarbürizasyon sürecinde ferritik çelik malzeme yüzeyine azot ve karbonun eşzamanlı difüzyonu ile sağlanır. İşlem sonrası elde edilen yüzeyin metalurjisi diğer yöntemlere kıyasla küçük farklılıklar içerir. İşlem, gaz nitrokarbürizasyon prosesinden daha yüksek sıcaklıkta tuzlu su banyolarında gerçekleşmektedir. Diğer yöntemlerden farklı olarak bu proses düşük sıcaklık ve yüksek sıcaklık olmak üzere farklı sıcaklık aralığında gerçekleştirmektedir (Pye, 2003). Şekil 3.10'da sıvı (tuz) nitrokarbürleme için tipik zaman-sıcaklık döngüsü verilmiştir (Pye, 2003). Genel olarak proses öncelikle (i) iş parçasının 350 °C sıcaklığına ön ısıtma, (ii) sonrasında 570-580 °C sıcaklıkta 1-2 saat tuz banyosunda nitrokarbürleme ve (iii) bu işlemi takiben 400 °C sıcaklığa kadar ara soğutma ve nihai olarak oda sıcaklığına soğutma gibi adımları içerir. (Davis, 2002). Tuz banyosunda nitrokarbürizasyon sürecinde çelik yüzeyinde azotca ve karbonca zengin bir bileşim katmanının oluşturulması ve malzemedeki yorulma ve burulma mukavemetlerinin iyileştirilmesi kaçınılmazdır. Ayrıca bu işlem ile yüzeylerin aşınma direnci, sürtünme direnci ve korozyon direncinde de önemli bir artış sağlanır.

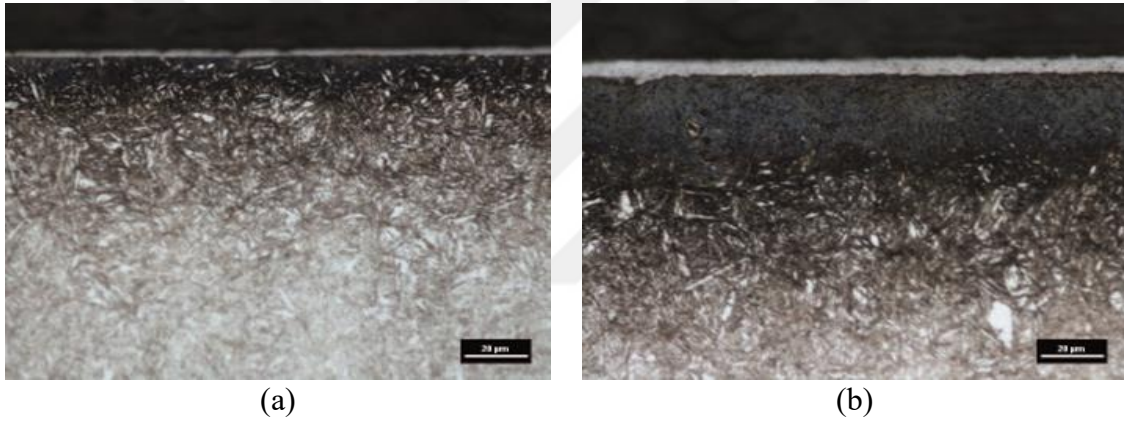


Şekil 3.10. Sıvı (tuz) nitrokarbürleme prosesi için tipik zaman-sıcaklık döngüsü (Pye, 2003).

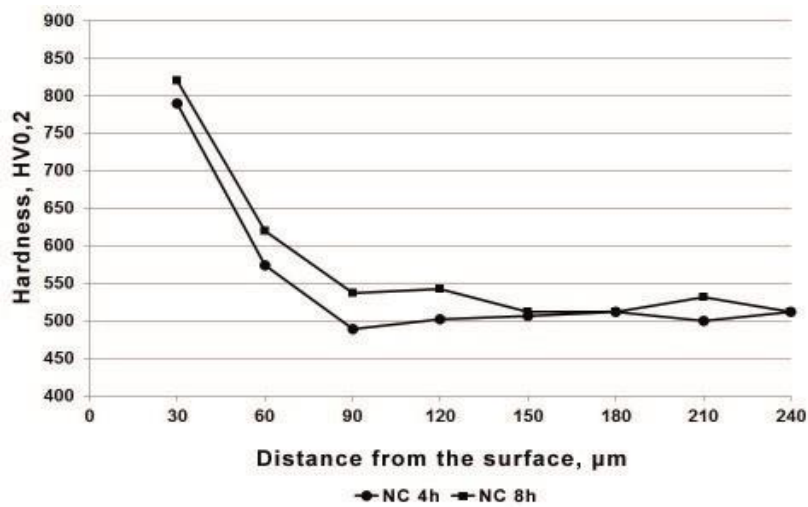
Plazma (iyon) nitrokarbürizasyon prosesinde var olan plazma atmosferi hidrojen, azot ile metan veya karbondioksit gibi karbon taşıyıcı bir gaz karışımı içermektedir. Bu tür bir yöntem ile nitrokarbürizasyon çoğunlukla 570 °C sıcaklıkta gerçekleştirilir. Altlık malzemenin tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi söz konusu iken gaz ve tuz banyosunda nitrokarbürizasyon işlemleri epsilon fazının oluşumunu mümkün kılabilir. Ancak plazma nitrokarbürizasyon işlemi ile epsilon fazının kontrolü oldukça zordur. Bu nedenle plazma nitrokarbürizasyon prosesinde düşük karbon içeren atmosferler ile ϵ ve γ' fazlarını içeren bir bileşim tabakası oluşumu sağlanır. Termodinamik denge açısından atmosferdeki karbon seviyesinin artırılması halinde tek fazlı epsilon yapısını yüzeyde oluşturmak mümkündür (Davis, 2002).

Nitrokarbürizasyon işlemi çeliğin servis ömrünü, aşınma direncini ve tribolojik performansını arttırmak amacıyla takım çeliklerine yaygın olarak kullanılan termo-kimyasal bir yüzey işlemidir. Yüzeyde demirce zengin karbonitrürleri içeren bir beyaz tabaka (~10-15 μm) ve bu tabakanın hemen altında bulunan karbür ve nitrür içeren difüzyon tabakası ile hedeflenen mekanik performans arttırılmaktadır (Wang ve diğ., 2018). Şekil 3.11'de X37CrMoV5-1 çeliğinin iki farklı süredeki nitrokarbürleme işleminden sonraki mikroyapıları verilmiştir (Ciski ve diğ., 2014). Nitrokarbürleme süresine bağlı olarak 4 ve 8 saatlik prosesleme sonrasında sırasıyla ~2.5 μm ve ~5 μm bileşim tabaka kalınlıklarına ulaşılmıştır. Elde edilen beyaz tabakalar [ϵ -fazı, $\text{Fe}_{2-3}(\text{C},\text{N})$] homojen kalınlıkta ve altlık malzeme yüzeyine yüksek seviyede tutunmuş bir yapıda olup,

düşük gözenekliliğe sahiptir. Beyaz tabakanın hemen altında nispeten daha koyu kontrastlı bir görünüme sahip ve çoğunlukla tane sınırı boyunca nitrürleri/karbonitrürleri içeren bir difüzyon tabakasının varlığı da izlenmektedir. Bu tabaka bünyesinde ve hemen altında küçük küresel karbürlerin bir dağılımı içeren temperlenmiş martenzitik bir matriks bulunmaktadır. Bu karbürler altlık malzemenin kimyasal kompozisyonuna bağlı olmak üzere Mo/V-ca zengin karbürler olabilmektedir. Nitrokarbürleme işlemi sonrası bahsi geçen metalurjik yapıya özgü bir sertlik dağılımına ulaşmak mümkündür. Şekil 3.12’de nitrokarbürize edilen sıcak iş takım çeliği için yüzeyden merkeze bir sertlik profili verilmiştir. Termo-kimyasal işlemin süresine bağlı olarak yüzey ve hemen altında ölçülen maksimum sertlik değerleri 790-820 HV değerindedir. Bu değerler altlık malzemenin sahip olduğu sertlik değerinin (510 HV) oldukça üzerindedir (Ciski ve diğ., 2014).



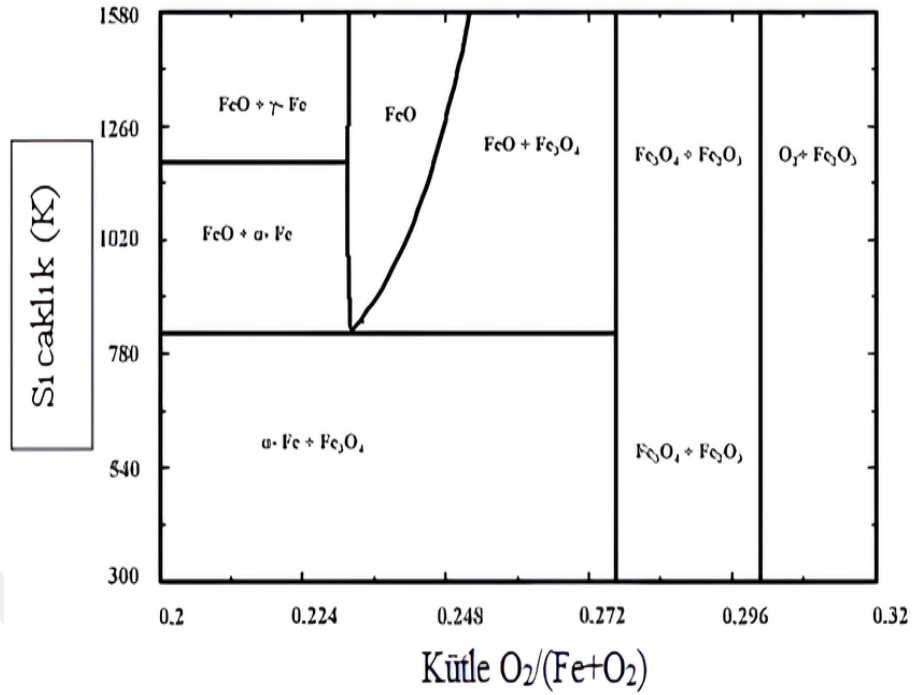
Şekil 3.11. Farklı sürelerde nitrokarbürlenmiş X37CrMoV5-1 çeliğinin kesitlerine ait mikroyapılar; (a) 4 ve (b) 8 saat prosesleme (Ciski ve diğ., 2014).



Şekil 3.12. Farklı sürelerde (4 ve 8 saat) nitrokarbürlenmiş X37CrMoV5-1 çeliğine ait sertlik profilleri (Ciski ve diğ., 2014).

Bilindiği üzere, sürtünme direnci malzeme yüzeyinin aşınmaya karşı gösterdiği bir dirençtir. Nitrokarbürizasyon sonrası ϵ -Fe₂₋₃(N,C) ve γ' -Fe₄(N,C) fazlarından oluşan bir bileşim tabakası yüzeye yüksek sertlik kazandıracağından dolayı malzemenin aşınmaya karşı direncinin arttırılmasında belirleyici olmaktadır. Prosesleme ile oluşturulan difüzyon tabakası yüksek yük taşıma kapasitesine sahip olup, malzemenin yorulma direncini önemli ölçüde arttırmaktadır. Bu nedenle nitrokarbürizasyon prosesine özgü parametreler eşliğinde bileşim tabakanın kompozisyonunu değiştirilebilmekte ve böylece iş parçasının hem aşınma direnci hem de yorulma direnci optimize edilebilmektedir (Pye, 2003). Nitrokarbürize edilmiş iş parçalarında düşük miktarda distorsiyon gerçekleşir. Proses düşük sıcaklıklarda gerçekleştiğinden dolayı çelik malzemede ferrit-östenite faz dönüşümü önlenmekte ve böylece yapısal distorsiyon minimum seviyededir. Nitrokarbürleme işlemi sırasında herhangi bir faz değişikliği meydana gelmemektedir (Pye, 2003).

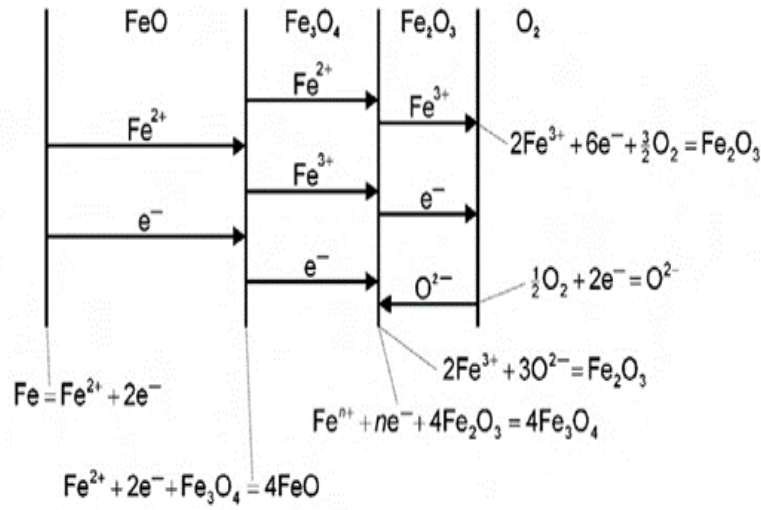
Oksidasyon işlemi, sıcak iş takım çeliklerinin yüzeylerindeki oksitlenmeyi arttırmak için kullanılan bir yüzey işlemidir. Bu işlem ile malzeme yüzeyinde ince bir oksit tabakası oluşturulur. Oksit tabakası, çelik yüzeyini korozyona karşı korumakla birlikte aşınmaya karşı dayanıklılığı artırır. Oluşan oksit tabakası ile sıcak iş takım çeliklerinin yüzeylerindeki pürüzlülüğü azaltılmakta ve böylece sürtünme nispeten indirgenmektedir. Aynı zamanda metal-metal teması önlenmekte ve bu sayede malzeme yüzeyi daha sert ve daha dayanıklı olarak korunabilmektedir. Bu nedenle, sıcak iş takım çelikleri oksidasyon işlemi uygulandığında daha yüksek aşınma direnci ve uzun takım ömrü sergiler. Oksidasyon işlemi sıcak iş takım çelikleri için farklı özellikleri elde etmek için modifiye edilebilir. Çünkü çelik yüzeyindeki oksit tabaka kalınlığı, oksidasyon işleminin sıcaklık ve süresine bağlı olarak değiştirilebilir. Bu şekilde, farklı aşınma direnci, yüzey pürüzlülüğü ve yüzey sertliği sağlanabildiği gibi yüksek sıcaklıkta çalışan malzemelerin yüzeyinde meydana gelebilecek termal çatlamlar ve yüzeydeki metalik kirlilikler azaltılabilmektedir (Delaunois ve diğ., 2022). Şekil 3.13'te sıcaklık ve oksijen miktarının değişimine bağlı olarak Fe-O faz diyagramı verilmiştir (Naraparaju, 2013). Demir esaslı malzemelerin yüksek sıcaklıktaki oksidasyonu sürecinde wustit (FeO), manyetit (Fe₃O₄) ve hematit (Fe₂O₃) gibi çeşitli demir oksitler oluşabilmektedir. Bu süreç temel olarak kation difüzyonu ile wustit/manyetit oluşumu ve anyon difüzyonu ile hematitin parabolik bir hızla kontrol edilir (Hauffe, 1953).



Şekil 3.13. FactSage kullanılarak hesaplanan Fe-O faz diyagramı (Naraparaju, 2013).

Demir oksitlerin yapı ve difüzyon özelliklerine bağlı olarak 570 °C sıcaklığın üzerindeki saf demir üzerindeki üç tabakalı oksitlenme mekanizması Şekil 3.14'te gösterilmektedir (Naraparaju, 2013). Oksidasyon sürecinde oluşabilen tabakalardan biri olan wüstit geniş bir stokiometri aralığına sahip p-tipi bir yarı iletkenidir. Katyonların ve elektronların sahip olduğu boşluklar ve elektron hareketliliği sayesinde çok kalın bir oksit tabakası olarak demir esaslı malzeme yüzeyinde oluşabilir. Bu tabaka fiziksel olarak yüksek plastisite ve gözenekli bir iç tabaka olarak metale zayıf yapışma özelliği ile karakterize edilir (Hauffe, 1953; Naraparaju, 2013).

Wüstit oluşumu, yapıda hızlı bozunmanın başladığını gösteren bir işaret olarak kabul edilir. Manyetit ise spinel bir yapıya sahiptir. Yüksek oksijen basınçlarında manyetit, metal açısından zayıf bir yapıdadır. Ancak düşük oksijen basınçlarında geçiş bölgelerindeki demir iyonları ile birlikte katyon fazlalığı gösterir. Hematitin stokiometri derecesi ise daha küçüktür. Hematit, α ve β fazı olmak üzere iki farklı formda bulunur ve bu formlar eşkenar dörtgen veya kübik kristal yapıya sahip olabilir. Genel olarak, ortam sıcaklığı 400 °C ve üzeri bir sıcaklığa ulaştığında Fe₃O₄ ve α-Fe₂O₃ fazları oluşması kaçınılmazdır (Hauffe, 1953; Naraparaju, 2013).



Şekil 3.14. 550 °C sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda üç katmanlı bir tabaka oluşturmak için demirin oksidasyonu (Naraparaju, 2013).

Demir-wüstit arayüzünde, demir atomu Denklem (3.9)'da gösterildiği gibi önce iyonize olur. Demir iyonları ve elektronları oluşan wüstit tabakasından dışarı doğru hareket eder. FeO-Fe₃O₄ arayüzünde manyetit, Denklem (3.10)'da gösterildiği gibi demir iyonları ve elektronlar tarafından indirgenir. Bu reaksiyondan gelen demir iyonları ve elektron fazlalığı manyetit tabakası boyunca dışarı doğru ilerler ve Fe₃O₄-Fe₂O₃ arayüzünde manyetit Denklem (3.11)'de gösterildiği üzere oluşur. Eğer demir iyonları Fe₂O₃ fazında hareketliyse, elektronlarla birlikte demir iyonları boş yerler üzerinden göç eder ve Denklem (3.12)'ye göre Fe₂O₃/gaz arayüzeyinde yeni hematit yapılarını oluşturur. Bu arayüzeyde oksijen Denklem (3.13)'e göre iyonlaşmaktadır. Oksijen iyonları hematit tabakasından hareketli olduğu durumda hematitin manyetite indirgenmesi için demir iyonları ile birlikte elektronlar boş yerler aracılığıyla hematit tabakasından içeri doğru difüze olur. Sonrasında oksijen iyonları ile reaksiyona girerek Denklem (3.14)'te gösterildiği üzere yeni Fe₂O₃ oluşur. İlgili elektronlar daha sonra Fe₂O₃/gaz arayüzeyindeki iyonizasyon sürecinde yer almak için Fe₂O₃ boyunca dışarı doğru hareket eder. (Hauffe, 1953; Naraparaju, 2013).

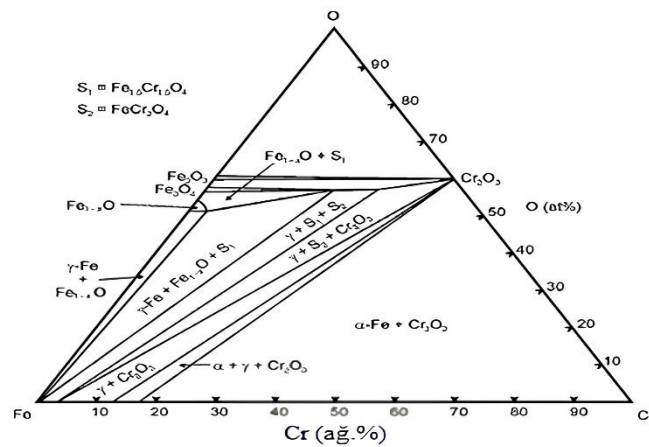




Fe^{2+} ve Fe^{3+} için n'nin değeri sırasıyla 2 veya 3'tür.



Bilindiği üzere, kromum demir esaslı malzemelere eklenmesi ile malzemenin yüksek sıcaklıklarda oksidasyon direncini iyileştirilir. Bu nedenle Fe-Cr alaşımları üzerinde sürekli bir krom oksit (Cr_2O_3) tabakasının oluşması oksidasyon hızının düşmesine neden olmaktadır. Cr_2O_3 yapısı Fe-Cr alaşımlarında oluşabilen en kararlı oksittir. Cr_2O_3 tabakası oluşturmak için kromun serbest yüzeye taşınımı gerekmektedir. Şekil 3.15'te tipik bir Fe-Cr-O denge diyagramı verilmiş olup, oksidasyon sırasında 1000 °C sıcaklıkta ağırlıkça % 13'ten daha az krom içeren Fe-Cr alaşımlarının yüzeyinde Fe_2O_3 ve Fe_3O_4 içeren bir dış katmana karşılık $Fe_{(3-x)}Cr_xO_4$ ile karakterize edilen bir iç katman oluşabilmektedir (Naraparaju, 2013). Alaşımdaki krom konsantrasyonu çok düşükse (ağırlıkça % 0,2 Cr) kararlı oksit fazının krom katkılı FeO olduğu görülmektedir (Hauffe, 1953).



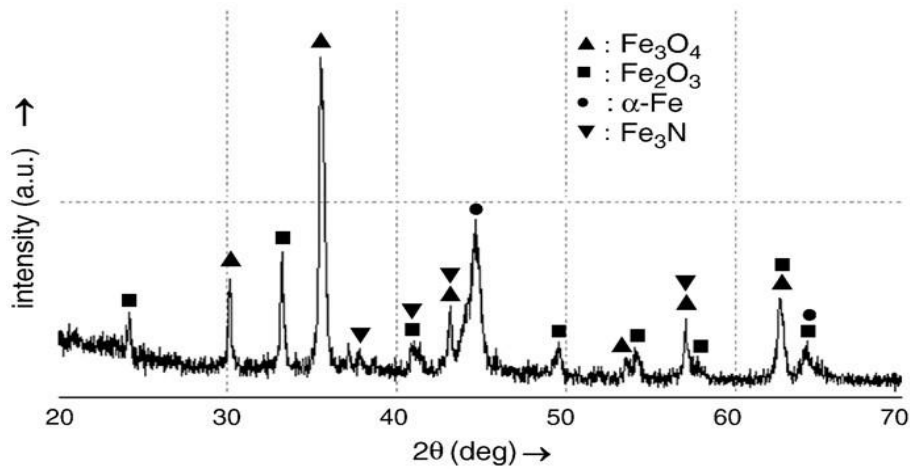
Şekil 3.15. Fe-Cr alaşımlarında 1000 °C sıcaklıkta Fe-Cr-O faz diyagramının izotermal kesiti (Naraparaju, 2013).

Yapılan birçok çalışmalar krom (Cr) içeriği arttıkça oksidasyon hızının azaldığını ve oksidasyonun artan sıcaklıkla daha da hızlandığını ortaya koymuştur (Alsaran ve diğ., 2004; Chang ve diğ., 2010). Demir esaslı malzemelerde yüzeyin hemen altındaki krom miktarının azalmasıyla birlikte malzeme yüzeyinde üç tür oksit (wüstit, kompozisyonu Fe_3O_4 ile FeCr_2O_4 arasında olan bir spinel ve kompozisyonu Fe_2O_3 ile Cr_2O_3 arasında değişen katı bir ergiyik) tabakasının büyümesi olasıdır. Tüm bunların dışından kromun oksidasyon reaksiyonlarına olan birkaç içerikte toplanabilir; (i) ortamda yeterince krom bulunuyor ise wüstit büyüme hızı düşmektedir ve wüstit faz oluşumu önemli ölçüde indirgenir, (ii) Fe_3O_4 yerine FeCr_2O_4 oluşarak bu fazın büyümesi de indirgenir, ve (iii) krom içeriğinin bir spinel oluşumu için çok yüksek olması halinde veya bir spinel faz olan FeCr_2O_4 bileşimine katkı veren bir krom içeriğinin olması halinde tüm oksidasyon süreci önemli ölçüde ötelenebilir (Hauffe, 1953; Naraparaju, 2013).

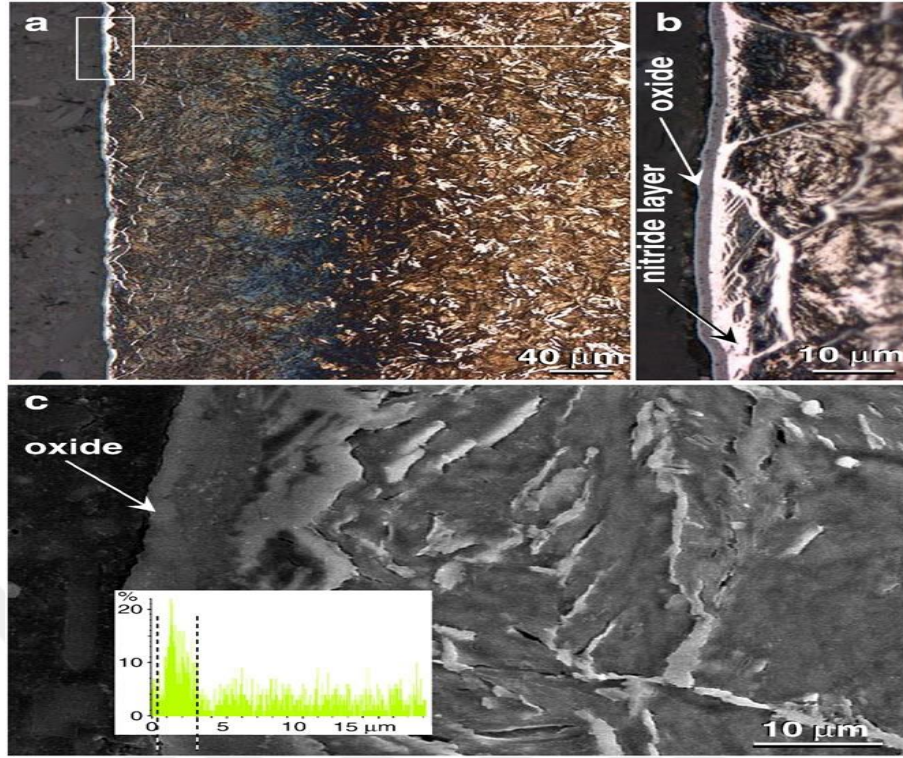
Sıcak iş takım çeliğinin kimyasal bileşimi yüksek sıcaklıkta oksidasyonu etkileyebilmektedir. Oksidasyon sırasında karbürlerin ve diğer alaşım elementlerinin okside olma eğilimleri de önemlidir. Alaşım elementlerinin oksijene olan ilgisine bağlı olarak bağımsız oksitler oluşturup oluşturmadıklarına veya oksidasyon süreçlerinde yer alıp almadıkları bu süreçte takip edilmelidir. 700 °C gibi düşük sıcaklıklarda matrikste çözünen karbürlerin ve alaşım elementlerinin oksidasyonunun, oksidasyon kinetiği üzerinde demirin oksidasyonundan daha büyük bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmiştir. Takım çeliğinin kimyasal bileşiminde bulunan silisyum, oksijene karşı en büyük afiniteye elementtir. Silisyumdan sonra oksijene olan afiniteleri açısından krom, molibden ve karbon gibi elementler sıralanabilir. Silisyum, karbür yapısında bulunmadığından dolayı yüksek sıcaklıkta oksidasyon üzerinde çok fazla etkiye sahip değildir. Karbürler göz önüne alındığında kromun ilk oksitlenmeye başlayan element olduğu varsayılır. Karbürler oksit oluşumu için potansiyel alanlar olarak hizmet ettiğinden Cr_{23}C_6 esaslı karbürler 400-500 °C sıcaklık aralığında oksidasyon kinetiğine etkide bulunabilmektedir. Karbürlerin oksidasyonu oksit tabakasında gözeneklere ve çatlaklara yol açan kalıntı gerilmelere neden olmaktadır. Sıcaklık ne kadar yüksek olursa (≥ 700 °C) etki o kadar küçüktür. Çünkü bu sıcaklıkta difüzyon oldukça hızlıdır ve bundan dolayı karbürlerin okside olması çelik matriksin oksidasyon kinetiğini etkilememektedir. Böylece Cr_{23}C_6 karbürler düşük hızlarda iç oksit tabakasında çözünmeye başlar. Oksidasyon kinetiği çeliğin ısıtılma işlemi prosesinde de etkilenmektedir. Genel olarak, östenitleştirilmiş ve

temperlenmiş malzemelerin oksidasyon kinetiği yumuşak tavllanmış malzemelerin oksidasyon kinetiğinden daha yavaştır. Östenitleştirilmiş ve temperlenmiş malzemelerde daha fazla alaşım elementi çözünür ve sonuç olarak yüzeyde oluşan iç oksit tabakası daha yoğun olabilmektedir. Isıl işlem oksit tabakasının büyümesini ve oksit tabakasındaki kristal tane boyutunu etkilediğinden dolayı oksijen, demir ve diğer alaşım elementlerinin difüzyonunu engelleyerek oksit tabakasının büyümesini yavaşlatır (Balaško ve diğ., 2021).

Şekil 3.16’da verilen XRD datası nitrürlenmiş bir sıcak iş takım çeliği (X32CrMoV33) yüzeyinde oksidasyon işleminin gerçekleştirilmesi sonrası yüzeyde Fe-O bileşimlerinin başarılı bir şekilde oluşturulabildiğini ortaya koymaktadır. Yüzeyde yapılan oksidasyon işlemi ile önemli ölçüde Fe_3O_4 fazının oluşumu gözlenmiştir. Plazma nitrürleme işlemi sonrasında oksidasyon işlemi uygulanmış bu takım çeliğinin kesitinde yapılan metalurjik karakterizasyon bulguları ise Şekil 3.17’de verilmiştir (Birol, 2011). Şekil 3.17a’da verilen ışık mikroskobu görüntüsü yüzeyden merkeze uygulanan nitrasyon ile farklı azot içeriğinde değişken tabakaların var olduğunu ve özellikle işaretlenmiş bölgede ileri karakterizasyon çalışmalarının yapıldığına işaret eder. Şekil 3.17b’de verilen yüksek büyütme ışık mikroskobu takım çeliği yüzeyinde nitrür ve oksit tabaka varlığını ortaya koymaktadır. En dış yüzeyde yapılan elementel analiz ise bileşim tabakası üzerinde sürekli, homojen ve iyi tutunmuş bir oksit filmin varlığını işaret etmektedir (Şekil 3.17c). Fe-O bileşimine sahip ince oksit filmi kalınlığı $\sim 3 \mu\text{m}$ olarak izlenmiştir (Birol, 2011).



Şekil 3.16. Nitrürlenmiş bir sıcak iş takım çeliğinin oksidasyon işlemi sonrası yüzeyine ait X-ışını kırınım spektrumu (Birol, 2011).



Şekil 3.17. Plazma nitrülenmiş ve sonrasında oksitlenmiş X32CrMoV33 takım çeliğinin kesitine ait mikroyapılar; (a) kesite ait genel görünüm, (b) yüzeyde nitrür ve oksit tabakasını gösteren bir görüntü ve (c) oksit tabakası üzerine yapılan mikro analiz verisi (Birol, 2011).

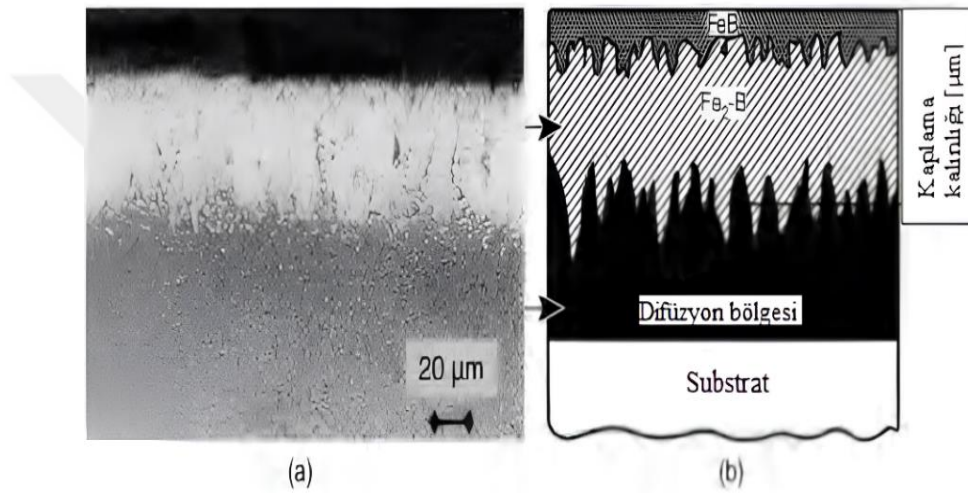
Termo-kimyasal yüzey işlemlerinden biri de borlama olup, bu proseste altlık malzeme yüzeyine borun difüzyonu sağlanarak yüzeyde sert borür tabakası içeren bir yapı oluşturulur. Nitrasyon ve nitrokarbürizasyon işleminde olduğu gibi gaz, sıvı (tuz) ve plazma (iyon) ortamlarında borun malzeme yüzeyinden içeri doğru difüzyonu gerçekleştirilir. Gaz ortamında BF_3 , BCl_3 , BBr_3 veya B_2H_6 gibi bileşenlerin endüktif olarak ısıtılması veya bir tüp fırın içerisinde ısıtma ile yüzeye nüfuz etmesi istenen bor kazanılmış olur. İşlem sonucunda malzeme yüzeyinde tabakalı bir yapının olduğu gözlenir. Proses sonrası özellikle demir esaslı iş parçalarının yüzeyinde kararlı borür tabakaları (MeB ve Me_2B , Me:metal) oluşturma birlikte yüzeyden merkeze belirli bir mesafede borürleme derinliğine ulaşılabilir (Yang ve diğ., 2016; Genel, 2006).

Malzemenin ergimiş tuz banyosuna daldırılması ile tatbik edilen borlama işlemi tipik sıvı (tuz) borlama işlemidir. Macun adı verilen ($\text{B}_4\text{C} + \text{Na}_3\text{AlF}_6$ + etil silikat veya ferro boron + Na_3AlF_6 + su camı) bileşiminin malzeme yüzeyine uygulanması ve ardından endüktif olarak ısıtması ile istenen macun borlama işlemi gerçekleştirilir. Borlama işlemine

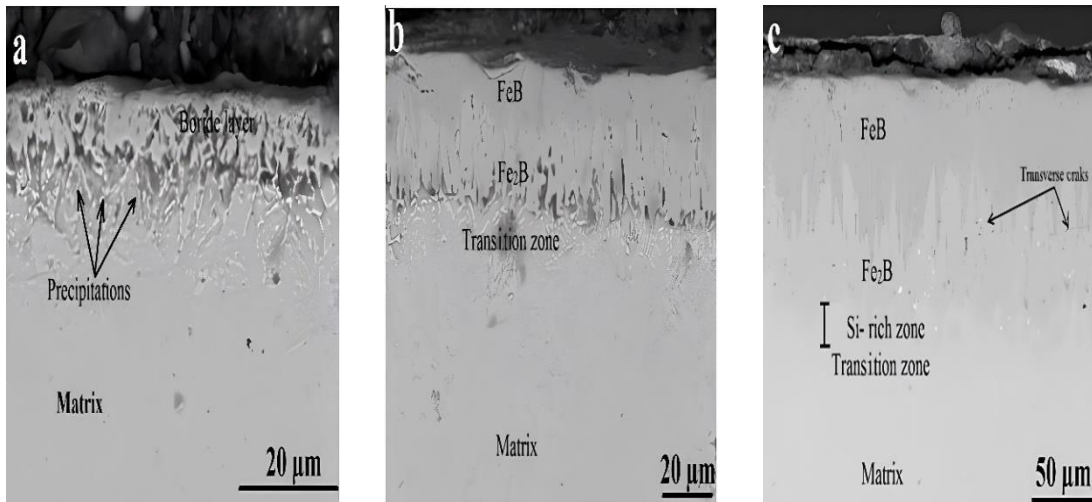
yönelik bir diğer yöntemde ise, (amorfor bor, ferro bor veya B_4C bileşenlerini içerebilen tozların içerisinde iş parçasının gömülür ve fırında ısıtma sonrası kutu borlama gerçekleştirilir. Koruyucu bir gaz atmosferi altında macun borlama ve kutu borlama işlemleri sırasında üretilen iki fazlı FeB ve Fe_2B borürlerden daha yüksek sünekliğe sahip tek fazlı Fe_2B borür tabakaları üretilebilir. Genel olarak FeB fazı, Fe_2B fazına kıyasla daha yüksek sertliğe ve mukavemete sahiptir, ancak daha düşük tokluktur. FeB fazı kırılkan karakteristiğinden dolayı endüstriyel uygulamalarda malzeme yüzeyinde tabakaların ayrılmasına neden olmaktadır (Mang ve diğ., 2011). Borlama prosesi net şekilli yüzeylere uygulansa da yüzey kalitesini olumsuz etkileyebilmektedir. Sadece 12 saatlik bir borlama işlemi ile 500 mm'ye ulaşan tabaka derinliklerini elde etmek mümkündür. Tabakaların büyüme hızı ve faz yapısı borlama atmosferine, yüzeyin kimyasal kompozisyonuna, proses sıcaklığına ve borlama süresine bağlıdır (Gök ve diğ., 2017). Ayrıca proses sırasında malzemeler yoğun bir şekilde ısıtıldığından malzemede yapısal deformasyona oluşabilmektedir. Çelik yüzeyinde oluşturulan borür tabakası ile her ne kadar aşınmaya ve korozyona karşı çok yüksek direnç sağlansa da yüzeylerin daha düşük tokluğa sahip olması şok ve darbe yüklemelerine karşı malzeme yüzey özelliklerini zayıflatmaktadır (Mang ve diğ., 2011).

Şekil 3.18a'da borlanmış 100Cr6 rulman çeliğinin kesitine ait bir mikroyapı örneği verilmiştir. Şekil 3.18b'de görüleceği üzere, borlama prosesinde yüzeye yakın bölgelerde bor atomlarının ana malzeme ile reaksiyona girmesi ve borür tabakası/tabakalarının oluşturulması kaçınılmazdır (Mang ve diğ., 2011). Daha öncesinde bahsedildiği üzere, ana (altlık) malzemenin kimyasal bileşimine bağlı olarak tek fazlı veya çift fazlı borür tabakası oluşabilmektedir. Şekil 3.19a-c'de sırasıyla 800, 900 ve 1000 °C sıcaklıklarda 6 saat süreyle borlanan malzemenin kesitlerine ait taramalı elektron mikroskop görüntüleri verilmiştir. Proses sıcaklığına bağlı olarak farklı katmanların oluşumu gözlenmiş olup, borlama süresinin borür tabakasının türü üzerine önemli bir etkisi bulunmadığı raporlanmıştır. Şekil 3.19a'da Fe_2B tek faz yapısına karşılık Şekil 3.19b ve c'de FeB + Fe_2B fazı oluşumları gözlenmiştir. Değişken sıcaklıkta yapılan bu borlama işlemi esasen borlamanın başlangıç evresinde Fe_2B fazının çekirdeklendiğini, tane sınırları ve dislokasyonlar gibi yüksek enerji bölgelerine çekirdeklenme/büyümenin gerçekleşebildiğini ortaya koymuştur. Fe_2B fazının oluşumundan sonra FeB fazının çekirdeklenmesi bor atomlarının difüzyonunu sonucu gerçekleşir. Borlama süresi ve

sıcaklığın artmasıyla FeB fazı büyümesi devam ederken Fe₂B tabakasının yüzeyden içeriye doğru genişlemesi mümkündür. Taramalı elektron mikroskop görüntülerinde parlak kontrastlı bölge Fe₂B fazına ve koyu kontrastlı bölge ise FeB fazına karşılık gelmektedir. Borlama sıcaklığının arttırılması tabaka kalınlığında bir artışa ve borür tabakalarının gözenekliliğinde bir azalmaya da neden olabilmektedir. Şekil 3.19c’den de görüleceği üzere, termal genleşme uyumsuzluğu nedeniyle FeB ve Fe₂B fazları arasında enine çatlaklar oluşabilir. Bu çatlaklar mekanik yükler altında dökülmelere yol açabilmektedir (Gök ve diğ., 2017).

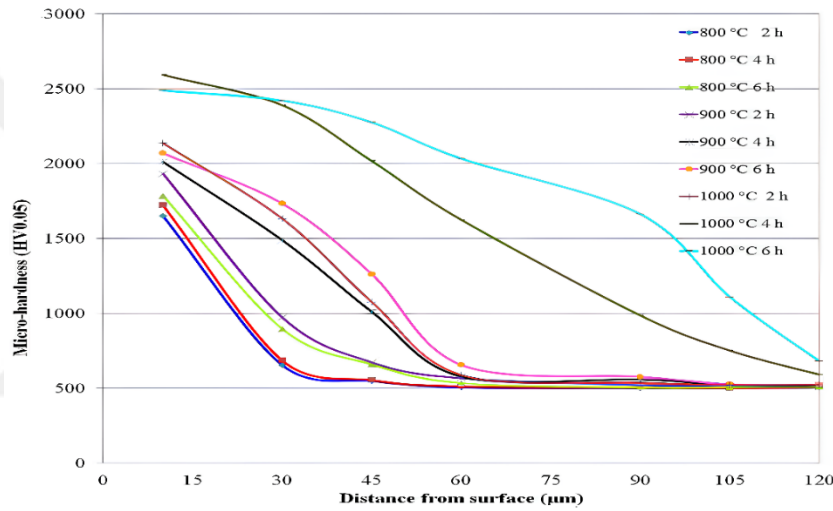


Şekil 3.18. (a) Borlanmış 100Cr6 rulman çeliğinin parlatılmış kesitine ait bir mikroyapı ve (b) yüzeyde oluşturulan tabaka yapısına ait bir şematik gösterim (Mang ve diğ., 2011).



Şekil 3.19. Farklı sıcaklıklarda 6 saat borlanmış H13 sıcak iş takım çeliğinin kesitlerine ait taramalı elektron mikroskop görüntüleri; (a) 800, (b) 900 ve (c) 1000 °C (Gök ve diğ., 2017).

Çelik üzerinde oluşan demir borürler yüksek sertliğe (1500-2000 HV) sahip olup, karbürleme, nitrürleme ve karbonitrasyon gibi geleneksel yüzey işlemlerine kıyasla çeşitli tribolojik uygulamalarda üstün performans sergilemektedir (Gök ve diğ., 2017). Şekil 3.20’de farklı sıcaklık ve sürelerde borlanmış H13 çeliğinin kesitine ait yüzeyden merkeze doğru mikrosertlik profilleri verilmiştir. Borlama sıcaklığına ve borlama süresine bağlı olarak 1650 ile 2592 HV_{0.5} arasında bir sertlik aralığına ulaşılmıştır. Profillerden de görüleceği üzere, yüzeyde oluşan borür tabakalarından dolayı oldukça yüksektir ve merkeze doğru azalan bor konsantrasyonuna da bağlı olarak sertlik azalan bir trende sahiptir matrikse doğru gidildikçe azalmaktadır (Gök ve diğ., 2017).

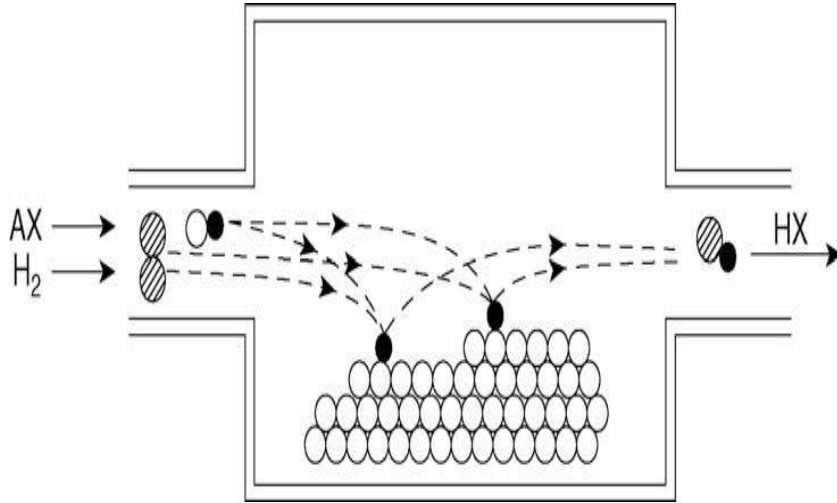


Şekil 3.20. Farklı sıcaklıklarda ve sürelerde borlanmış H13 sıcak iş takım çeliğine ait yüzeyden merkeze doğru mikrosertlik profilleri (Gök ve diğ., 2017).

3.2. Buhar Biriktirme Yöntemleriyle Yüzeylerin Kaplanması ve Yapısal İncelemeler

Kimyasal buhar biriktirme (Chemical Vapor Deposition, CVD) ısıtılan bir altlık malzeme yüzeyi üzerinde veya yakınında gerçekleştirilen bir kimyasal reaksiyonla katı bir malzemenin buhar fazdan çökertilmesi işlemidir. Bu teknik ile çeşitli morfolojilerde (örneğin; ince film, toz veya tek kristal olarak) katı malzeme oluşturabilir. İşlem sırasında altlık malzemenin türü, sıcaklığı, reaksiyon gaz karışımının bileşimi ve basınç gibi parametreler değiştirilerek istenen kaplama özellikleri elde edilebilir. Şekil 3.21’de CVD prosesine ait şematik bir görsel verilmiştir. CVD işlemi genellikle vakum altında çalışan bir reaktörde gerçekleştirilir. Reaktör metal, seramik veya cam gibi malzemelerden yapılmış kapalı bir ortamdan oluşmaktadır. Kaplama yapılacak malzeme reaktör içine

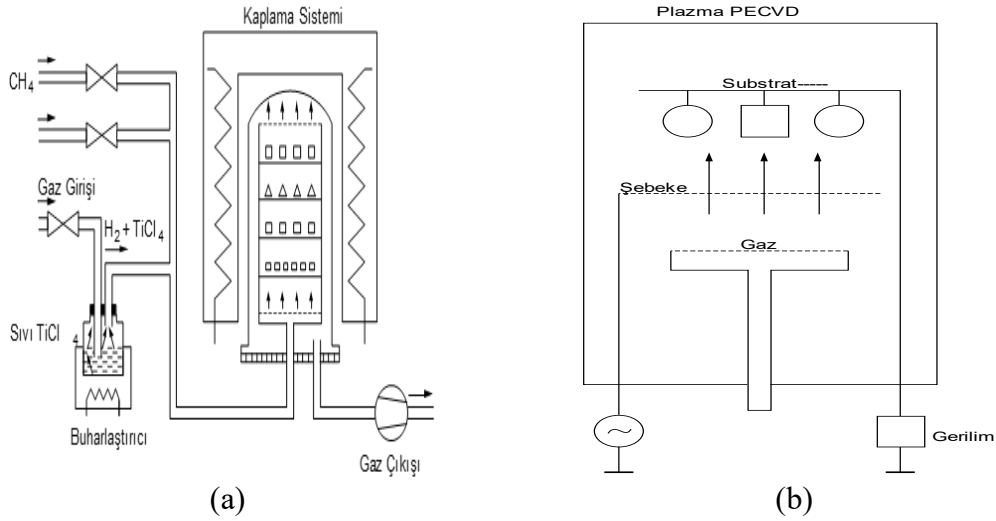
yerleştirilir ve film oluşturmak için kullanılan çeşitli kimyasal gazlar ile beslenir. Bu gazlar ile ısıtılmış alt tabaka yüzeyinde reaksiyon sonucu yüzeyde ince bir film tabakası oluşturur. CVD tekniğinin dikkat çeken avantajlarından biri, karmaşık şekillere sahip altlık malzemelerde bile düşük gözeneklilikte ve homojen kalınlıkta kaplamaların oluşturulabilmesidir. Bu özellik, kaplama kalitesini artırmakta ve malzeme performansını iyileştirmektedir. Bu tekniğin kullanımı ile yüzeyleri kaplanmış malzemelerde özellikle sürtünme/aşınma direnci, korozyona dayanım ve yüksek sıcaklığa dayanım sağlanabilmektedir (Martin, 2010). CVD işlemi genellikle 800-1200 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirilir. Ancak, proses sürecini iyileştirmek ve daha yoğun, iyi yapışmış kaplamalar elde etmek için lazer veya elektron ışınları gibi yardımcı yöntemler de kullanılabilir. CVD tekniği çeşitli geçiş metallerinin borürleri, karbürleri, nitrürleri, oksitleri, karbo-nitrürleri ve oks-nitrürleri gibi birçok aşınmaya dirençli kaplama malzemesini biriktirmek için kullanılabilir. Bu kaplamalar, yüksek sıcaklıklarda dayanıklılık gösterir ve genellikle endüstriyel uygulamalarda özellikle tribolojik uygulamalarda tercih edilir. Bu nedenle CVD teknolojisi çeşitli endüstriyel uygulamalarda kullanılan yüksek performanslı kaplamaların üretiminde önemli bir rol oynar ve sürekli olarak geliştirilen bir tekniktir (Holmberg ve Mattheews, 2009).



Şekil 3.21. CVD prosesine ait şematik bir görsel (Martin, 2010).

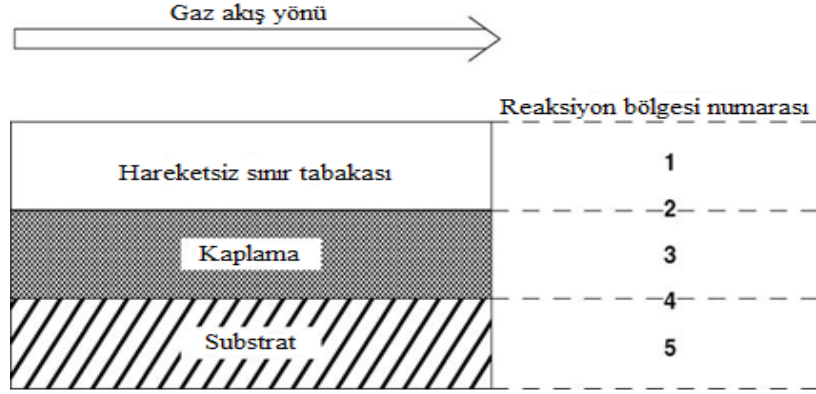
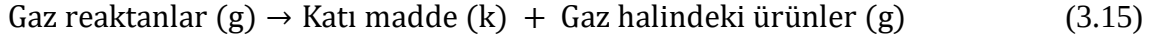
Kimyasal buhar biriktirme esasen farklı alt teknikler ile de uygulanabilmektedir. Bu teknikler, termal ve plazma/lazer destekli CVD teknikleri olarak bilinir ve bu teknikler ile kaplama sürecine ait şematik süreçler Şekil 3.22’de verilmiştir. Her bir teknik, biriktirme işlemi sırasında farklı buharlaşabilir öncül (kaplama) maddelere ihtiyaç duyar.

Termal kimyasal buhar biriktirmede, öncül madde genellikle sıcak bir altlık yüzeyiyle temas ettiğinde doğrudan buharlaşır ve buhar fazdan katı fazda bir kaplama oluşturur. Altlık yüzeyi genellikle yüksek sıcaklıklara (800-1200 °C) ısıtılır, böylece öncül malzemeye ait moleküller ayrışarak katı bir malzeme oluşturur. Geleneksel termal kimyasal buhar biriktirme prosesi genellikle tekli ve çoklu TiC, TiN, HfN ve Al₂O₃ gibi katmanlar için kullanılır ve genellikle 900-1100 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirilir. Ancak, daha yüksek sıcaklıklar kaplama oranlarını artırabilirken, aynı zamanda kaplamaların kaba taneli ve düşük sertliğe sahip olmasına yol açabilir. Ayrıca, yüksek sıcaklıkların TiC gibi karbür alt tabakalarını dekarbürize etme ve kaplamayı kırılganlaştırma eğilimini artırabileceği de bilinmektedir. Bu sorun, TiN ve HfN gibi kaplamaların uygulanması ve ardından çok katmanlı TiC-Ti(C_xN_y)-TiN gibi kaplamaların uygulanmasıyla çözülmüştür. Plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, PECVD) prosesinde öncül madde bir plazma ortamında ayrışır. Bilindiği üzere, plazma, yüksek enerjili elektronlar ve iyonlar içeren bir gaz karışımıdır ve öncül madde plazma ile temas ederek gaz fazında ayrışabilir. Bu yöntemde, öncül madde önceden gaz fazında olabilir veya altlık yüzeyine uygulandıktan sonra absorbe edilip, daha sonra plazma etkisiyle ayrışabilir. Konvansiyonel kimyasal buhar biriktirme prosesi esasen yüksek sıcaklıklarda kaplamayı mümkün kılar ve kaplama süreci termodinamik süreçler tarafından belirlenir. Öte yandan, plazma destekli kimyasal buhar biriktirme prosesi daha düşük sıcaklıklara gereksinim duyar ve biriktirme süreci kinetik faktörler tarafından kontrol edilir. Lazer destekli kimyasal buhar biriktirme (Laser Chemical Vapor Deposition, LCVD) prosesinde ise, öncül madde genellikle lazer ışınlarıyla ısıtılan bir altlık yüzeyiyle temas ederek ayrışır. Bu işlem genellikle fotokimyasal reaksiyonlar veya piroliz yoluyla gerçekleşir. Lazer ışını, öncül madde moleküllerinin enerji seviyelerini yükselterek, buhar fazında ayrışmalarını sağlar. Lazer destekli kimyasal buhar biriktirme prosesi lokalize biriktirme imkanı sağlayarak özel reaksiyon yollarının uyarlanmasına da yeni fırsatlar sunar. Bu teknik, özellikle çeşitli uygulamalar için yeni malzemelerin ve yapıların hazırlanmasına olanak tanır. Her üç CVD tekniği de farklı öncül maddelerin kullanımına ve işlem şartlarına bağlı olarak farklı kaplama özellikleri elde etmeye olanak tanır. Bu teknikler, endüstriyel uygulamalarda çeşitli kaplama ihtiyaçlarını karşılamak için kullanılır ve sürekli olarak geliştirilmektedir (Tracton, 2006).



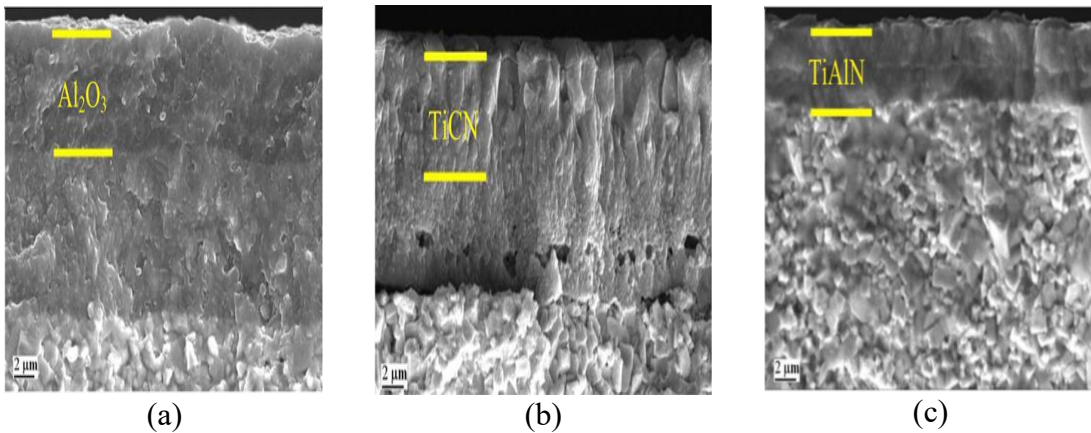
Şekil 3.22. Farklı kimyasal buhar biriktirme tekniklerinde kaplama sürecini gösteren şematik görseller; (a) termal ve (b) plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (Tracton, 2006).

Şekil 3.23'te gösterildiği üzere CVD prosesi sırasında gaz akışına ve sıcaklığa bağlı değişebilen önemli beş farklı reaksiyon bölgesi bulunmaktadır. Gaz halindeki reaktanlar ısıtılmış altlık malzeme yüzeyinin yakınında veya üzerinde Denklem (3.15)'te gösterildiği üzere kimyasal reaksiyonun oluşmasını sağlar. Proses sırasında ana gaz akışı alt tabaka/kaplama yüzeyi üzerinden geçer ve bitişik bir sınır katmanının oluşmasıyla sonuçlanır. Biriktirme işlemi sırasında gaz halindeki reaktanlar ve gaz halindeki reaksiyon ürünleri bu sınır tabakası boyunca taşınması ile "1" numaralı bölgede buhar ortamında homojen reaksiyonlar meydana gelebilir ve bu da pul pul ve iyi tutunmamış bir kaplama ile karakterize edilen istenmeyen homojen çekirdeklenmeye yol açabilir. Ancak homojen çekirdeklenmenin eşlik etmediği durumlarda CVD prosesi için tercih edilen bir durum haline gelmektedir. Heterojen reaksiyonlar, buhar/kaplama faz sınırı (bölge 2) içinde gerçekleşir. Genellikle kaplamanın biriktirme hızını ve nihai özelliklerini belirler. Bu bölge, gaz fazı ve kaplama malzemesi arasındaki sınırdaki bulunur ve reaksiyon koşullarını (sıcaklık, gaz akış hızı, vb.) etkiler. Bu nedenle, bu bölgedeki reaksiyonları dikkatlice kontrol etmek, yüksek kaliteli ve homojen kaplamalar elde etmek için önemlidir. CVD sırasında nispeten yüksek sıcaklıklar kullanılabilir ve bu durumda "3-5" bölgelerinde faz dönüşümleri, çökeltme, yeniden kristalleşme ve tane büyümesi gibi çeşitli katı hal reaksiyonlarına meydana gelebilmektedir. Bir difüzyon bölgesi olan 4. bölgede çeşitli ara fazların oluşması da mümkündür. Kaplamanın alt tabakaya yapışması için bu bölgedeki reaksiyonlar oldukça kritiktir (Martin, 2010).

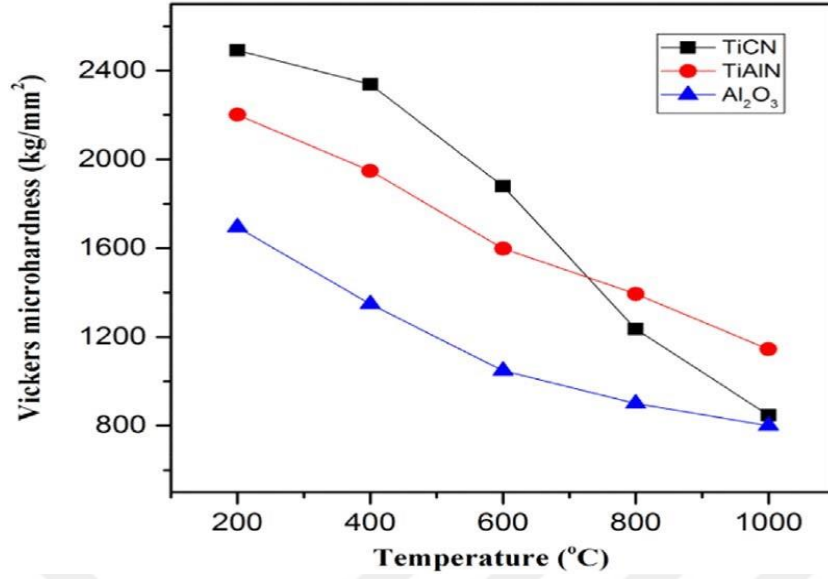


Şekil 3.23. CVD prosesi boyunca var olabilen önemli reaksiyon bölgeleri (Martin, 2010).

Naskar ve Chattopadhyay yapmış olduğu bir çalışmada C80 yüksek karbonlu çelik malzeme yüzeyinde CVD ile farklı kaplama türlerinin ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$, TiCN/TiC ve TiAlN) eldesini incelemiştir. Şekil 3.24'te farklı kaplama türlerinin kesitini gösteren mikroyapılar ve Şekil 3.25'te kaplamalara ait sertlik değerleri verilmiştir. CVD ile tek katmanlı (TiAlN) ve çift katmanlı ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ ve TiCN/TiC) sert kaplamalar başarılı bir şekilde yüzeyde oluşturulabilmiştir. Tüm kaplama türlerinin düşük gözenekliliğe sahip olmakla birlikte sürekli ve homojen olduğu görülmektedir. Kaplamalardan hem TiCN hem de TiAlN seramik esaslı alümina kaplamaya göre daha yüksek sertlik değerlerinde olup, yükseltilmiş sıcaklıklarda ($\sim 1000^\circ\text{C}$) TiAlN esaslı kaplamanın sertliğinin en yüksek seviyede kalabildiği de dikkat çekicidir. (Naskar ve Chattopadhyay, 2018).

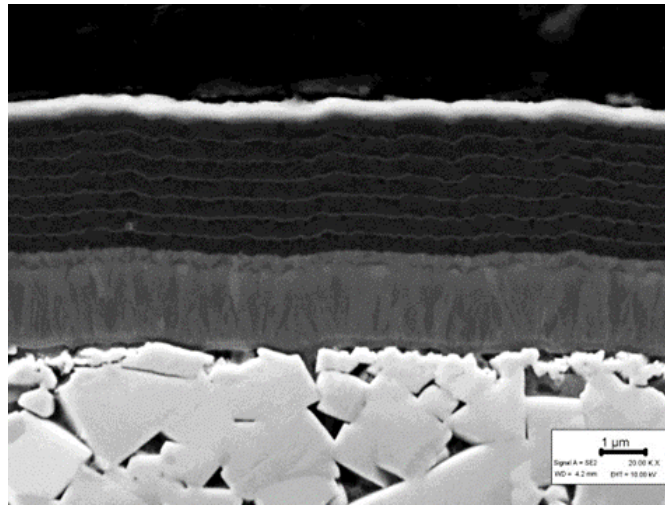


Şekil 3.24. CVD kaplamalara ait kesit görüntüleri; (a) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$; (b) TiCN/TiC ; (c) TiAlN (Naskar ve Chattopadhyay, 2018).



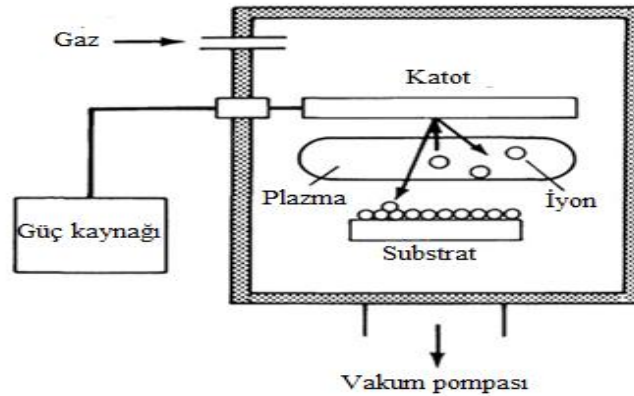
Şekil 3.25. CVD ile oluşturulmuş farklı kaplama türleri için sıcaklığa bağlı sertlik değişimi (Naskar ve Chattopadhyay, 2018).

Saketi ve Olsson (2016) tarafından yapılan bir çalışmada 316L paslanmaz çelik yüzeyinde kimyasal buhar biriktirme yöntemini kullanarak belirli bir kalınlıkta sürekli ve homojen Ti(C,N)-Al₂O₃-TiN esaslı kaplama yapısı oluşturulmuştur (Şekil 3.26). Şekil 3.26'dan da görüleceği üzere, yaklaşık her biri 2 µm kalınlıkta hem Ti(C,N) hem de Al₂O₃ biriktirilmiş olup, en dış yüzeyde en ince kalınlıkta (0.5 µm) TiN fazı bulunmaktadır. Bu tarz çok katmanlı bir kaplama yapısı çelik yüzeyinde oldukça sert (1720 kg/mm²) bir tabaka yapısı olup, çeliğe yüksek yüzey mekaniği avantajı sunabilmektedir (Saketi ve Olsson, 2016).



Şekil 3.26. 316L paslanmaz çelik yüzeyinde var olan CVD Ti(C,N)-Al₂O₃-TiN kaplama yapısı (Saketi ve Olsson, 2016).

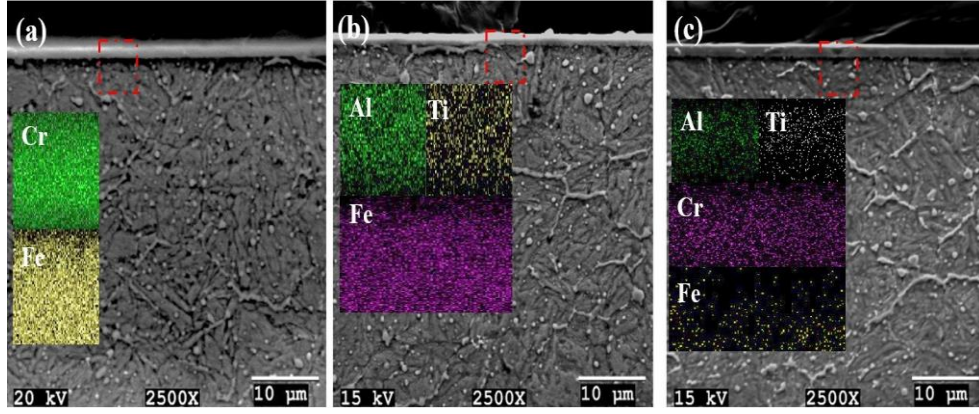
Fiziksel buhar biriktirme (Physical Vapor Deposition, PVD) prosesi, malzemenin vakum altında buharlaştırıldıktan sonra bir yüzeye çökertilmesiyle gerçekleştirilen bir kaplama işlemidir. Bu proses, özellikle 200-550 °C arasındaki sıcaklıklarda takım çeliği gibi malzemelere TiC veya TiN gibi kaplamaların plazma destekli olarak çökertilmesine dayanmaktadır (ASM Handbook, 1998). Bu kaplamalar, aşınmaya karşı direnç sağlar ve kesici takımların sürtünme ve sertlik özelliklerini iyileştirmek için yaygın olarak kullanılır. PVD prosesi, genellikle buharlaştırma, iyon kaplama ve püskürtme gibi çeşitli teknikleri içerir. En yaygın PVD yöntemleri püskürtme ve buharlaştırmadır. Şekil 3.27’de püskürtme yöntemi ile biriktirme prosesinin şematik görseli verilmiştir (ASM Handbook, 1992). Püskürtme yöntemi, bir malzemenin bir kaynaktan (hedeften) yüksek voltajla hızlandırılan gaz iyonları tarafından bombardımanı yoluyla bir alt tabakaya taşınmasını içerir. Hedeften gelen atomlar, iyonların momentum aktarımıyla dışarı atılır ve bu parçacıklar vakum odası boyunca alt tabakaya doğru hareket eder, burada biriktirilir. Buharlaştırma ise malzemenin yalnızca fiziksel yollarla bir kaplama oluşturulması için aktarılmasını içerir. Bu yöntemde, malzeme bir vakum odasında bir elektron ışını tarafından eritilir ve buharlaştırılır. Bu buhar, alt tabakada biriktirilmek üzere yönlendirilir. Bu işlem sırasında, altlık malzeme genellikle eşit şekilde döndürülür veya hareket ettirilir, böylece tüm yüzey alanı kaplanabilir. PVD kaplamalar, kesici takımların aşınma direncini artırmanın yanı sıra sürtünme ve sertlik özelliklerini iyileştirmek için kullanılır. Ayrıca, korozyona dayanıklı kaplamalar sağlama yeteneğiyle de bilinirler. Bu teknikler, endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılır ve sürekli olarak geliştirilir, özellikle kesici takımların ve diğer yüksek performanslı parçaların dayanıklılığını artırmak için önemli bir rol oynarlar (ASM Handbook, 1994).



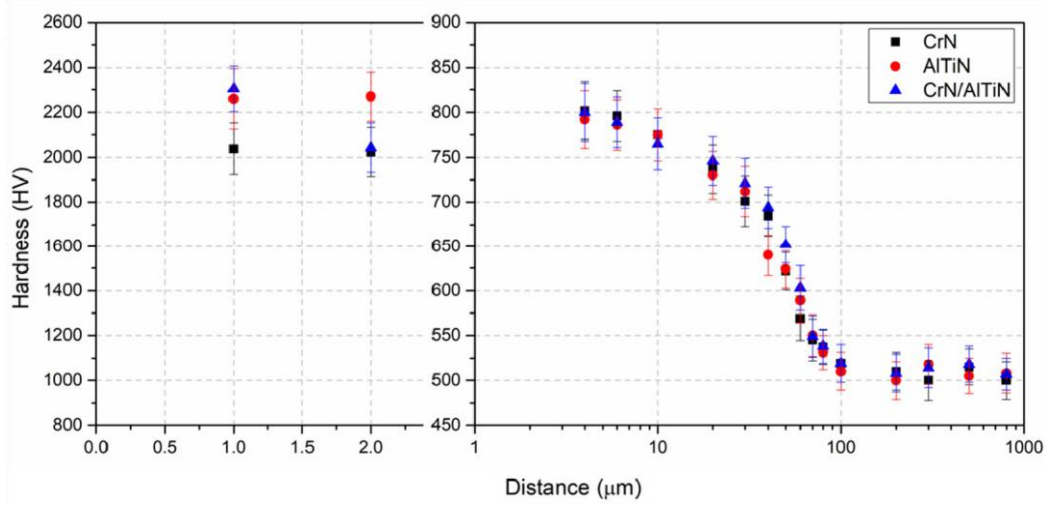
Şekil 3.27. Püskürtme biriktirme prosesinin ana bileşenlerin şeması (ASM Handbook, 1992).

PVD teknikleri metaller, alaşımlar, yarı iletkenler, süper iletkenler ve polimerler gibi çeşitli malzemelerin yüzeylere biriktirilmesi ve çeşitli türlerde kompozitlerin üretilmesi için çok yönlü bir kaplama yöntemi sunar. Bunlar; tek elementli tür birikimi, alaşım biriktirme, çoklu kaynaklar kullanarak birlikte buharlaştırma veya püskürtme, tek kaynaktan buharlaşma ve ani buharlaşma olmak üzere sıralanabilir. Tek elementli tür biriktirme yönteminde tek bir elementten oluşan malzemeler buharlaştırılır ve alt tabakaya biriktirilir. Örneğin, saf metallerin kaplanması bu yöntemle gerçekleştirilebilir. Alaşım biriktirme, iki veya daha fazla elementten oluşan alaşımların biriktirilmesidir. Bu yöntem, malzemenin özel fiziksel veya kimyasal özelliklerini elde etmek için kullanılır. Örneğin, çelik gibi malzemelerin kaplanması bu yöntemle gerçekleştirilebilir. Çoklu kaynaklar kullanarak birlikte buharlaştırma veya püskürtme tekniğinde farklı kaynaklardan gelen malzemeler aynı anda buharlaştırılır veya püskürtülür ve alt tabakaya biriktirilir. Öte yandan tek kaynaktan buharlaşma yine tek bir malzeme kaynağından buharlaştırılan malzeme alt tabakaya biriktirilir. Bu yöntem genellikle homojen kaplamaların oluşturulması için tercih edilir. Son olarak ani buharlaşma ile malzeme kaynağı hızla ısıtılır ve ani bir buharlaşma gerçekleştirilir. Bu yöntemle ince ve homojen kaplamalar elde edilebilir. PVD kaplama teknikleri, özellikle kesici takımlar, kalıplar, optik kaplamalar, dekoratif kaplamalar ve koruyucu kaplamalar gibi alanlarda önemli bir rol oynarlar (ASM Handbook, 1992).

Aktaş Çelik ve diğerlerinin yapmış olduğu bir çalışmada, X45CrMoV5-3-1 çeliğinin yüzeyi CAPVD (CrN, AlTiN ve CrN/AlTiN) ile kaplanmış ve tribolojik performansı kıyaslanmıştır. Şekil 3.28'te ısıtıl işlem ve sonrasında nitrasyon işlemi uygulanmış takım çeliklerinin difüzyon tabakası üzerine (CrN, AlTiN ve AlTiN/CrN) uygulanan kaplamaların kesitlerine ait mikroyapılar verilmiştir. Kaplamalar homojen ve sürekli olup, $\sim 2 \mu\text{m}$ kalınlığındadır. Bu kaplamalar yüzeye mükemmel bir yapışma göstermiş olup, gözenek, çatlak veya delaminasyon gibi kusurları içermemektedir. Şekil 3.29'da matriks yapısına bağlı olarak kesit boyunca farklı yükler altındaki sertlik profillerini göstermektedir. Mono katman kaplamaların sertlikleri kıyaslandığında CrN tabakası ($2038 \pm 115 \text{ HV0.01}$) AlTiN tabakasına kıyasla daha düşük bir sertlik değerindedir ($2270 \pm 110 \text{ HV0.01}$). İki katmanlı kaplamadaki AlTiN ve CrN katmanlarının sertlik değerleri, mono katman kaplamalarda elde edilen değerlerle aynı aralıktadır (Aktaş Çelik ve diğ., 2024).



Şekil 3.28. Isıl işlem sonrasında nitrürlenmiş ve PVD ile kaplanmış çeliğin kesit mikroyapıları; (a) CrN, (b) AlTiN ve (c) CrN/AlTiN (Aktaş Çelik ve diğ., 2024).



Şekil 3.29. Isıl işlem sonrasında nitrürlenmiş ve PVD ile kaplanmış çeliklerin sertlik profilleri (Aktaş Çelik ve diğ., 2024).

3.3. Yüzey İşlemi Uygulanmış Sıcak İş Takım Çeliklerinde Aşınma Davranışı

Aşınma, mekanik etkiler sonucunda malzemenin yüzeyinde meydana gelen kademeli bir hasarlanma sürecidir. Bu süreç, malzemenin zamanla aşınarak yüzey özelliklerinin değişmesine ve performansının düşmesine yol açar. Aşınma davranışını değerlendirirken tribolojinin iki temel alt alanından biri olan sürtünme kavramını da göz önünde bulundurmak gerekmektedir. Bilindiği üzere, sürtünme ile iki malzemenin yüzeyleri arasında dış kuvvet etkisi altında meydana gelen hareket sonucu malzemeler arasındaki ortak sınıra teğet bir direnç kuvveti açığa çıkar. Tribolojik davranışı belirleyen sürtünme ve aşınma mekanizmaları esasen kinematik harekete (kayma, yuvarlanma, darbe vb.), malzemeye (metal, polimer vb.) ve arayüzey tribolojik süreçlerine (adhezif, abrazif, yorulma vb.) bağlı olarak irdelenir. İki malzeme normal bir yük altında temas ettiğinde

kaymayı başlatmak veya sürdürmek için sürtünme kuvvetine ihtiyaç duyulur. Denklem (3.16)'da gösterildiği üzere, temas eden yüzeyler arasında bağıl hareket meydana geldiğinde sürtünme kuvveti her zaman yüzeylerin bağıl hızının tersi yönde etkiler. Ayrıca, sürtünme kuvveti normal kuvvet ile orantılıdır ve bu ilişkiden yola çıkarak sürtünme katsayısını (μ) tanımlamak mümkündür (Czichos, 1986).

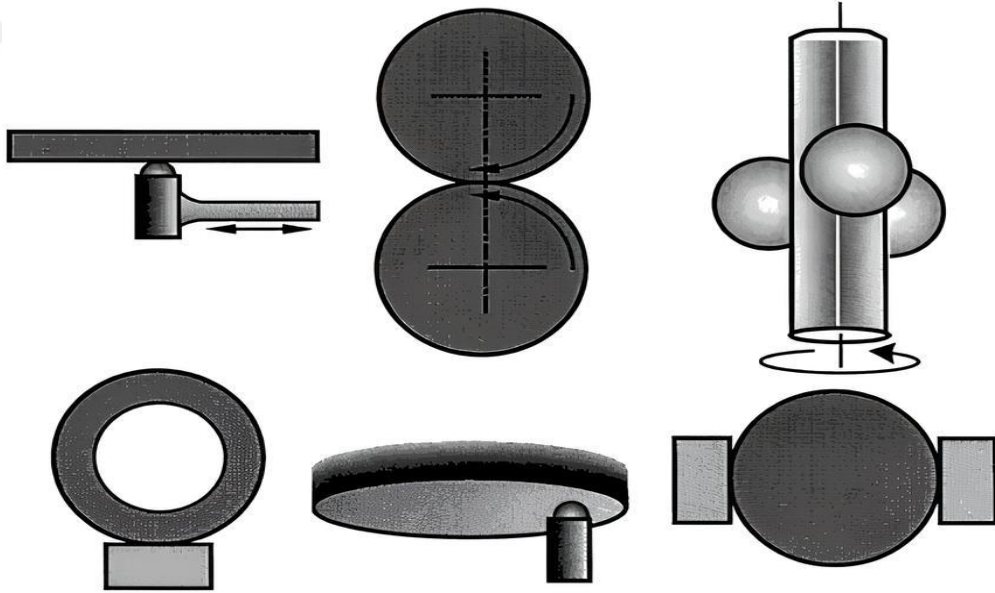
$$\mu = F/N \quad (3.16)$$

Sürtünme katsayısı, yüzeylerde pürüzlülük deformasyonları, aşınan parçacıkların neden olduğu kazınma ve sert yüzey pürüzlülüklerinin bir sonucu olarak ortaya çıkan adhezif aşınmanın kombinasyon etkileriyle oluşur. Bu katsayının belirlenmesinde kayma mekanizması, kullanılan karşıt malzemeler ve yüzey topografisi gibi faktörler önemli rol oynar. Sürtünme, esas olarak bir enerji kaybı süreci olarak da kabul edilir. Bu süreç, ilk olarak yüzeyler arasında gerçek temas alanının oluşturulmasıyla başlar ve bu durumda mekanik enerji açığa çıkar. Açığa çıkan mekanik enerji, plastik deformasyon, adhezif ve abrazif etkiler gibi farklı aşamalara dönüşür. Son olarak, bu enerji termal olarak dağılır ve birikir. Böylece sürtünme süreci tamamlanır. Bu etkileşimlerin her biri, yüzeyler arasındaki sürtünme ve aşınmanın nasıl gerçekleştiğini anlamada kritik öneme sahiptir (Czichos, 1986).

Takım malzemelerinin çalışma koşulları ve çevresel faktörlere bağlı olarak farklı aşınma türleri meydana gelebilmektedir. Bu nedenle, malzeme ve yüzey işlemleri üzerindeki etkileri değerlendirmek amacıyla birçok farklı aşınma test düzeneği geliştirilmiştir. Seçilen test düzeneklerinin, yüzeylerin gerçek çalışma koşullarını yansıtmaları oldukça önemlidir. Bu koşullar arasında temas sırasında oluşan gerilme, çalışma sıcaklığı, kayma hızı, aşındırıcı yüzeylerin sertliği, kimyasal kararlılık ve ortamın kimyasal özellikleri yer alır. Özellikle kayma ve yuvarlanma temaslı aşınmalarda, bu parametreler test sonuçlarını belirleyen kritik faktörlerdir (Kennedy ve Hashmi, 1998).

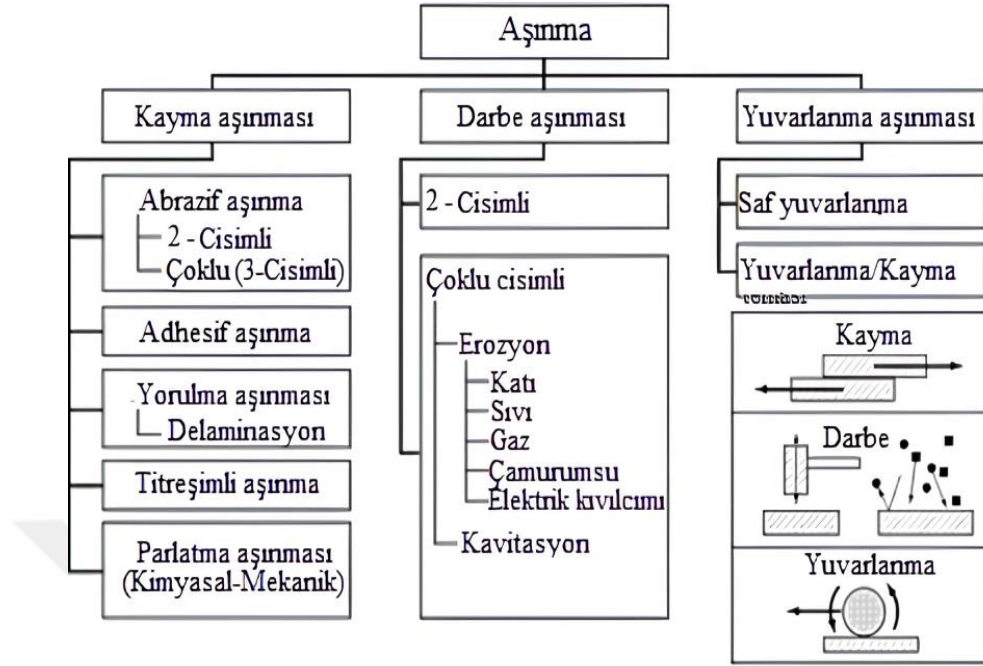
Ticari olarak üretilen kayma ve yuvarlanma temaslı aşınma test düzenekleri çeşitli temas geometrilerinde tasarlanabilir. Kayma aşınma düzenekleri genellikle “pin-on-disk” ve “ball-on-disk” olmak üzere iki farklı geometriye sahip olabilir ve kuru aşınma testleri için bu düzenekler sıklıkla tercih edilmektedir. Şekil 3.30'da aşınma test düzeneklerinin basit

şematik görselleri sunulmuştur. Test sırasında aşındırılacak malzemeye uygun karşıt yüzeyin seçilmesi de önemli bir husustur. Karşıt yüzeyin sertliğinin malzemenin sertliğinden daha düşük olması, sürtünme katsayısı ve aşınma hızı gibi parametrelerin belirlenmesini zorlaştırabilir. Bu nedenle, test düzeneklerinin doğru ve güvenilir sonuçlar verebilmesi için bu faktörlerin dikkatlice değerlendirilmesi gerekmektedir. Test sırasında aşındırılacak malzemeye göre karşıt yüzeyin tayin edilmesi en önemli hususlardan biridir. Karşıt yüzeyin sertliği malzeme sertliğinden daha düşük sertlikte olması sürtünme katsayısı ve aşınma hızı gibi parametrelerin belirlenmesini zorlaştırmaktadır (ASM Handbook, 1998).



Şekil 3.30. Aşınma test mekanizmalarının tipik konfigürasyonları (ASM Handbook, 1998).

Aşınma mekanizmalarının anlaşılması ve analiz edilmesi, aşınma türlerinin doğru bir şekilde sınıflandırılmasını gerektirir. Bu açıdan bakıldığında, aşınma türleri bağlı harekete göre sınıflandırılabilir (Şekil 3.31). Aşınma türlerini kategorize etmek için birçok farklı sınıflandırma tekniği geliştirilmiş olsa da uluslararası çapta kabul görmüş tek bir standart bulunmamaktadır. Ancak mevcut sınıflama yöntemleri, genellikle birbirleriyle önemli derecede benzer özellikler taşıyarak aşınma sürecinin anlaşılmasını kolaylaştırmaktadır (ASM Handbook, 1998). Bu sınıflandırmalar, aşınma testlerinin ve analizlerinin daha etkili bir şekilde gerçekleştirilmesini sağlayarak, malzeme performansını ve yüzey ömrünü optimize etmek için gerekli bilgileri sunar.



Şekil 3.31. Aşınma türlerinin kategorizasyonu (ASM Handbook, 1998).

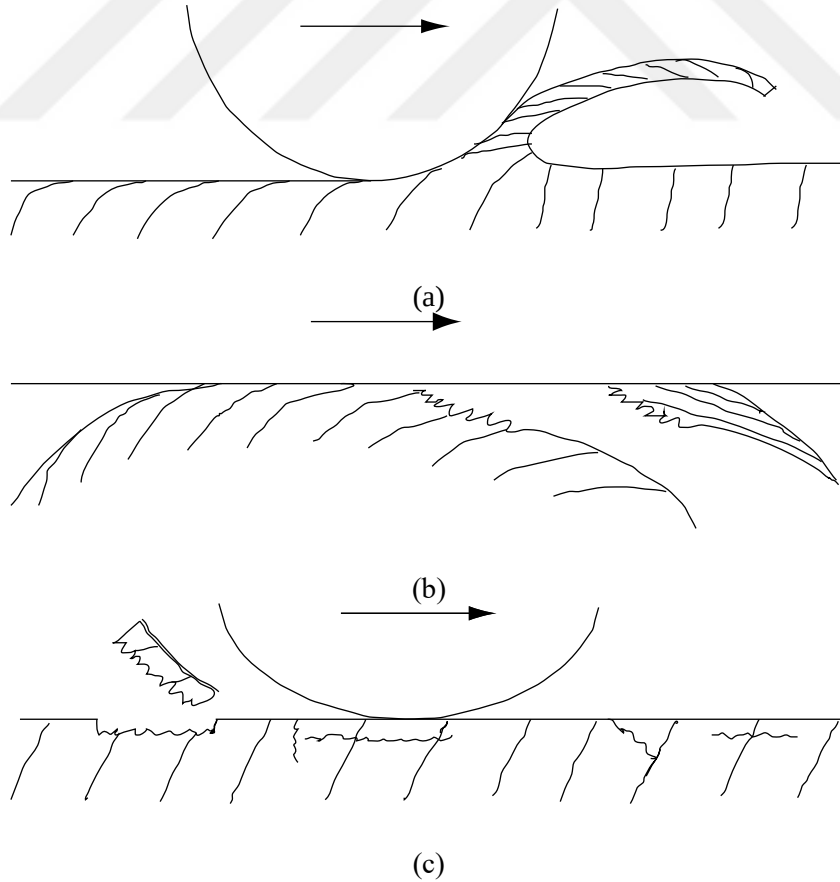
Aşınma parametreleri sınıflandırılırken yuvarlanma, kayma ve darbe aşınması gibi terimler, aşınmaya neden olan bağıl hareket tipine göre ayrılır. Ancak, bu terimler yalnızca aşınmanın türünü tanımlarken, olası aşınma mekanizmalarını açıklamakta yetersiz kalabilir. Bu noktada, mekanik aşınma, kimyasal aşınma ve termal aşınma gibi farklı aşınma mekanizmaları devreye girmektedir (Stachowiak, 2005).

Mekanik aşınma, deformasyon ve kırılma süreçlerinin neden olduğu aşınmayı ifade eder ve genellikle mekanik etkenler sonucu malzeme yüzeyinde meydana gelir. Aşınma, sadece mekanik etkenler tarafından değil, bazen korozyif veya kimyasal olarak aktif ortamların varlığında da gerçekleşebilir. Kimyasal aşınma ise, kimyasal reaksiyonlar sonucu oluşan filmin büyüme hızına bağlı olarak gerçekleşir ve bu film, sürtünme nedeniyle mekanik olarak hızlandırılabilir. Bu tür aşınma genellikle termo-kimyasal aşınma olarak da adlandırılır. Termal (ısıl) aşınma ise, sürtünme nedeniyle yüzeyde meydana gelen ısınma sonucu oluşan hasarı ifade eder ve genellikle yüksek çalışma sıcaklıklarında ortaya çıkar. Ayrıca, sıcaklık farklarından kaynaklanan termal şoklar sonucunda malzemede meydana gelen kırılma gibi hasarlar da termal aşınma türü içinde değerlendirilir (Stachowiak, 2005).

Bu bölümde daha çok kayma aşınması sınıfına dahil olan ve mekanik aşınma mekanizması sonucu oluşan abrazif, adhezif ve yorulma aşınması türleri üzerinde durulacaktır. Bu tür aşınmalar, yüzeylerdeki aşınma süreçlerini anlamak ve bu süreçlerin malzeme performansına etkilerini değerlendirmek açısından önemli bir rol oynamaktadır.

Abrazif aşınma, iki malzeme yüzeyi arasında doğrudan fiziksel temasın sağlanması durumunda, özellikle bir yüzey diğerine göre oldukça sert olduğunda meydana gelir. Sert malzeme yüzeyindeki pürüzlükler zamanla ayrılarak yumuşak yüzeye baskı yapar. Bu baskı, yüzeyler arasındaki teğetsel hareketle birlikte zımpara gibi işlev görerek deformasyona neden olur. Bu mekanizma, sert yüzeyin yumuşak yüzeyde malzeme kaldırmasına yol açar. Abrazif aşınmanın büyüklüğü, aşındırıcı parçacıkların pürüzlülük eğilimi ve aşındırılan malzemenin sertliği ile doğrudan ilişkilidir. Abrazif aşınma, arayüzeylerin türüne bağlı olarak iki cisimli (2D) ve üç cisimli (3D) olmak üzere iki ana şekilde gerçekleşebilir. İki cisimli aşınma, yalnızca iki yüzey arasındaki etkileşimle gerçekleşirken, üç cisimli aşınma iki yüzey arasında sıkışan ve kopan sert partiküllerin etkilerini de içerir. Bu durum, partiküller ve yabancı maddelere (kontaminasyon) bağlı olarak aşınma oranını artırabilir veya azaltabilir. Eğer aşınma sonucu kopan partiküller yüzeyler arasında bir yağlayıcı rolü üstlenerek koruyucu ince filmler oluşturabilirse, aşınma oranı azalabilir (Stachowiak, 2005). Ayrıca, aşınma sırasında iki malzemeye etki eden yükün azaltılması, abrazif aşınma oranını da düşürebilir. Bu, sert yüzeyin yumuşak yüzeye daha az temas etmesini sağlar ve sert yüzeyden kopan partiküller, yumuşak yüzeyde daha az derin oluklar açarak hasar oranını azaltır. Metalin sertliğini artırmak da benzer şekilde aşınma oranını azaltan bir etkiye sahiptir (Ashby ve Jones, 2012). Aşınma türlerinin çeşitli şekillerde ortaya çıkabileceğini ve bu türlerin anlaşılmasını sağlayan görsel bilgileri sağlamak amacıyla Şekil 3.32’de aşınma türlerinin şematik bir görüntüsü sunulmuştur (Stachowiak, 2005). Bu şematik görüntü, farklı aşınma mekanizmalarını ve bu mekanizmaların nasıl birbirleriyle ilişkili olduğunu daha iyi kavrayabilmek için önemli bir referans noktasıdır (Stachowiak, 2005). Adhezif aşınma, iki yüzeyin atomik ölçekte temas etmesi durumunda ortaya çıkar ve bu temas bölgesel yüksek basınç oluşumuna neden olarak yüzey pürüzlülüklerinde plastik deformasyonuna olanak verir. Bu pürüzlülüklerin birbirine yapışmasıyla bir bağlantı oluşturulur. Bu bağlantının kopması, daha yumuşak olan malzeme yüzeyinde hacimsel bir kayba neden olur (Czichos, 1986). Adhezif aşınmada en önemli faktör, iki yüzey arasında sert bir karşıt

yüzey üzerinde ara yüzey transfer filminin oluşma olasılığıdır. Bu film, malzeme yüzeylerinin yapışmasını ve aşınma sürecini etkiler. Sürtünme katsayısı yüksek veya düşük olabilir. Ancak aşınma oranı, büyük ölçüde arayüzey katmanının veya filmin yapışma özelliklerine bağlıdır. Bu nedenle, sürtünme ve aşınma özellikleri filmin kalitesine ve özelliklerine bağlı olarak değişir (Stachowiak, 2005). Farklı metal çiftleri temas halinde olduğunda, adhezif aşınma süreci genellikle iki malzemenin kohezif olarak daha zayıf olan parçacıklarının kohezif olarak daha güçlü olan malzemeye aktarılmasıyla sonuçlanır. Bu durum, adhezif aşınmanın malzemelerin temel hacimsel özellikleriyle sınırlı kalmayıp, çevresel koşullardan ve yabancı partiküllerden de etkilenebileceğini gösterir. Kristal yapı, adhezif aşınma süreçleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Örneğin, hegzagonal sıkı paketli metaller genellikle hacim merkezli kübik veya yüzey merkezli kübik metallere göre daha düşük adhezif aşınma özellikleri sergiler. Bu durum, farklı deformasyon modları ve kristal yapıdaki kayma sistemlerinin sayısı ile ilişkili olarak değerlendirilir (Czichos, 1986).



Şekil 3.32. Aşınma türlerinin şematik görseli; (a) abrazif aşınma, (b) adhezif aşınma ve (c) yorulma aşınması (Stachowiak, 2005).

Yorulma aşınması, malzeme yüzeyinde çevrimli tribolojik yüklemeler altında yüklerin etkisiyle çatlak oluşumu ve ilerlemesi sonucu ortaya çıkan bir aşınma türüdür. Bu aşınma türü, malzeme yüzeyinin doğrudan bir ikinci yüzeyle temas etmediği durumlarda da yüzey içindeki veya altındaki gerilimlerin etkisiyle meydana gelir. Özellikle dönme hareketleri sırasında oluşan gerilim döngüleri, yorulma aşınmasının etkilerini belirginleştirir. Çevrimli yüklemeler, yüzeydeki pürüzlülüklerin kayma hareketi sırasında döngüsel gerilime maruz kalmasına neden olur. Bu durumda gerilim yoğunlaşması açığa çıkar. Sonuç olarak, çatlak oluşumu ve ilerlemesi görülür. Bu da yüzeyde pul benzeri delaminasyonlar ve çukurlaşmalar gibi hasar oluşumlarına neden olabilir (Czichos, 1986).

Kayma hareketi sırasında pürüzlü temas yüzeylerinin alt yüzey bölgelerinde plastik-elastik gerilim alanlarının oluşması ve bu alanlarda çatlakların başlaması ve ilerlemesi söz konusudur. Dislokasyon teorisine dayanarak, çatlakların oluşum ve ilerleme mekanizmaları çeşitlidir. Dislokasyonlar, malzemenin kristal yapısındaki düzensizlikler olarak düşünülebilir ve bu düzensizlikler, çatlakların başlangıcını ve yayılmasını etkileyebilir. Dolayısıyla, yorulma aşınması sürecinin anlaşılması, malzemenin yükleme koşulları ve yüzey pürüzlülüklerinin yanı sıra bu tür mekanik etkileşimleri de içeren geniş bir inceleme gerektirir (Czichos, 1986).

Son yıllarda endüstriyel çalışma ortamlarında takım malzemeleri sürekli olarak mekanik ve ısıl yüklere maruz kalmaktadır. Bu durum, malzemelerin sıcaklık ve yük çevrimlerinden dolayı plastik deformasyon ve ısıl ve mekanik yorulma gibi zorluklarla karşılaşmasına yol açmakta ve neticesinde takım yüzeylerinde ağır hasar meydana gelmektedir. Bu aşamada, takım malzemelerinin hizmet ömrünü uzatmak ve performansını artırmak amacıyla çeşitli yüzey işlem teknikleri uygulanmaktadır. Yüzey işlemleri, malzemelerin tribolojik etkenlere karşı daha dayanıklı hale gelmesini sağlar. Özellikle sıcak iş takım çeliklerinde uygulanan yüzey işlemleri, bu çeliklerin tribolojik koşullara karşı nasıl bir performans gösterdiği açısından önemlidir. Bu bağlamda, yüzey işlemi uygulanmış sıcak iş takım çeliklerinin tribolojik etkenlere karşı verdikleri tepkilere dikkat edilmelidir. Yüzey işlemlerinin, malzemenin aşınma, sürtünme ve genel dayanıklılık özellikleri üzerindeki etkilerini anlamak, takım malzemelerinin ömrünü

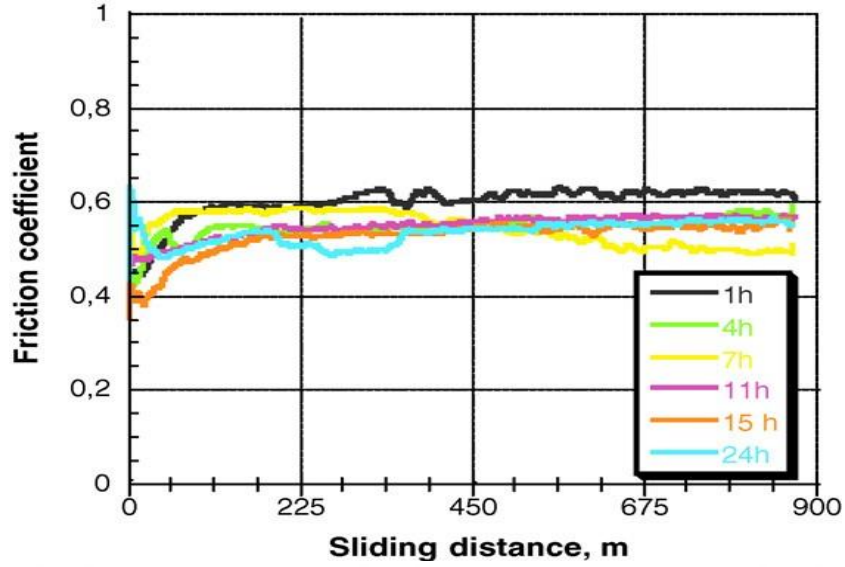
uzatmak ve verimliliğini artırmak için kritik bir adımdır (Adamiak ve Dobrzański, 2008; Rosso ve diğ., 2015).

Nitrasyon işlemi, malzemenin yüzey sertliğini artırarak aşınma direncini ve yorulma ömrünü önemli ölçüde iyileştirmektedir. Bu işlem sırasında, daha önce de belirtildiği üzere, takım malzemesinin yüzeyinden merkeze doğru iki farklı yapı/tabaka (bileşim tabakası ve difüzyon tabakası) oluşur. Bileşim tabakasının aşınma direnci, içeriğindeki ϵ ve γ' fazlarının oranına, sertliğine, tabaka kalınlığına ve çalışma ortamına bağlı olarak değişir. Bileşim tabakasının kalınlığı, işlem süresi ve koşullarıyla doğrudan ilişkilidir. Ayrıca, çalışma ortamındaki sıcaklık ve kimyasal etmenler, bu tabakanın performansını etkileyebilir. Difüzyon tabakası ise bileşim tabakasının hemen altında yer alır ve malzemenin yorulma mukavemetinin artmasına büyük katkıda bulunur. Bu bölgede, ferritik kafes yapısında yüksek miktarda arayer olarak çözünen azot atomlarının bulunması, nitrür çökeltilerinin oluşumuna zemin hazırlar. Nitrür çökeltileri, malzemenin iç yapısında sertleştirici etkiler yaratarak, yorulma mukavemetini artırır ve malzemenin ömrünü uzatır. Nitrasyon sürecinde kullanılan altlık malzemenin mekanik özellikleri, aşınma davranışını önemli ölçüde etkiler. Özellikle, yüksek mukavemet ve süneklik özelliklerine sahip, iyi tavlama direnci gösteren ve orta maliyetli olan yüksek kaliteli sıcak iş takım çelikleri nitrasyon işlemlerinde sıklıkla tercih edilmektedir. Dolayısıyla, yüksek kaliteli çeliklerin kullanımı, nitrasyon işleminin etkinliğini artırır ve malzemenin genel dayanıklılığını iyileştirir (Castro ve diğ., 2007).

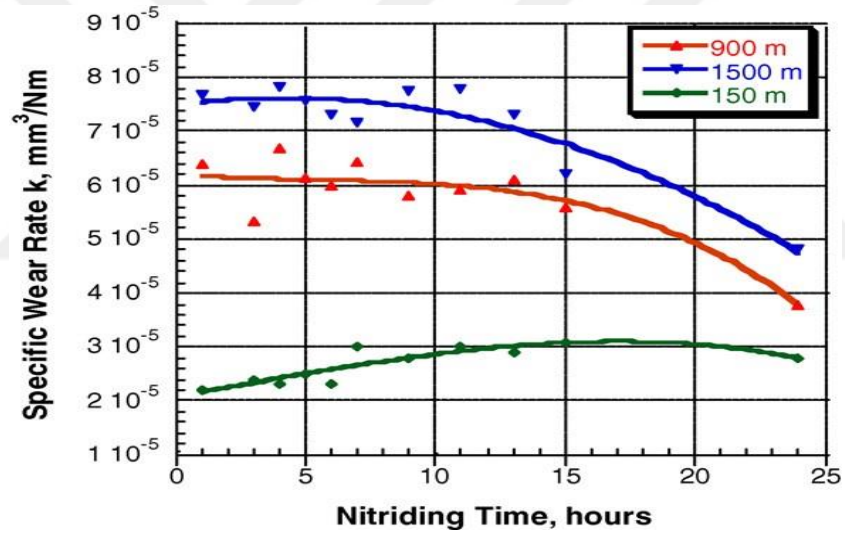
Castro ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada, H13 (0.39C-1.0Si-0.4Mn-4.8Cr-1.3Mo-0.9V, ağırlık %) sıcak iş takım çeliği kullanılarak nitrasyon süresinin aşınma davranışına etkisi incelenmiştir. Bu çalışma için 60x60x15 mm boyutlarında numuneler kesilerek, 1030 °C'de 2 saat östenitleştirme işlemi gerçekleştirilmiştir. Östenitleştirilmiş çelikler 5 bar azot atmosferinde soğutulurak, 550 ve 620 °C'de 2 saat süreyle temperlenmiştir. Isıl işlem ardından gerçekleştirilen nitrürleme işlemleri, kükürt ile aktive edilmiş bir tuz banyosunda yapılmıştır. İşlem basamakları sırasıyla (i) 250 °C'de ön ısıtma, (ii) 580 °C'de 1 ila 24 saat süre boyunca alkali siyanatlar (CNO^-): 36 ± 2 ; alkali karbonatlar (CO_3^{2-}): 19 ± 2 ve siyanür (CN^-): $\leq 0,8$ oluşan ergimiş tuz banyosunda daldırma ve (iii) havada ortamında soğutmadan oluşmaktadır. İlk 7 saatlik nitrasyon süresine kadar herhangi bir bileşim tabaka oluşumu gözlenmezken bu proses süresinden

sonra artan zamana (7-20 saat) bağılı olarak 2-24 μm kalınlığında bileşim tabakalarının oluşumu izlenmiştir. Kalın bileşim tabakasının takım ömrünü olumsuz yönde etkileyebileceği vurgulanmıştır. Aynı zamanda nitrasyon süresine (1-24 saat) bağılı olarak 40-290 μm derinliğinde difüzyon tabakasının varlığı da raporlanmıştır. Çalışmada “pin-on-disk” aşınma düzeneği kullanılarak, nitrürleme süresinin çeliğin aşınma davranışı üzerindeki etkileri de detaylı bir şekilde araştırılmıştır (Castro ve diğ., 2007). Ayrıca, nitrasyon süresi ve kayma mesafesinin bir fonksiyonu olarak yüksek sıcaklık aşınma mekanizmaları da ele alınmıştır. Tribolojik testlerde karşıt malzeme olarak 4 mm çapa sahip alümina bilya kullanılmıştır. Testler 30 N yük altında bilyanın malzeme ile sırasıyla 450, 900 ve 1500 m boyunca etkileşimi sağlanması ile gerçekleştirilmiştir. Sabit bir hızda (0.25 m/s) tamamlanmış ve test sıcaklığı 500 °C olarak belirlenmiştir (Castro ve diğ., 2007).

Şekil 3.33’te farklı sürelerde nitrasyonlanmış çelikler için kayma mesafesine bağılı olarak sürtünme katsayı değişimleri gösterilmiştir. Sürtünme katsayısının 100 m mesafeye kadar kayma mesafesi ile doğru orantılı bir şekilde arttığı, ancak 100 m mesafeden sonra sabit bir değere ($\sim 0,5$) ulaştığı gözlemlenmektedir. Bu artış, esasen yüzey pürüzlülüğü ile ilişkilidir (Şekil 3.33). Farklı sürelerde nitrasyonlanmış çeliklerin farklı mesafelere karşılık spesifik aşınma oranının (k) gösteren bir diyagram Şekil 3.34’te verilmiş olup, değişken toplam etkileşim mesafesine karşılık artan nitrasyon süresine bağılı olarak aşınma oranında bir artış izlemiştir. Özellikle uzun süreli nitrasyon işlemleri sonrası bu aşınma kayıpları artmaktadır. Daha öncesinde de belirtildiği üzere, özellikle 7 saat ve daha fazla nitrasyon sürelerinde yüzeylerde kararlı sert bileşim tabaka varlığı izlenmiş olup, bu tabakada aşınma testi boyunca uygulanan nominal yük altında küçük demir-nitrür parçacıklarına ayrılmakta ve abrazyon aşınma mekanizması nedeniyle sürekli yüzeyden malzeme kaybına neden olmaktadır. Bileşim tabakasının kırılabilirliği büyük ölçüde ϵ/γ faz oranına bağlıdır. Bu faz uyumsuzluğu zayıf arayüzey sınırlarına yol açarak kırılabilirliğe neden olur. Bu nedenle, aşınmaya karşı direnç sağlamak için bu faz oranının tek fazlı bir yapıda elde edilmesi hedeflenmektedir. Öte yandan, nitrürleme süresinin artması, bileşim tabakanın altında bulunan difüzyon bölgesinin kalınlığının da artmasına neden olur. Difüzyon bölgesinin varlığı ve kalınlığı, aşınmaya karşı direnç oluşumunda büyük bir etkiye sahiptir ve aşınma davranışının bileşim tabakanın sertliğinden ziyade difüzyon bölgesinin sertliğine bağılı olduğunu göstermektedir (Castro ve diğ., 2007).

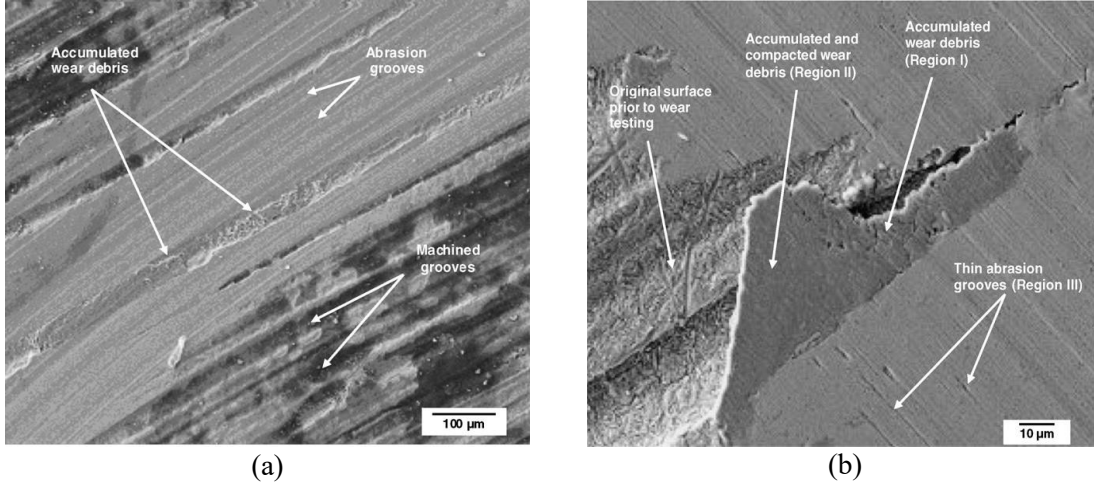


Şekil 3.33. Farklı sürelerde nitrasyonlanmış takım çelikleri için kayma mesafesine bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimi (Castro ve diğ., 2007).



Şekil 3.34. Farklı sürelerde nitrasyonlanmış çeliklerin farklı mesafelere karşılık spesifik aşınma oranları (Castro ve diğ., 2007).

Şekil 3.35'te 1 saat boyunca nitrasyon işlemi uygulanmış ve 150 m boyunca aşındırılmış takım çeliğinin yüzeyine ait taramalı elektron mikroskop görüntüleri verilmiştir. Görüntülerde kayma yönünde oluşmuş aşınma olukları ve plastik olarak deforme olmuş bölgeler belirgin şekilde görülmektedir. Aşınma testi sırasında farklı aşınma bölgelerinin oluşumu da izlenebilmektedir. Aşınma yüzeylerinde; (i) oluk benzeri abrasif çizilmeler, (ii) oluklar arasında debrilerin yığılması, (iii) yüzeyden ayrılan/ayrışan parçalarının (partiküllerin) test boyunca malzeme yüzeyine yapışması ve bu yapışma tabakasının plastik deformasyonu izlenmektedir (Castro ve diğ., 2007).

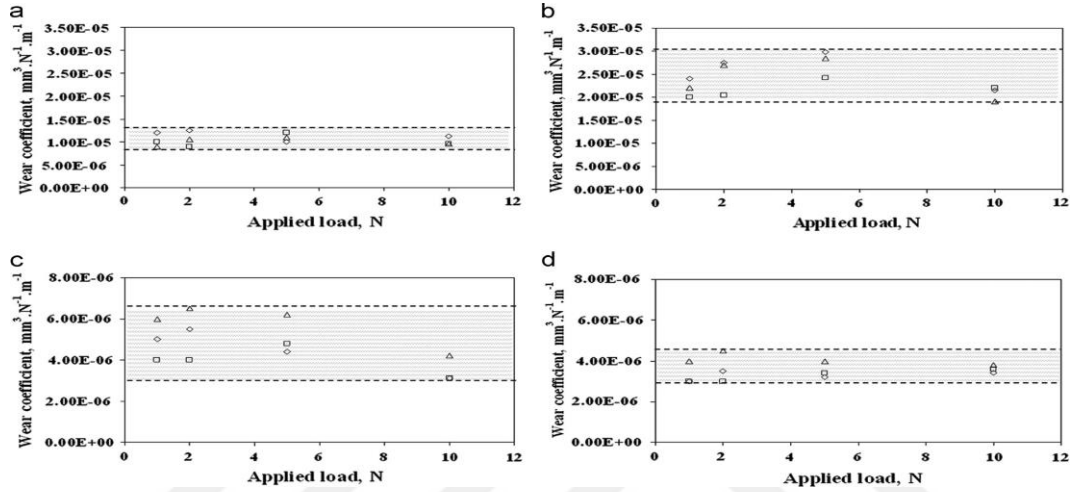


Şekil 3.35. (a) 1 saat nitrülenmiş ve 150 m'lik bir kayma mesafesi boyunca test edilmiş çelikte genel aşınmayı gösteren ve (b) aşınma mekanizmalarının anlaşılmasını sağlayan yüksek büyütme görüntüleri (Castro ve diğ., 2007).

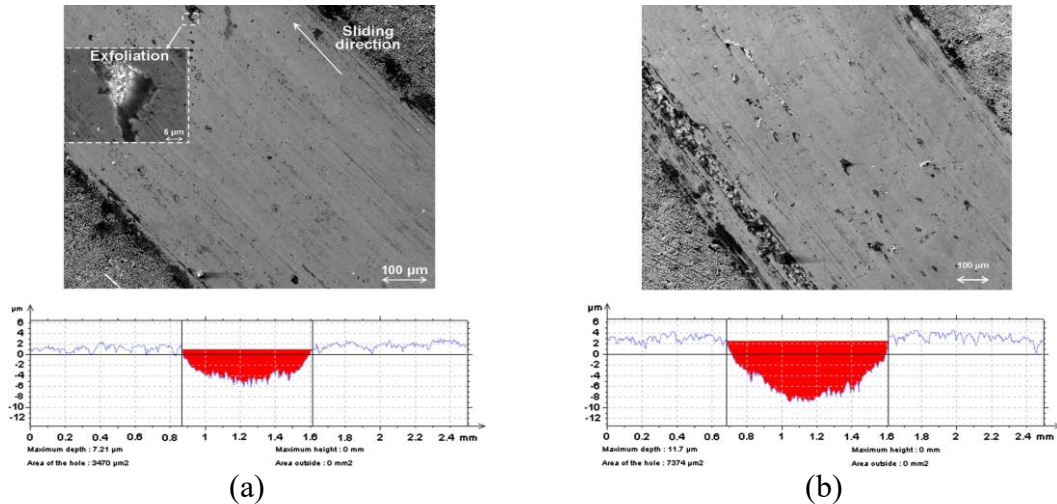
Daha öncesinde belirtildiği üzere nitrokarbürizasyon işlemi nitrasyona benzer şekilde takım malzemelerinin yüzey sertliğini artırmak ve yüzeylerin abrazif aşınma ile termal yorulmaya karşı direncini geliştirmek için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Nitrokarbürizasyon işlemi, kayma veya yuvarlanma sürtünmesine maruz kalan çalışma koşullarında tribolojik performansı iyileştirmek amacıyla nihai termo-kimyasal işlem olarak da uygulanmaktadır (King ve diğ., 2005b).

Karamboiki ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada, AISI H13 sıcak iş ve Cr-Mo-V soğuk iş takım çeliklerine öncelikle konvansiyonel ısıt işlemler uygulanarak farklı matris sertlikleri (40, 45 ve 50 HRC) elde edilmiş ve sonrasında nitrokarbürleme işlemi uygulanarak bu çeliklerin tribolojik davranışları incelenmiştir. Nitrokarbürleme işlemi sonrası her iki çelik yüzeyinde 10-15 μm kalınlığa sahip çatlak içermeyen bir bileşim tabakası oluşturulmuştur. Bu tabakanın hemen altında ise belirli bir derinlikte ($\sim 105 \mu\text{m}$) difüzyon tabakası da bulunmaktadır. Yüzeyleri modifiye edilen çeliklerin alumina karşıt malzeme ile değişken nominal yük (1, 2, 5 ve 10 N) altında etkileşimi sağlanmış ve malzemelere özgü aşınma katsayısı değişimleri izlenmiştir. Şekil 3.36'da uygulanan normal yükün bir fonksiyonu olarak aşınma katsayısının değişimleri verilmiştir. Tespit edilen aşınma katsayıları H13 takım çeliğinin Cr-Mo-V çeliğine kıyasla test koşullarında daha dirençli olduğuna ve özellikle nitrokarbürizasyon ile bu direncin arttırılacağına işaret etmektedir Şekil 3.37'de farklı yükler (5 ve 10 N) altında test edilen nitrokarbürize edilmiş Cr-Mo-V çeliğinin yüzeylerinde oluşan aşınma izlerini ve bu izlere ait

profilometrik projeksiyonları göstermektedir. Aşınma yüzeylerinde sıg ve bölgesel abrazif çizikler ve dađınık, rastgele pul pul dökölme bölgeleri mevcuttur. İzlerin genişliđi ve derinliđi dikkate alındıđında, artan yük ile birlikte daha fazla aşınmanın gerçekteştiđi açıktır. Çalışma esas itibari ile yüzey işlemleri uygulaması ile test edilen çeliklerde aşınma katsayılarının önemli ölçüde azaltılabileceđini ortaya koymaktadır (Karamboiki ve diğ., 2013).



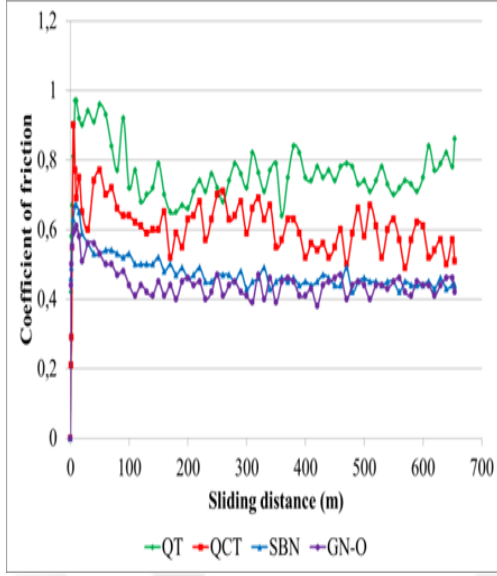
Şekil 3.36. Uygulanan normal yük, çelik grubu ve ısı + yüzey işlemlerinin bir fonksiyonu olarak aşınma katsayısının değışimi: (a) Isıl işlem uygulanmış AISI H13, (b) Isıl işlem uygulanmış Cr-Mo-V, (c) Isıl ve yüzey işlem uygulanmış AISI H13, (d) Isıl ve yüzey işlem uygulanmış Cr-Mo-V çeliđi (□:40 HRC, ○:45 HRC, Δ: 50 HRC) (Karamboiki ve diğ., 2013).



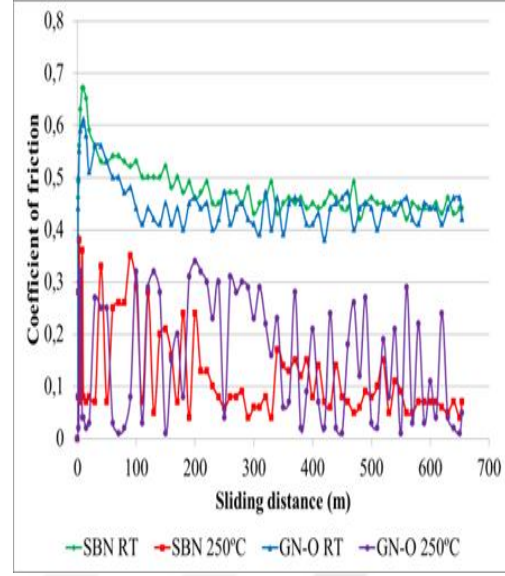
Şekil 3.37. Farklı nominal yük altında aşındırılmış Cr-Mo-V çeliđi için yüzeyde meydana gelen aşınma izi ve ize ait profilometrik projeksiyonlar; (a) 5 N ve (b) 10 N (Karamboiki ve diğ., 2013).

Oksidasyon işlemi, özellikle nitrasyon işleminin ardından uygulandığında, takım malzemelerinin aşınma direncini artırmada önemli bir rol oynamaktadır. Bu süreç genellikle nitrasyonun ardından post oksidasyon olarak bilinen ikinci bir işlem olarak gerçekleştirilir. Post oksidasyon, nitrülenmiş katmanın üzerine oksitlenmiş bir tabaka ekleyerek yüzeyinde daha dayanıklı ve homojen bir oksit tabakası oluşmasını sağlar ve yüzeyin özelliklerini daha da iyileştirmeyi amaçlar. Bu işlem, yüzeydeki mikro gözenekleri doldurarak ve çatlakların yanı sıra çukurların başlangıcını ve büyümesini önemli ölçüde engelleyerek malzemenin performansını ve korozyon direncini artırır, ayrıca oksit tabakası, aşınma sırasında sürtünme katsayısını azaltarak aşınma direncini artırır. Bu durum özellikle aşınma koşullarında malzemenin dayanıklılığını önemli ölçüde iyileştirir. Genellikle yüksek sıcaklık ve aşınma koşullarında bu tür işlemler, takım malzemelerinin ömrünü önemli ölçüde uzatmaktadır (Pérez ve diğ., 2016).

Pérez ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada AISI H13 çeliğine uygulanan gaz nitrasyon ve sonrasında oksidasyon işleminin aşınma davranışı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Çalışma kapsamında konvansiyonel ısıtım işlemi uygulanmış (QT), kriyojenik işlem uygulanmış (QTC), tuz banyosunda nitrokarbürleşmiş (SBN) ve nitrasyonu takiben oksitlenmiş (GN-O) H13 sıcak iş takım çeliklerin sertleştirilmiş AISI 52100 çeliği ile 30 N yük altında oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklıkta (250 °C) tribolojik etkileşime maruz bırakılmıştır. Metalurjik karakterizasyon çalışmaları; (i) nitrokarbürleşme işlemi ile yüzeyde bir beyaz tabaka ve bu tabakanın hemen altında 180 µm derinliğinde bir difüzyon tabakasının oluştuğunu, (ii) nitrasyon ve sonrasında yapılan oksidasyon ile 6 µm kalınlığında bir oksit tabakasının ve bu tabakanın hemen altından başlayarak içeri doğru kararlı 180 µm derinliğinde bir difüzyon tabakasının oluştuğunu ortaya koymuştur. Bu çeliklerin farklı sıcaklıklarda yapılan aşınma testlerinde birbirine rağbet eden sürtünme katsayısı ve aşınma kayıp değişimleri de izlenmiştir. Şekil 3.38'den de görüleceği üzere, yüzey işlemleri ile konvansiyonel ısıtım işlemi uygulanmış çeliğe kıyasla daha düşük sürtünme katsayılarına ulaşılmıştır. Özellikle artan test sıcaklığı ile birlikte yüzey işlemi uygulanmış çeliklerde en düşük sürtünme katsayıları izlenmiştir. Şekil 3.39'da test edilen çeliklerin yüzeyinde var olan aşınma izlerine ait taramalı elektron mikroskop görüntüleri verilmiştir. Tüm çeliklerin yüzeylerinde baskın aşınma mekanizması adhezif aşınma olsa da bölgesel olarak abrazif izleri görmek mümkündür (Pérez ve diğ., 2016).

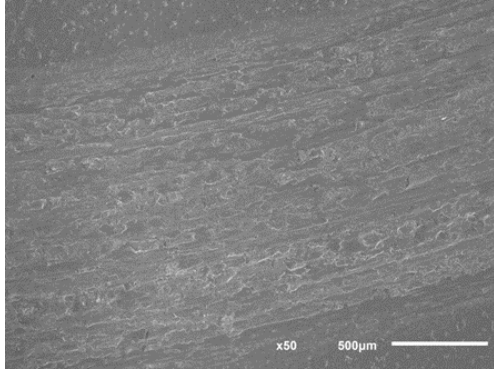


(a)

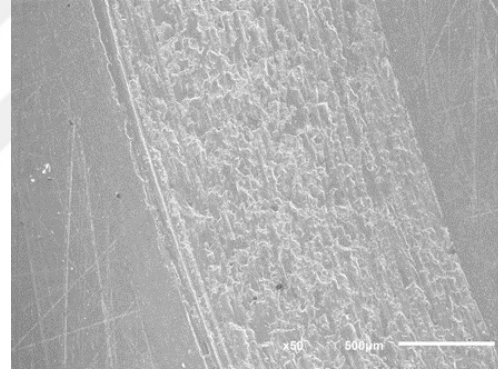


(b)

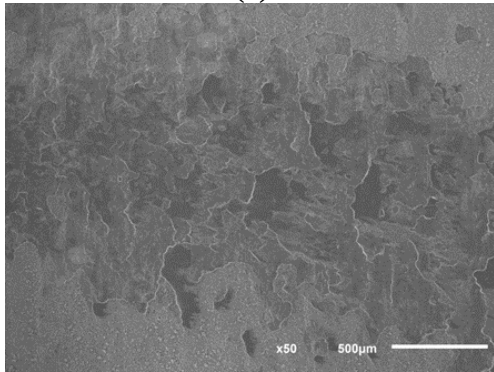
Şekil 3.38. Değişken proseslenmiş ve değişken sıcaklıklarda test edilmiş H13 takım çeliklerine ait kayma mesafesine bağlı sürtünme katsayısı değişim diyagramları; (a) oda sıcaklığı ve (b) 250 °C (Pérez ve diğ., 2016).



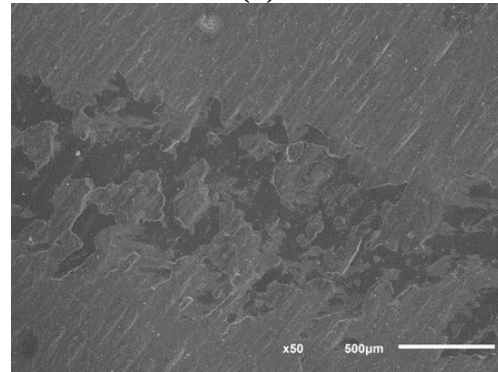
(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 3.39. Farklı proseslenmiş ve aşındırılmış H13 takım çeliklerinin yüzeyinde var olan aşınma izlerini gösteren taramalı elektron mikroskop görüntüleri; (a) QT, (b) QTC, (c) SBN, (d) GN-O (Pérez ve diğ., 2016).

4. MALZEME VE YÖNTEM

4.1. Malzeme Tanıtımı

Tez çalışması kapsamında kullanılan altlık malzeme tipik bir sıcak iş takım çeliği olup, malzeme Voestalpine High Performance Metal A.Ş. firması tarafından tedarik edilmiştir. Tedarikçi tarafından malzeme için beyan edilen kimyasal kompozisyon Tablo 4.1’de verilmiştir. Seçilen sıcak iş takım çeliği (X38CrMoV5-3) vakum yeniden ergitme yöntemi ile üretilmiş olup, bu tür bir malzeme yüksek temper direncine ve yüksek ısıl yorulmaya sahiptir. Malzemenin standart özellikleri arasında tipik bir sıcak iş takım çeliği olarak; yüksek tokluğa ve sünekliğe, yüksek aşınma direncine, yüksek sıcak sertliğe sahip olduğu söylenebilir. Sahip olduğu bu özelliklerinden dolayı ekstrüzyon kalıplarında, sıcak ve yarı sıcak dövme kalıplarında, düşük/yüksek basınçlı döküm kalıplarında ve makina imalat endüstrisine yönelik birçok makina parçasında sıklıkla tercih edilmektedir (URL-1).

Tablo 4.1. Altlık malzeme olarak kullanılan sıcak iş takım çeliğine ait kimyasal kompozisyon (ağ.-%) (URL-1).

Kimyasal kompozisyon (ağ.-%)					
C	Si	Mn	Cr	Mo	V
0.38	0.20	0.25	5.00	2.80	6.50

4.2. Isıl İşlem ve Yüzey İşlem Uygulamaları

Tedarik edilen sıcak iş takım çeliği üzerine konvansiyonel ısıl işlem uygulamaları gerçekleştirilmiştir. Bu süreçte, tedarikçi firmanın gelişmiş altyapısı kullanılarak östenitleştirme, su verme ve temperleme işlemleri yapılmıştır. Numuneler, 15x15x15 mm boyutlarında kesilmiş olup, yüzeyler standart metalografik işlemlerle hazırlanarak uygun hale getirilmiş ve sonrasında ısıl işlem basamakları uygulanmıştır. Numuneler öncelikle 650-850 °C sıcaklık aralığına ön ısıtılmıştır. Östenitleştirme işlemi ise 1010 °C sıcaklıkta 20 dakika tutma ile gerçekleştirilmiş olup, çeliğin soğutulması hava ortamında yapılmıştır. Temperleme işlemi 580 °C sıcaklıkta üç kez 2 saat tutma ile gerçekleştirilmiştir. Konvansiyonel ısıl işlemleri takiben yüzey işlemleri uygulamasına geçilmiş olup, öncelikle yüzeyler bilyalı dövme işlemi ile mekanik olarak işlenmiştir.

Bilyalı dövme işlemi, esasen iki kademedede gerçekleştirilmiştir. Birinci aşamada, 90-125 µm boyutta alumina (9 Mohs) esaslı bilyaların çelik yüzeyine 30 cm mesafeden 10 inç karbür nozülünden 6-8 bar basınç ile püskürtülmesi sağlanmıştır. İkinci aşamada ise yaklaşık sertliği 30-45 HRC olan 1.0-1.4 mm boyutlarında paslanmaz çelik bilyaların (S100) 1 dakika yüzeye püskürtülmesi sağlanmıştır.

Mekanik yüzey işlemleri sonrası takım çeliği yüzeyinde iki farklı termo-kimyasal işlem ile tüm yüzey mühendisliği işlemleri tamamlanmıştır. Termo-kimyasal işlemlerden biri nitrokarbürizasyon olup, bu proses kendi içerisinde çoklu işlemler içerebilmektedir. Nitrokarbürleme prosesinde ön oksidasyon işlemi için proses parametreleri 380 °C sıcaklıkta 1 saat tutma olarak belirlenmiştir. Ön oksidasyon işlemi 4 m³/h sabit hava debisinde gerçekleştirilmiştir. Ön oksidasyon işlemi sonrasında takım çeliği KN 1.5 koşulunda 570 °C sıcaklıkta 5 saat süre boyunca % 95 NH₃ ve % 5 CO₂ gaz karışımına maruz bırakılmıştır. Takım çelikleri nitrokarbürleme prosesi sonrasında 450 °C sıcaklığa kadar 6 m³/h amonyak debisi ve 3 m³/h azot debisi atmosferinde soğutulmuştur. Bu işlemi takibinde ise 80 °C sıcaklığa kadar azot ortamında soğutma gerçekleştirilmiştir. Yapılan nitrokarbürleme işlemi sonrasında 0.15 mm nitrasyon derinliği ve 8-10 µm beyaz tabaka kalınlığı hedeflenmiştir. Ayrıca 1000 - 1200 HV₁ yüzey sertlik değerlerine ulaşılması beklenmektedir.

Takım çeliğine uygulanan bir diğer yüzey işlemi ise esasen birbirini takip eden iki işlemi (nitrasyon ve oksidasyon) içermektedir. Nitrasyon prosesinde ön oksidasyon işlemi 400 °C sıcaklıkta 1 saat tutma ile gerçekleştirilmiştir. Bu aşamada ön oksidasyon işlemi 4 m³ sabit hava debisinde gerçekleştirilmiştir. Ön oksidasyon işlemi sonrasında malzemeler KN 2 koşulunda 520 °C sıcaklıkta 30 dakika boyunca parçalanmış amonyakın sağlamış olduğu azot atmosferine maruz bırakılmıştır. Yapılan nitrasyon işlemi ile beyaz tabaka oluşmaksızın 0.02 mm kalınlığında difüzyon tabakasının eldesi hedeflenmiştir. Nitrasyon prosesi sonrasında ise post (ileri) oksidasyon işlemi uygulanmıştır. Post oksidasyon işlemi 520 °C sıcaklıkta, 90 dakika sürede ve 3 m³/h saf su debisi ile gerçekleştirilmiş olup, bu işlem ile yüzeyde 2-3 µm kalınlığında Fe₂O₃ ve Fe₃O₄ bileşiminde demir oksit tabakasının (~ 2 µm) oluşumu hedeflenmiştir. Post oksidasyon işleminden sonra 80 °C sıcaklığa kadar azot ortamında soğutma gerçekleştirilmiştir.

4.3. Mikroyapısal ve Mekanik Karakterizasyon

Yüzey işlemi uygulanmış çeliklerin yüzey karakterizasyonunda başlangıçta taramalı elektron mikroskobu (Zeiss Evo 5) kullanılarak kaplama karakteristiği incelenmiştir. Aynı zamanda X-ışın difraktometresi (XRD, Rigaku Ultima +) ile yüzeydeki fazların analizi yapılmıştır. XRD analizlerde Cu-K α radyasyonu kullanılarak 25-100 ° açı aralığında 1 °/dak.'lık bir hızla tarama yapılmıştır. Yüzey işlemleri sonrası çeliklerden hassas kesme (Mikrotest, Multicut Sense) ile kesitler elde edilmiş olup, kesitler standart metalografik işlemler ile hazırlanmıştır. Metalografik olarak numune hazırlama aşamasında öncelikle kesitler iletken bakalit ile kalıplanmıştır ve sonrasında yüzeyler zımparalanmıştır. Bu aşamada sırası ile 320, 600, 1000 mesh SiC esaslı zımpara kağıtları kullanılarak yüzeyler zımparalanmıştır. Yüzeylerin nihai parlatılmasında ise 3 µm'lik elmas pasta kullanılmıştır. Dağlama işleminde % 3 Nital çözeltisi kullanılarak metalurjik yapıların açığa çıkarılması sağlanmıştır. Mikroyapısal bileşenlerin incelenmesi aşamasında hem ışık mikroskobundan (IM, Olympus BX41M-LED) hem de taramalı elektron mikroskobundan (SEM, Jeol JSM 6060) yararlanmıştır. SEM incelemelerinde fazların elementel analizi ise enerji dağılımlı X-ışın spektrometresi (EDS, IXRF) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Mekanik karakterizasyon olarak yüzey işlem uygulanmış çeliklerde hem yüzeyde hem de kesitte sertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Yüzey ve kesit sertlik ölçümleri (Encotest Durascan 70) sertlik ölçüm cihazı kullanılarak, yüzey ölçümleri 50 g yük altında çoklu ölçümler eşliğinde yapılmıştır. Öte yandan kesitte sertlik taramasında 10 g yük kullanılarak yüzeyden merkeze doğru belirli aralıklarda ölçümler gerçekleştirilmiştir. Çoklu ölçümler sonrası aritmetik ortalamalar ve standart sapmalar belirlenmiş ve nihai sertlik datası olarak değerlendirilmiştir.

4.4. Tribolojik Testler

Yüzeylerin tribolojik karakterizasyonunda öncelikle oda sıcaklığı kuru sürtünme testleri gerçekleştirilmiş olup, bu testler “ball-on-disc” tribometre (Nanovea) düzeneğinin kullanımı ile tamamlanmıştır. Oda sıcaklığı aşınma testlerinde karşıt malzeme olarak 3.5 mm çapa sahip alumina bilyalar kullanılmıştır. Testler 10 N yük altında bilyanın malzeme ile 150 m boyunca etkileşimi sağlanması ile gerçekleştirilmiştir. Testler sabit bir hızda

(0.08 m/s) tamamlanmıştır. Test öncesi ve sonrası ağırlık ölçümleri yapılarak aşınmaya bağlı malzeme kaybı takip edilmiştir. Testler sonrası yüzeyde oluşan aşınma izleri IM ve SEM incelemeleri ile karakterize edilmiştir. Özellikle IM çalışmaları ile izlerin genişlikleri çoklu ölçümler ile belirlenmiştir. Hesaplanan ortalama iz genişliği ve test parametreleri kullanılarak Eşitlik 4.1’de verilen formül ile hacimsel kayıp (V) belirlenebilmiştir. Belirlenen hacimsel kaybın, uygulanan nominal yük (N) ve toplam sürtünme mesafe (m) çarpımına bölünmesi ile spesifik aşınma oranı (W_r) hesaplanmış olup, birimi $\text{mm}^3/\text{N.m}$ ’dir (Bhushan, 2001). Yüzeylerde aynı zamanda 3D profilometrik (Nanovea, PS50) ölçümlerde gerçekleştirilmiş ve seçilen iz genişliklerine ait hacimsel kayıplar hesaplanabilmektedir. Aynı şekilde hacimsel kayıp üzerinden aşınma oranı da hesaplanabilmektedir.

$$W_r = V / N . m \quad (4.1)$$

Aşınmada oluşan kayıp hacim kullanılan test düzeneğine bağlı olarak, Amerikan Test ve Materyalleri Topluluğu (ASTM) standartlarında kullanılabilecek eşitlikler ifade edilmiştir. “Ball-on-disc” tipi bir düzenek için karşıt malzeme ile temas eden yüzeyde oluşan hacim kaybı ASTM G133-05 standardına göre Eşitlik 4.2 kullanılarak belirlenmektedir. Burada R; aşınma izi yarıçapı, d; aşınma izi genişliği, r; bilya yarıçapını ifade etmektedir (ASTM G133-05, 2010). Karşıt malzeme olarak kullanılan bilyada oluşan hacimsel kayıp ise Eşitlik 4.3 ve 4.4 kullanılarak hesaplanabilmektedir (ASTM G99-05, 2010).

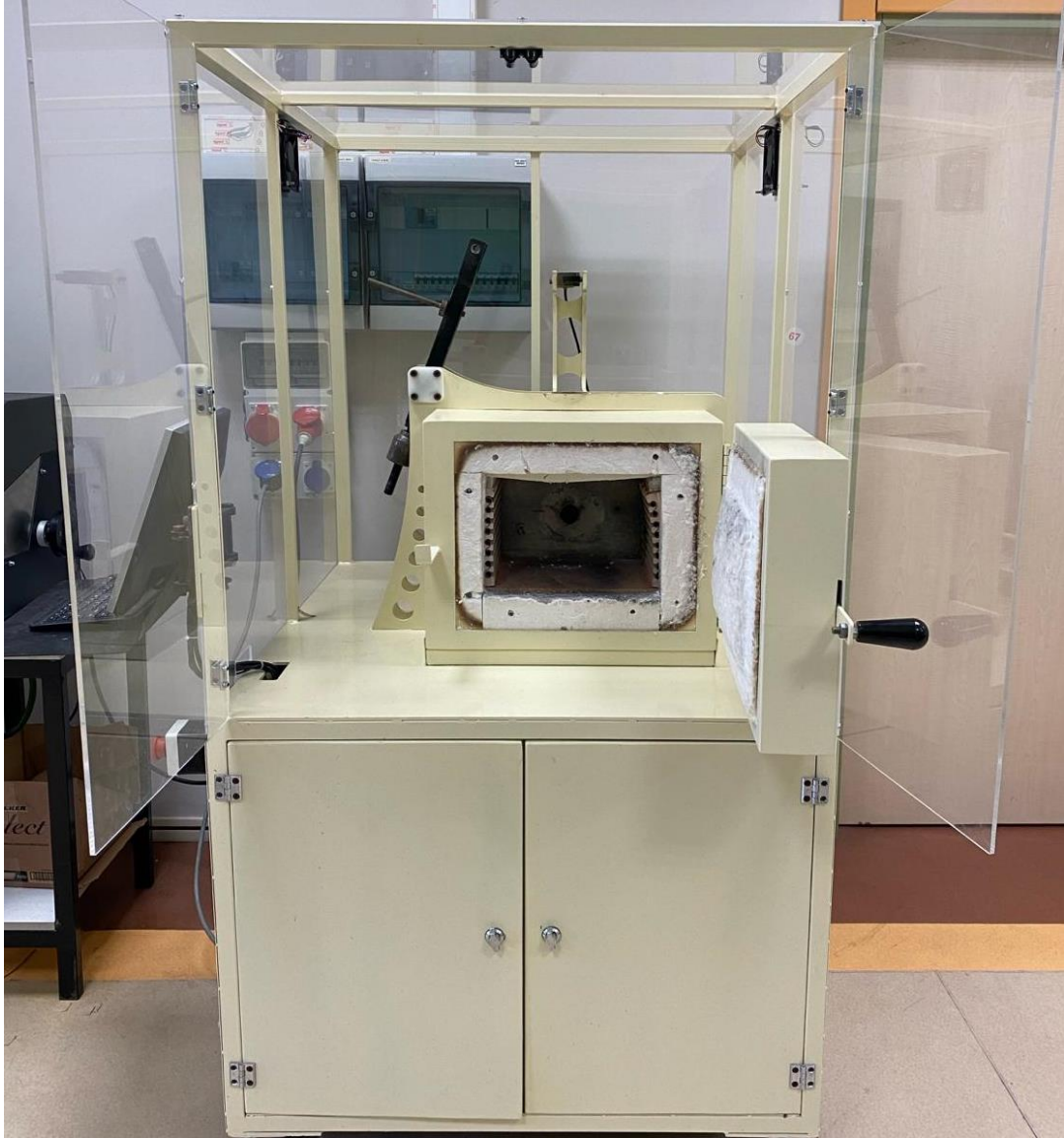
$$V = 2\pi R[r^2 \sin^{-1}(d/2r) - (d/4) \cdot (4r^2 - d^2)^{1/2}] \quad (4.2)$$

$$V = (\pi h/6)[3d^2/4 + h^2] \quad (4.3)$$

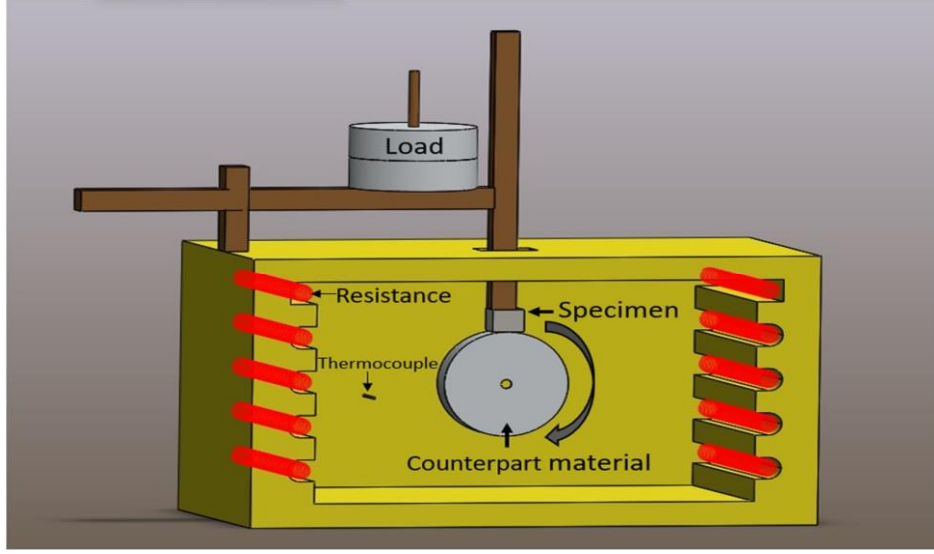
$$h = r - (r^2 - d^2/4)^{1/2} \quad (4.4)$$

Bir sonraki aşama olan yüksek sıcaklık aşınma testleri, Kocaeli Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümü, yüksek sıcaklık test laboratuvarında bulunan ticari ve

konvansiyonel olmayan “block-on-cylinder” test düzeneğinde gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.1 ve Şekil 4.2’de sırasıyla test cihazına ait görsel ve şematik çizim gösterilmektedir (Aktaş Çelik, 2024). Yüksek sıcaklık aşınma testinde karşıt malzeme olarak silindirik geometriye sahip (ϕ 100 mm x 30 mm) ebatlarında AA6080 alaşımı kullanılmıştır. Aşınma testlerinde 70 N yük ve 0.27 m/s dönme hızı altında 450 °C sıcaklıkta karşıt malzeme ile 500 m boyunca numunelerin etkileşimi sağlanmıştır. Test sonrası kayma mesafesinin fonksiyonu olarak sürtünme katsayısı (Coefficient of Friction, COF) diyagramları elde edilmiştir. Aşınma izlerinin karakterizasyonu aşamasında IM ve SEM görüntülemeleri yapılmıştır.



Şekil 4.1. Yüksek sıcaklık “block-on-cylinder” tipi test düzeneği.

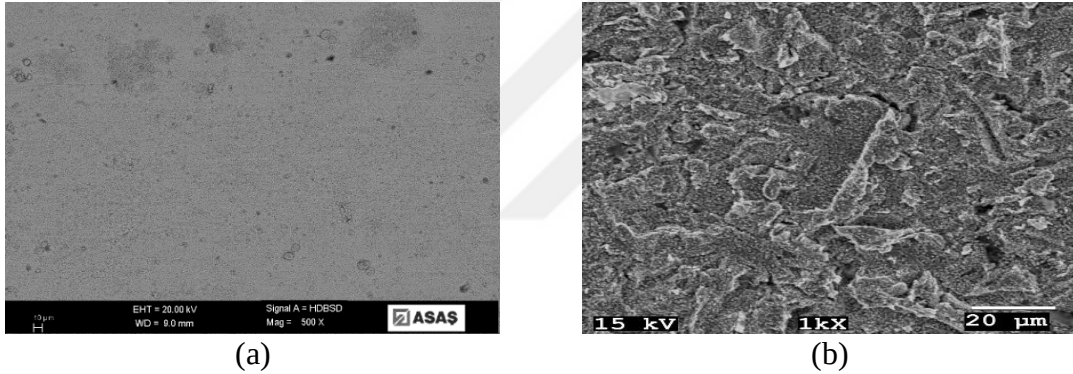


Şekil 4.2. Yüksek sıcaklık aşınma konfigürasyonunu gösteren şematik çizim (Aktaş Çelik ve diğ., 2024).

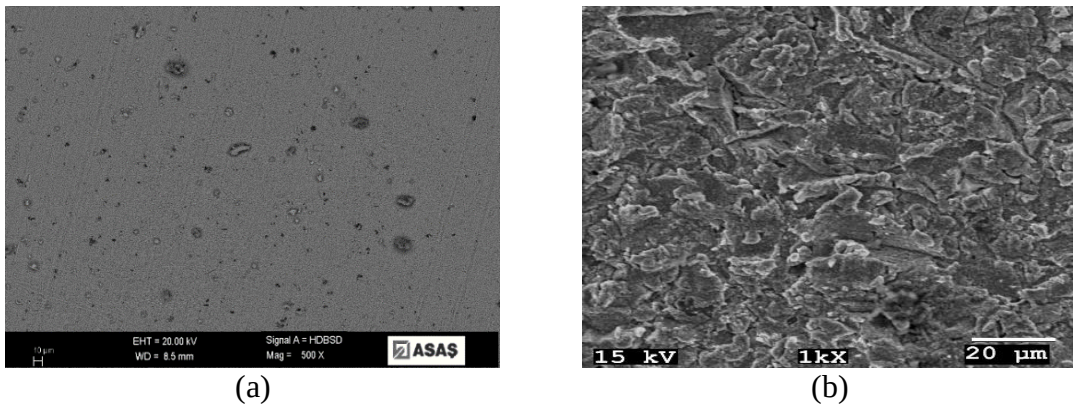
5. BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1. Yüzeyde ve Kesitte Metalurjik Bulgular

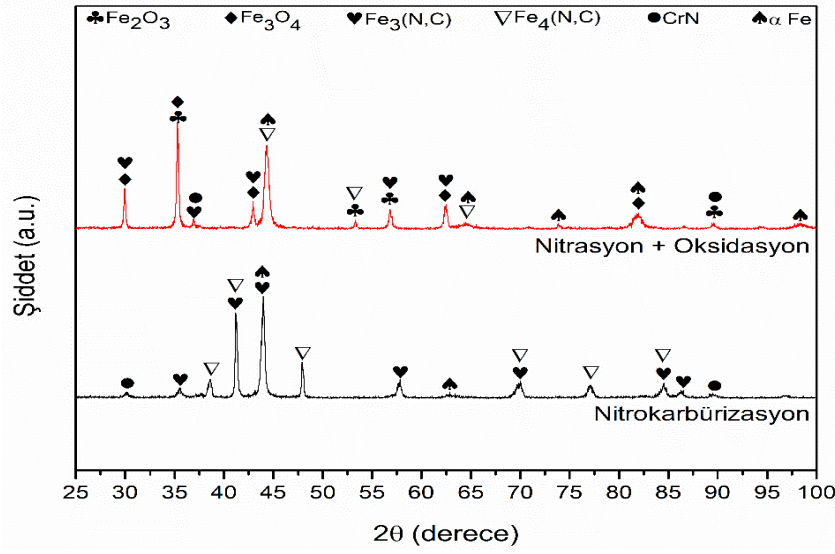
Şekil 5.1 ve Şekil 5.2’de farklı yüzey işlemleri uygulanmış çeliklere ait SEM görüntüleri verilmiştir. Yüzey SEM incelemeleri çelik yüzeylerinde homojen ve sürekli bir faz yapısının olduğunu göstermiştir. Yüzeyler üzerine yapılan XRD analizleri yüzeyde var olan fazların belirlenmesine katkı vermiştir. Şekil 5.3’te elde edilen XRD datası verilmiş olup, nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış çelik (NC) yüzeyinde ϵ -Fe₃(N,C) ve γ -Fe₄(N,C) gibi bileşim tabakası (BT) fazları ve kromun azota olan yüksek afinitesinden dolayı CrN gibi bir nitrür fazı oluşabilir (Psyllaki ve diğ., 2002). Nitrasyonu takiben yapılan oksidasyon işlemi (NO) ile de çelik yüzeyinde Fe₂O₃ ve Fe₃O₄ gibi demir oksit fazları oluşmuştur.



Şekil 5.1. Nitrokarbürizasyon uygulanmış çeliğin yüzeyine ait SEM görüntüleri; (a) yüzey genel görünümü ve (b) daha yüksek büyütmede yüzey görünümü.



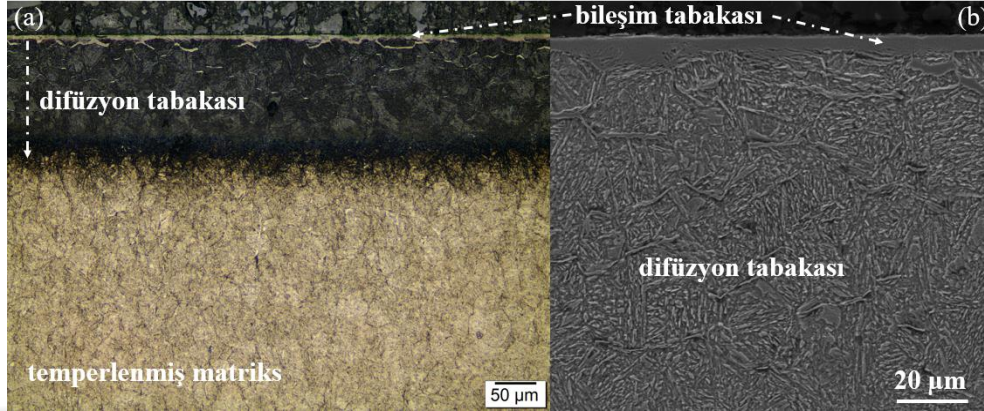
Şekil 5.2. Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış çeliğin yüzeyine ait SEM görüntüleri; (a) yüzey genel görünümü ve (b) daha yüksek büyütmede yüzey görünümü.



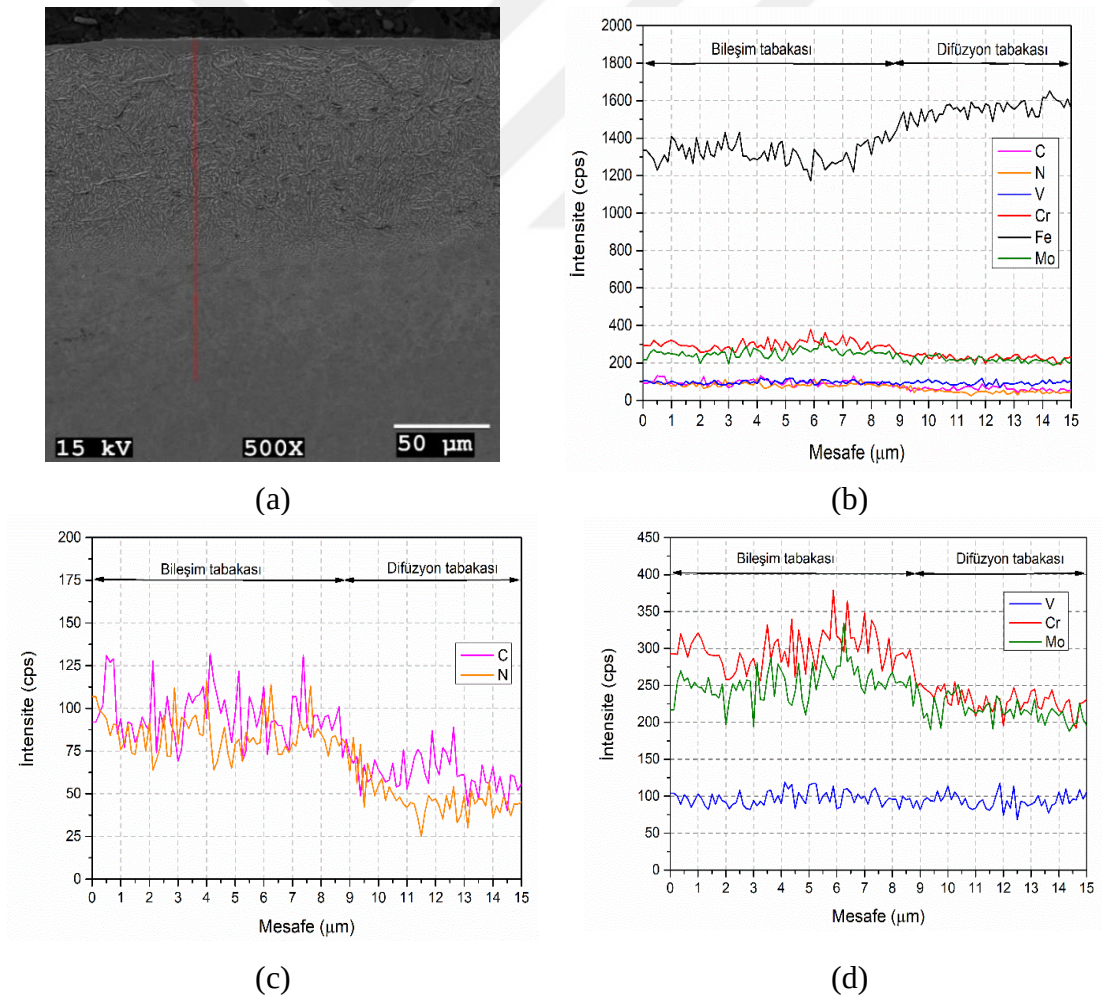
Şekil 5.3. Farklı yüzey işlemi uygulanmış çeliklere ait XRD datası.

Şekil 5.4'te nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin kesitine ait IM ve SEM görüntüleri verilmiştir. Uygulanan konvansiyonel ısıtıl işlem sonrası takım çeliğinin metalurjik yapısı temperlenmiş martenzit içermektedir. Nitrokarbürizasyon sürecinde takım çeliğinin yüzeyinden içeri doğru karbon ve azotun difüzyonu sağlanmakta böylece çelik kesitinden de görüleceği üzere yüzey işlemi karbon ve azot içeriğinde bir matriksi oluşturmaktadır. Yüzeyde ~ 8 µm kalınlığında bir bileşim tabakası ve hemen altında ~ 120 µm derinliğinde bir difüzyon tabakası başarılı bir şekilde oluşturulmuştur. Şekil 5.5a'da verilen SEM görüntüsü üzerinde yüzeyden içeri doğru belirli bir hat boyunca EDS çizgi analizi yapılmış olup, bazı elementlerin kesitte profilleri açığa çıkarılmıştır. Şekil 5.5b'den de görüleceği üzere, kesitte hem bileşim tabakasına hem de difüzyon tabakasına ait geçiş profilleri yansıtılmıştır. Buna göre özellikle demirin bileşim tabakasında difüzyon tabakasına kıyasla nispeten daha düşük bir konsantrasyonda bulunduğu açıktır. Nitrokarbürizasyon prosesinde yüzeyden içeri doğru belirli bir konsantrasyonda azot ve karbonun difüzyonu esastır. Şekil 5.5c'de verilen profil bu tür bir difüzyon eğiliminin varlığına işaret etmektedir. Öte yandan Şekil 5.5d'de verilen profil dikkate alındığında, bileşim tabakasında hem krom hem de molibden difüzyon tabakasına kıyasla daha yüksek bir konsantrasyonda yer almaktadır. Nitrokarbürizasyon sürecinde altlık malzeme kimyasal kompozisyonunda bulunan bu iki element seçilen proses koşullarında yüzeye doğru (dışarıya doğru) bir difüzyon eğilimi sergilemiştir. Yüzeyden merkeze doğru mikroyapı bileşenlerine bağlı olarak malzeme sertliğinde bir değişim kaçınılmazdır. Nitekim temper martenzitik matriksli çeliğin sahip olduğu sertlik

değerine ($565 \pm 19.8 \text{ HV}_{10}$) kıyasla bu prosesleme ile yüzeyde $1162 \pm 53 \text{ HV}_{0.01}$ seviyesinde bir sertlik elde edilmiştir.

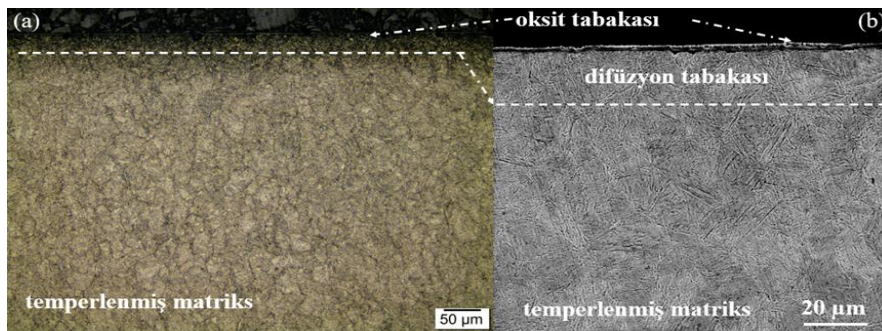


Şekil 5.4. Nitrokarbürizasyon uygulanmış takım çeliğinin kesit mikroyapıları; (a) IM ve (b) SEM.

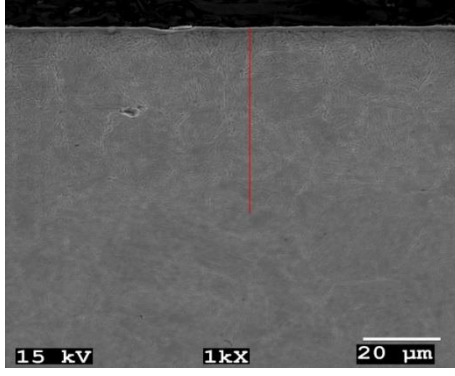


Şekil 5.5. (a) Nitrokarbürizasyon uygulanmış çelik kesitine ait genel bir SEM görüntüsü ve (b-d) kesitte elementel değişim profilleri.

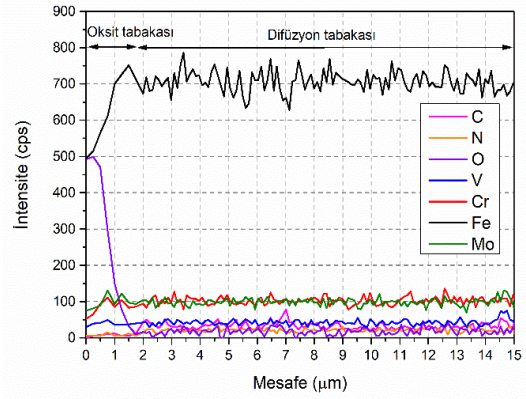
Çalışma kapsamında nitrasyonu takiben bir post oksidasyon işlemi de yapılmış olup, proseslenmiş malzemenin kesitine ait mikroyapılar Şekil 5.6'da verilmiştir. Post oksidasyon işlemi ile yüzeyde $\sim 2 \mu\text{m}$ kalınlığında oksit tabakası (OT) başarılı bir şekilde oluşturulmuştur. Daha öncesinde verilen XRD datasından da anlaşıldığı üzere, yüzeyde hematit (Fe_2O_3) ve magnetit (Fe_3O_4) oluşumları söz konusudur. Bilindiği üzere, her iki oksit tabakalı bir formda yüzeyde bulunabilmektedir. Ancak çoğu çalışma magnetitin en dış yüzeyde olması halinde malzemeye hem korozyon direnci sağladığını hem de daha düşük sürtünme katsayısının sağlandığını ortaya koymuştur (Rovani ve diğ., 2011). Bu tür bir prosesleme ile $758 \pm 46 \text{ HV}_{0.01}$ seviyesinde bir yüzey sertliğine ulaşılmıştır. Yüzeyde var olan oksitlerin malzemenin çalışma koşullarına karşı etkin katkısı esasen proses koşullarına bağlıdır. Gözenekli bir formda bir oksit tabakasının oluşması endüstriyel çalışma koşulları için uygun değildir (Birol, 2011). Şekil 5.6'da verilen mikroyapılar göz önüne alındığında, yüzeyde var olan oksit tabakasının hemen altında $\sim 20 \mu\text{m}$ derinliğine bir difüzyon tabakası gözlemlenmiştir. Nitrasyon ve oksidasyon işlemleri sonrasında kesitte elementel değişimler izlenmiş olup, Şekil 5.7'de elde edilen profiller verilmiştir. Şekil 5.7a'da verilen SEM görüntüsü üzerinde EDS çizgi analiz hattı tanımlanmış olup, Şekil 5.7b'de seçili elementlerin (O, C, N, Fe, Cr, Mo ve V) oksit ve difüzyon tabakasındaki dağılımı izlenebilmektedir. Buna göre ilk $2 \mu\text{m}$ 'lik tabaka bir demir oksit formuna işaret etmektedir. Şekil 5.7c'de karbon, azot ve oksijen konsantrasyonları dikkate alındığında, oksit tabakası içerisinde azot ve karbonun oldukça düşük konsantrasyonda olmasına karşılık difüzyon tabakası içerisinde bu elementlerin homojen dağıldığı görülmektedir. Şekil 5.7d'de difüzyon tabakası içerisinde altlık malzemenin kimyasal kompozisyonunda bulunan krom, molibden ve vanadyumun dağılımı verilmiştir.



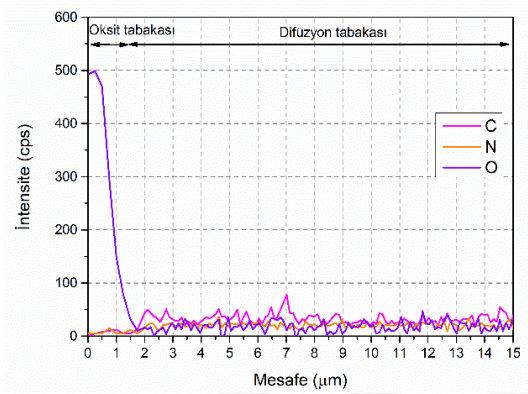
Şekil 5.6. Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış takım çeliğinin kesit mikroyapıları; (a) IM ve (b) SEM.



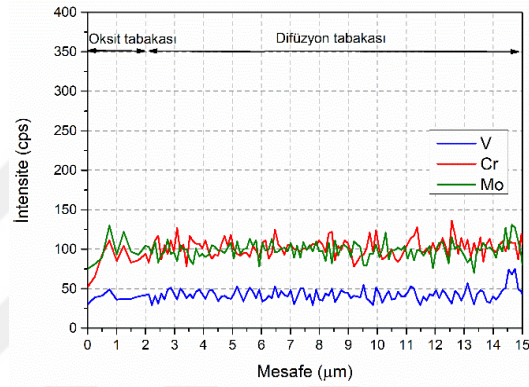
(a)



(b)



(c)

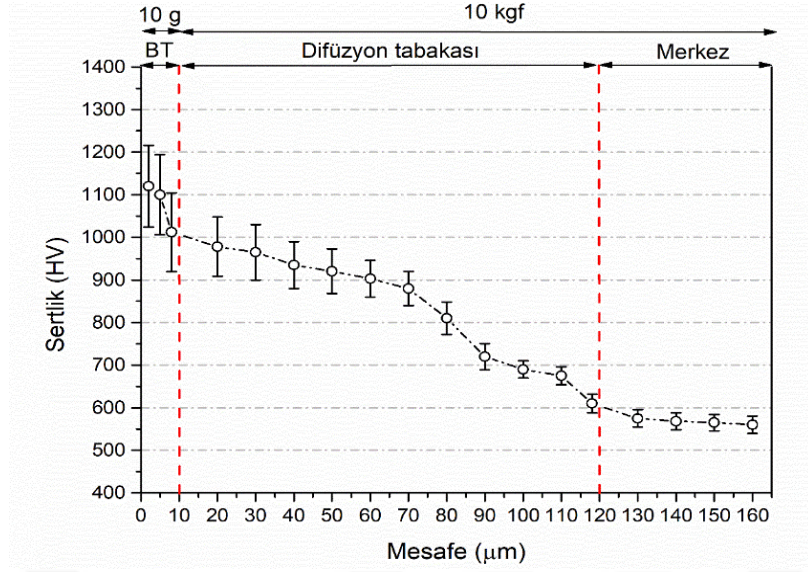


(d)

Şekil 5.7. (a) Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış çelik kesitine ait genel bir SEM görüntüsü ve (b-d) kesitte elementel değişim profilleri.

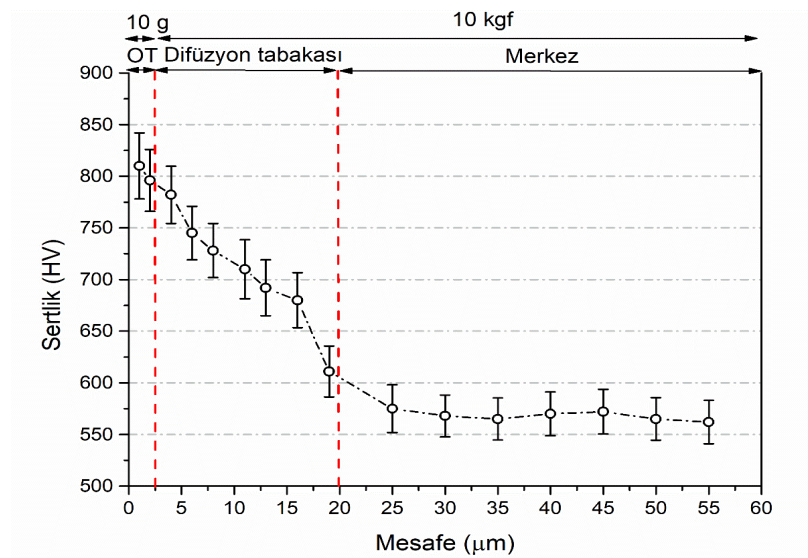
5.2. Kesitte Sertlik Değişimi

Şekil 5.8 ve Şekil 5.9’da sırası ile nitrokarbürizasyon ve nitrasyon+oksidasyon işlemleri uygulanmış takım çeliklerinin kesitlerinde yapılan mikrosertlik taraması sonrası elde edilen mesafeye bağlı sertlik değişim grafikleri verilmiştir. Nitrokarbürizasyon işlemi ile yüzeyde $\sim 8 \mu\text{m}$ bir tabaka içerisinde $1100 \pm 142 \text{ HV}_{10}$ sertlik değerine sahip seramik esaslı sert bir yapı oluşturulmuştur. Bu tabakanın hemen altından başlayıp $120 \mu\text{m}$ derinliğe kadar bir difüzyon tabakası var olup, bu tabakada hem azotun hem karbonun yüzeyden içeri doğru azalan bir difüzyon eğiliminden dolayı görece azalan bir sertlik profilinin oluşması kaçınılmazdır. Difüzyon tabakası $1012\text{-}610 \text{ HV}_{10}$ sertlik aralığında olup, bu sertlik aralığı bu tür sıcak iş takım çelikleri için uygulanan benzer prosesler sonrası ulaşılabilen bir sertlik aralığıdır (King ve diğ., 2005a). Difüzyon tabakasından altlık malzeme sertliğine geçiş ile temper martenzit matriks yapısına ulaşılmakta ve dolayısıyla profilde nispeten en düşük sertlik değerine $565 \pm 19.8 \text{ HV}_{10}$ ulaşılmaktadır.



Şekil 5.8. Nitrokarbürizasyon uygulanmış çeliğin kesitine ait sertlik değişim profili.

Nitrasyon ve oksidasyon işlemi uygulanmış sıcak iş takım çeliğinin kesitinde sertlik değişim profili incelendiğinde, yüzeyde oldukça ince bir tabaka halinde bulunan demir oksit yapısının 810 ± 22 HV₁₀ sertlik değerinde sahiptir (Şekil 5.9). Bu tabakanın hemen altında 20 μm derinlikte var olan difüzyon tabakasında yüzeyden içeri doğru azalan bir sertlik profili var olup, bu tabaka derinliği boyunca 782-611 HV₁₀ sertlik değerleri tespit edilmiştir. Difüzyon tabakasını takiben altlık malzeme sertliğine yönelik yapılan taramalar temper martenzit sertliğine $563 \pm 21,2$ HV₁₀ karşılık gelecek bir aralıktadır (Díaz-Guillén ve diğ., 2018).

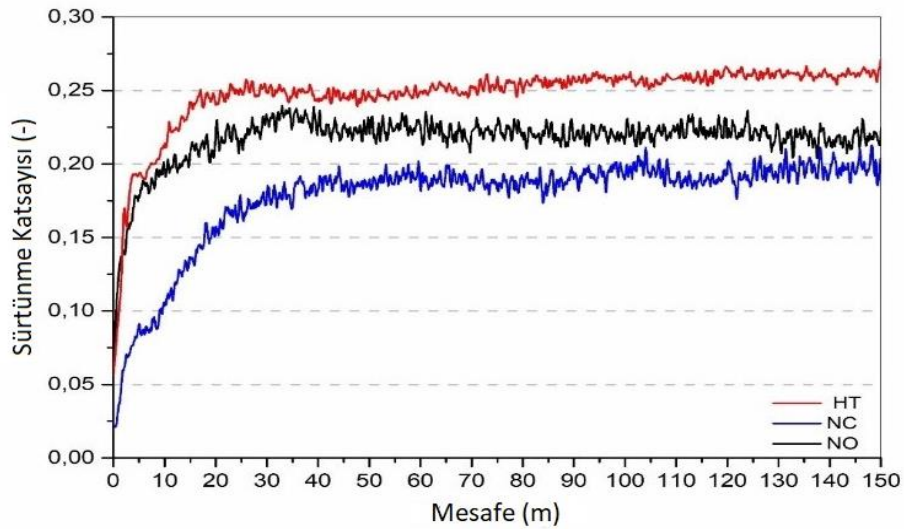


Şekil 5.9. Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış çeliğin kesitine ait sertlik değişim profili.

5.3. Tribolojik Test Verilerinin Değerlendirilmesi

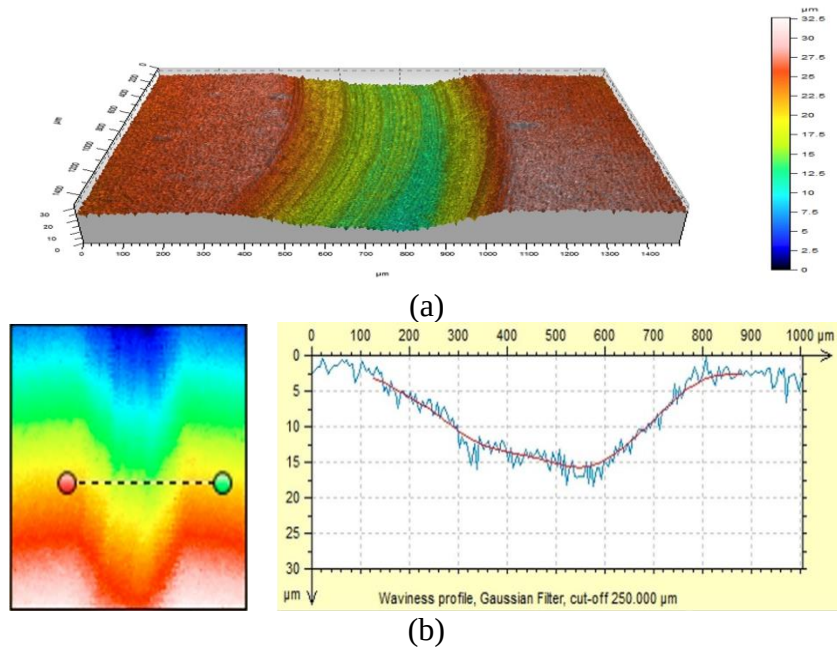
5.3.1. Oda Sıcaklığı Aşınma Davranışı

Şekil 5.10'da oda sıcaklığı kuru sürtünme koşullarında test edilen malzemeler için toplam kayma mesafesine bağlı sürtünme katsayısı değişim diyagramı verilmiştir. Sürtünme katsayısı değişim diyagramları tipik olarak üç bölge içermektedir; (i) rodaj, (ii) geçiş ve (iii) kalıcı hal aşınma bölgesi. Rodaj bölgesinde yüzeylerin temas ettirilmesi ile birlikte yüzey pürüzlülüklerinin deformasyonu ve parlatma etkisiyle giderilmesi söz konusudur. Bu aşamada, özellikle kayma yüzeyleri arasında sıkışan sert aşınma partiküllerinin sayıca artışı, bu parçacıkların yüzeyi çizme eğilimi ve yüzeyde adhezyonun devreye girmesi ile sürekli sürtünme katsayısı artışı gerçekleşebilir. Bu artış çoğu kez bir lineer davranış içermektedir. Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış çelik ile nitrasyon+oksidasyon ve sadece konvansiyonel ısıtma işlemi uygulanmış çelik (HT) ile karşılaştırıldığında, yüzey sertliğindeki artış nedeniyle nispeten daha düşük sürtünme katsayıları izlenmiştir. Bilindiği üzere, yüzey sertliğinin artırılması ile karşıt malzemenin yüzeye batarak yüzeyden malzeme kaldırması engellenmektedir. Yüzey işlemi uygulanmış çeliklerde abrasif aşınma direncinin artmasının yanı sıra difüzyon tabakasının varlığı da yük taşıma kapasitesinin artırılması sağlanabilmektedir. Bu durumda yüzeylerin plastik deformasyona karşı direnci de arttırılmaktadır.

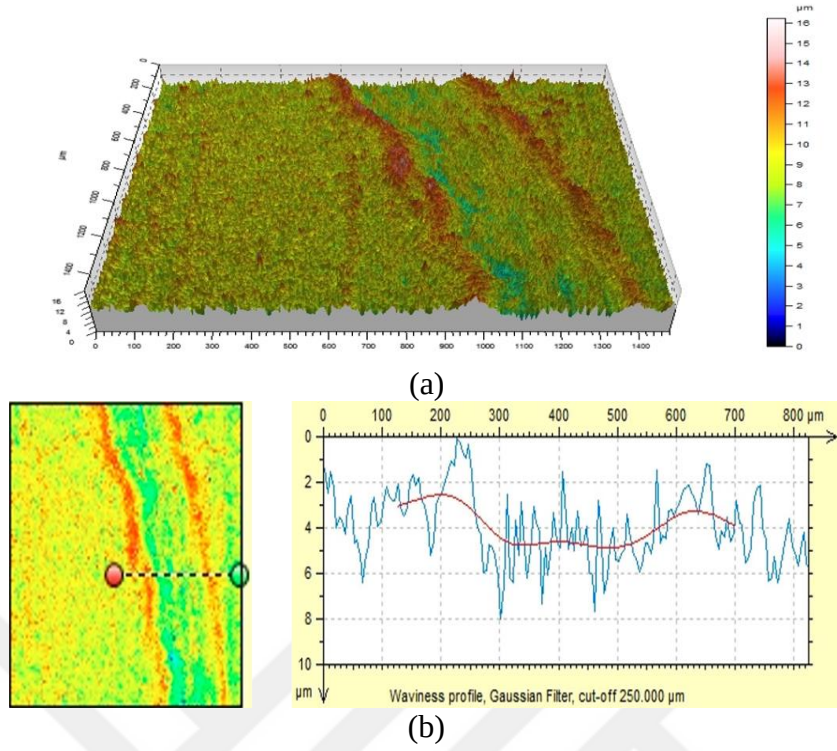


Şekil 5.10. Oda sıcaklığı aşınma testleri sonrası toplam kayma mesafesinin bir fonksiyonu olarak sürtünme katsayısı değişimi.

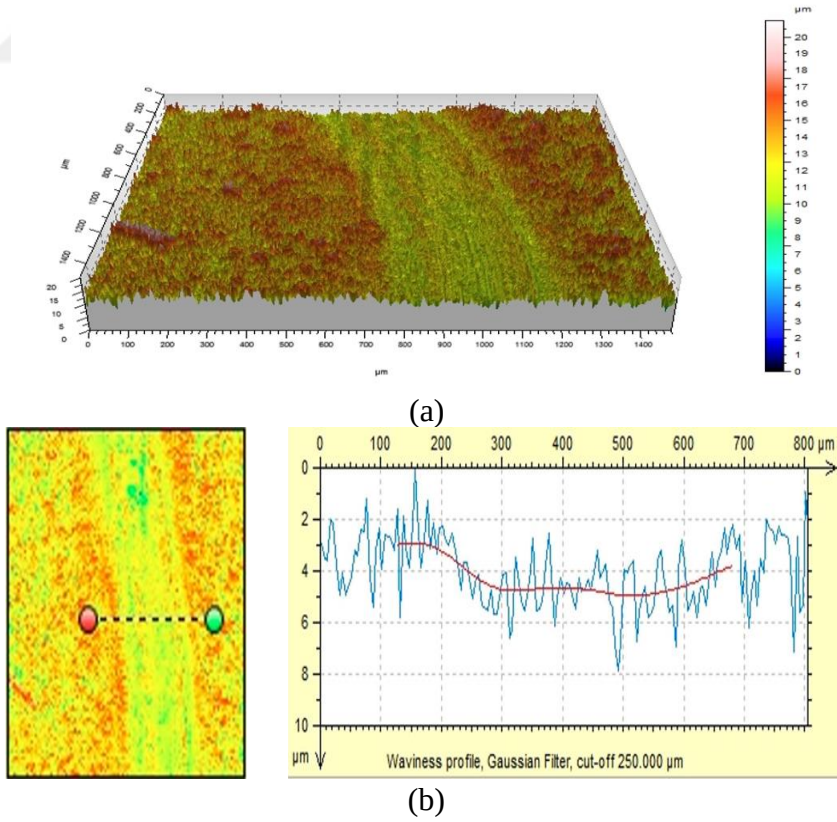
Şekil 5.11 - 5.13'te oda sıcaklığı kuru aşınma testleri sonrası yüzeylerde oluşan izlere ait 3D profilometrik projeksiyonlar verilmiştir. Şekil 5.11'den de görüleceği üzere, konvansiyonel ısıl işlem uygulanmış çeliğin aşınma iz derinliği $\sim 15 \mu\text{m}$ ve genişliği $\sim 700 \mu\text{m}$ seviyesindedir. Şekil 5.12'de nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış çeliğin aşınma yüzeyinde oluşan izle ait profilometrik ölçümler dikkate alındığında iz derinliği $\sim 5 \mu\text{m}$ seviyesindedir. Nitrokarbürizasyon işlemi ile yüzeyde $\sim 8 \mu\text{m}$ kalınlığında kararlı ve sert bir bileşim tabakasının var olması nispeten aşınma izinin düşük bir derinlikte olmasına etkindir. Şekil 5.13'te nitrasyon ve oksidasyon işlemi uygulanmış çelik de nitrokarbürizasyon uygulanmış çeliğe benzer bir karakteristik sergilemektedir. Esasen ısıl işlem uygulanmış çelik yüzeyinde oluşan aşınma izine yönelik derinlik/genişlik seviyesi yüzey işlemi uygulanmış çeliklere kıyasla daha yüksek seviyededir. Bu durum yüzey sertliğindeki artışın bir sonucu olarak karşıt malzeme olarak kullanılan bilyanın malzeme yüzeyin batması veya çizmesi sonucu malzeme kaybını azaltarak abrasif aşınma direnci artırması ile açıklanabilmektedir. Öte yandan tribolojik davranış söz konusu olduğunda aşındırılan malzeme yüzeyinde bir difüzyon tabakasının bulunması ile yük taşıma kapasitesi artırılmakta ve en dış yüzeyde bulunabilen kaplama yapısının plastik deformasyona karşı direnci de önemli ölçüde artırılabilir. Bu durumda batmaya karşı direnç artırılabilir.



Şekil 5.11. Isıl işlem uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı aşınma testi sonrası aşınma izine ait 3D profilometrik projeksiyonlar.

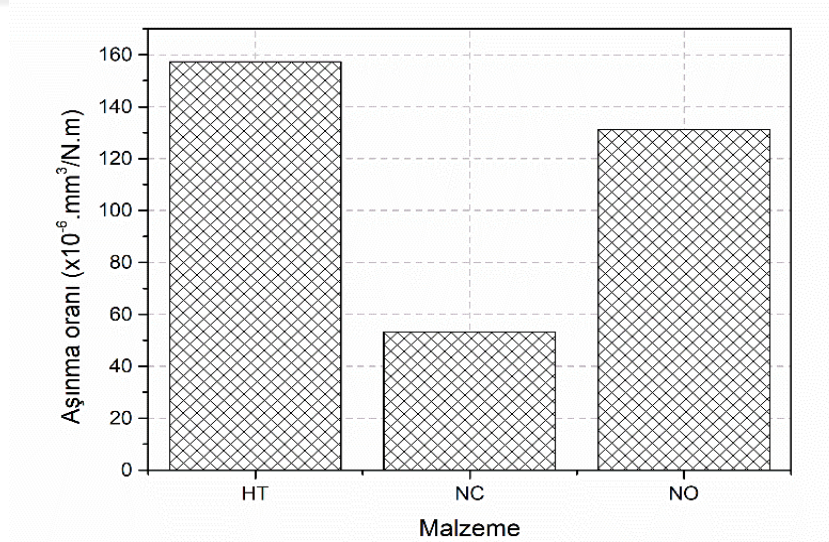


Şekil 5.12. Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı aşınma testi sonrası aşınma izine ait 3D profilometrik projeksiyonlar.



Şekil 5.13. Nitrasyon ve oksidasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı aşınma testi sonrası aşınma izine ait 3D profilometrik projeksiyonlar.

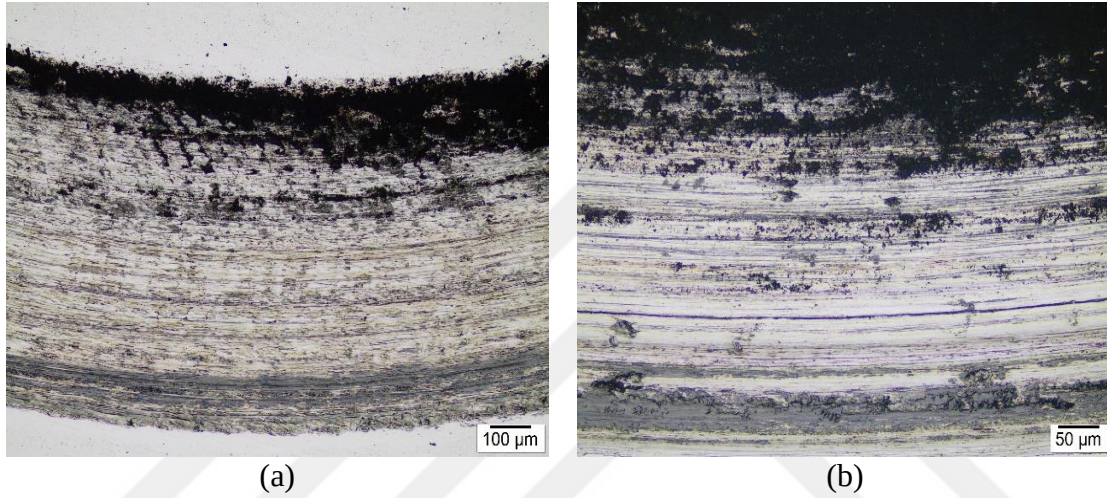
Şekil 5.14'te oda sıcaklığı kuru sürtünme testleri sonrası her bir ısıl/yüzey işlem uygulanmış çelikler için spesifik aşınma oranı kıyaslanmıştır. Konvansiyonel ısıl işlem uygulanmış için hesaplanan aşınma oranı $157.30 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ seviyesindedir. Nitrokarbürizasyon işlemi ile aşınma oranı önemli derecede indirgenmiş olup, test edilen yüzey için aşınma oranı $53.08 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ olarak hesaplanmıştır. Nitrasyon ve oksidasyon işlemi ile aşınma oranı konvansiyonel ısıl işlem uygulanmış çeliğe göre de daha düşük ($131.25 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N.m}$) bir değerdedir. Tüm aşınma oranları dikkate alındığında; (i) yüzey işlemleri ile konvansiyonel ısıl işlem çeliğe göre aşınma direnci arttırılmıştır ve (ii) nitrokarbürizasyon bu tür bir direncin yüzeye sağlanmasında daha etkilidir. Yüzey işlemleri ile altlık malzemeye göre daha sert yüzeylerin oluşturulması bu direncin sağlanmasında etkindir (Aktaş, 2014). Bundan dolayı, yüzeyde var olan demir oksit bileşenlerine karşılık seramik esaslı bileşim tabakasının sağladığı daha yüksek sertlik aşınma performansının kıyaslanmasında önemli bir parametre olarak değerlendirilmelidir. Öte yandan nitrasyonun sağlamış olduğu ve yüzeylerin yük taşıma kapasitesini arttırabilen bir difüzyon tabakasının varlığı da bu tür bir direncin sağlanmasına etkindir.



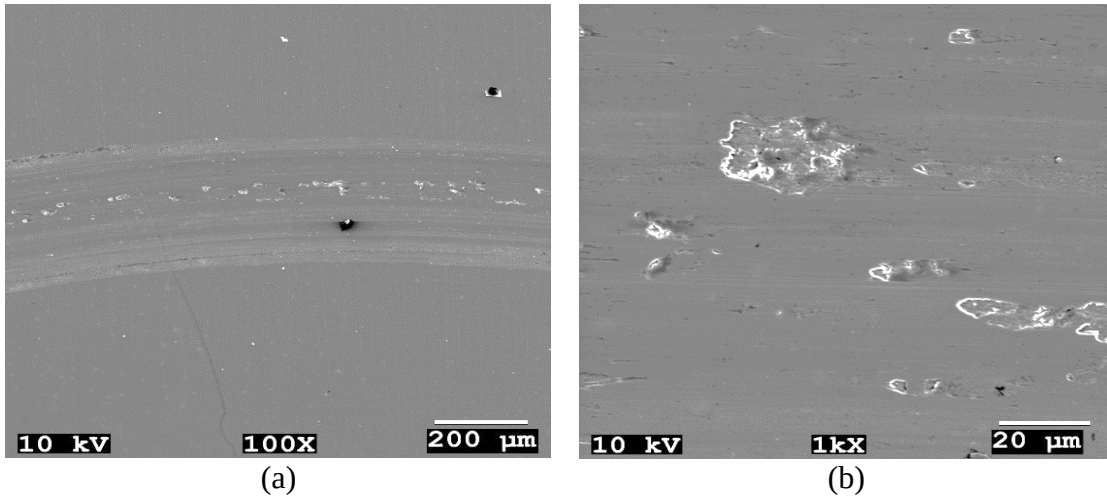
Şekil 5.14. Oda sıcaklığı kuru sürtünme testleri sonrası hesaplanan spesifik aşınma oranları.

Şekil 5.15'te farklı büyütmelerde ısıl işlem uygulanmış çeliğin aşınma izine ait IM görüntüleri verilmiş olup, aşınma yüzeyinde abrazif ve kenar bölgelerde daha çok adhezif aşınmanın yoğunlukta olduğu görülmektedir. Abrazif aşınma izleri yüzeyde derin ve hafif

çizikler şeklinde görülürken, adhezif aşınma kenar bölgelerde yapışma tabakaları şeklinde görülmektedir. Aşınma ortamında sürtünme koşullarına bağlı olarak bu tabakalar zamanla taşınarak veya yüzeyden ayrılarak hareket etmeye ve soğuk kaynaklanma sonucu farklı bölgelerde birikmeye başlamaktadır. Aşınma yüzeyleri aynı zamanda SEM ile de incelenmiş olup, elde edilen görüntülemeler Şekil 5.16’da verilmiştir. IM görüntüleme ile edilen bulgulara eşlenik olarak belirgin abrazyon izleri ve bölgesel olarak adhezif tabakalar izlenmektedir.



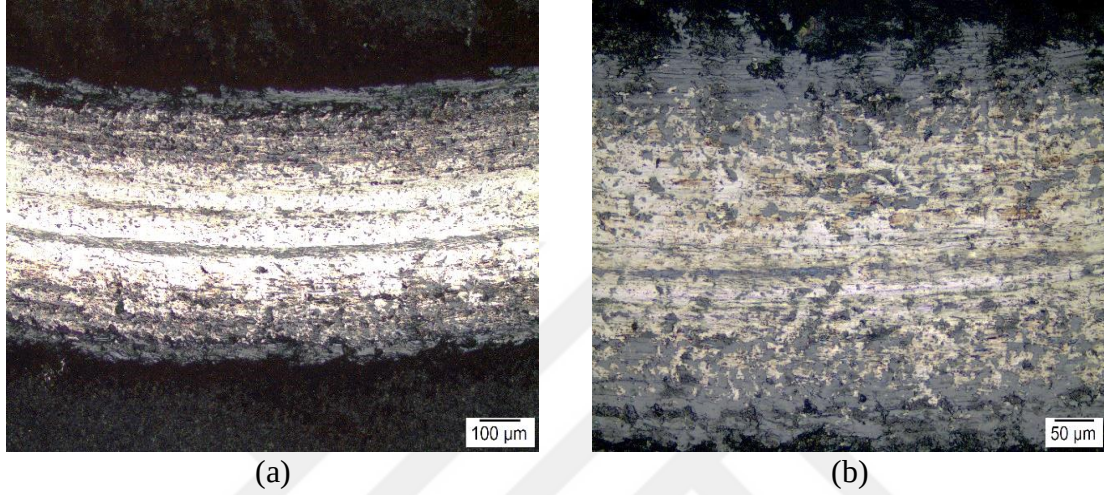
Şekil 5.15. Isıl işlem uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri.



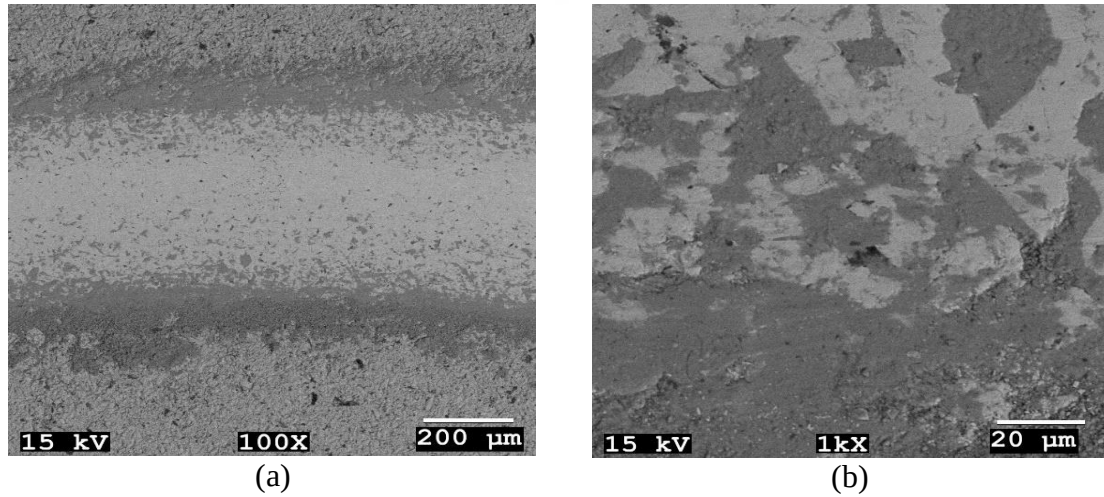
Şekil 5.16. Isıl işlem uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait SEM görüntüleri.

Şekil 5.17’de nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış çeliğin aşınma yüzeyine ait farklı büyütme ölçeklerinde IM görüntüleri verilmiştir. Yüzeyde yoğun olarak abrazyon aşınma bölgeleri

ve koyu gri kontrasta kenarlarda daha yoğun adhezif tabakaların varlığı görülmektedir. Nitrokarbürizasyon işlemi ile yüzey sertliği artırılmış olup, artan yüzey sertliğine bağlı olarak tribolojik etkileşimde yüzey pürüzlülüğü önemli ölçüde indirgenmiştir. Şekil 5.18’de verilen SEM görüntüleri pürüzlülükteki indirgenmeyi ve yapışma tabaka varlığını açık bir şekilde göstermektedir.



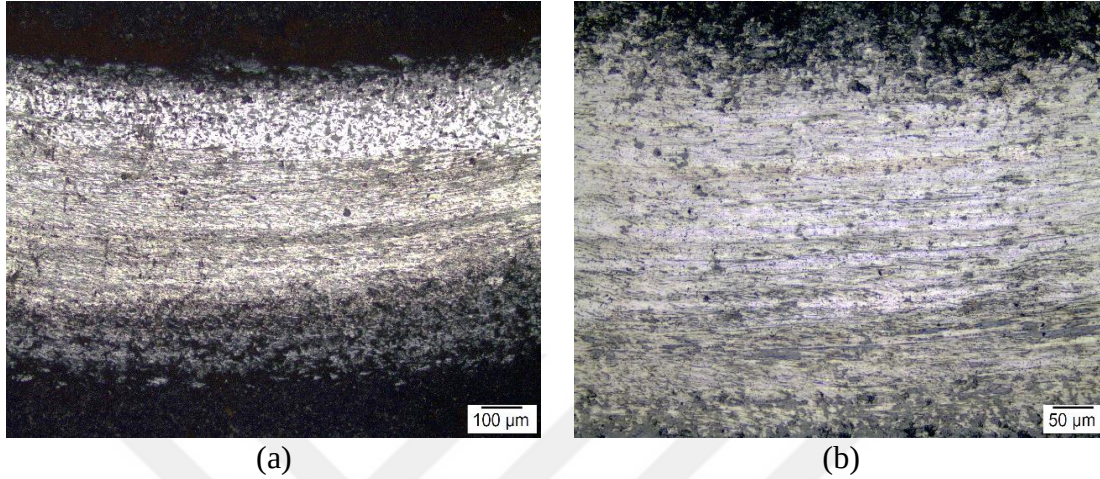
Şekil 5.17. Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri.



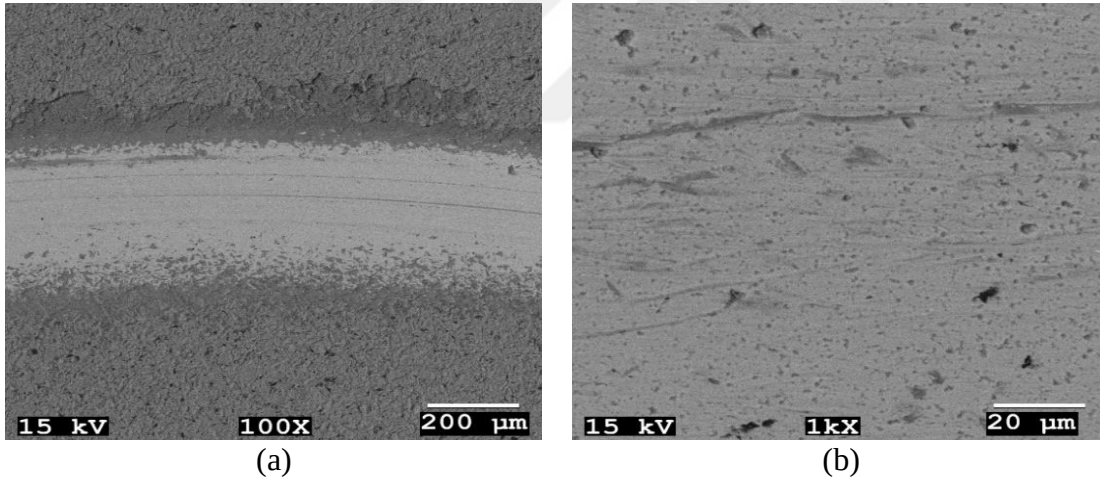
Şekil 5.18. Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait SEM görüntüleri.

Şekil 5.19’da nitrasyon ve oksidasyon işlemi uygulanmış çeliğin aşınma yüzeyine ait farklı büyütmelerde IM görüntüleri verilmiştir. Yüzeyde sert oksit tabakasının hasarlanması ve sürtünme etkisi ile altlık malzemeye teması nedeniyle yoğun olarak derin çizikler izlenmiştir. Yüzeyde yoğun bir abrazif çizilme ve özellikle izin kenarlarında

bölgesel ve yoğun olmayan soğuk kaynaklanmış adhezif tabakalar da mevcuttur. Şekil 5.20’de verilen SEM görüntüleri bahsi geçen aşınma karakteristiklerini detaylı bir şekilde göstermektedir.



Şekil 5.19. Nitrasyon ve oksidasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri.

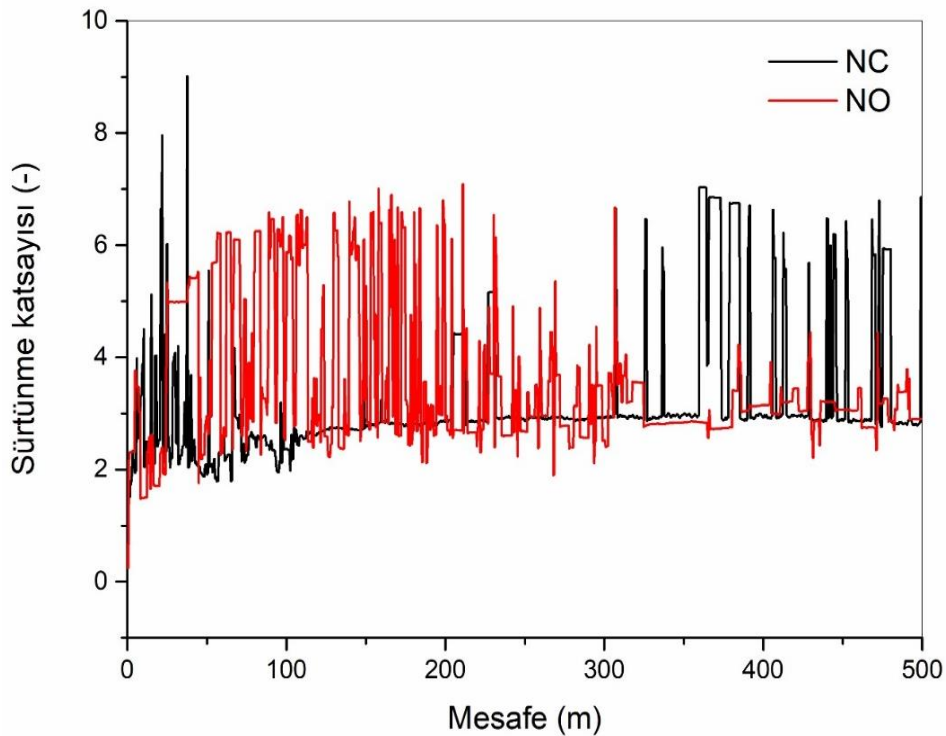


Şekil 5.20. Nitrasyon ve oksidasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin oda sıcaklığı kuru sürtünme testi sonrası aşınma yüzeyine ait SEM görüntüleri.

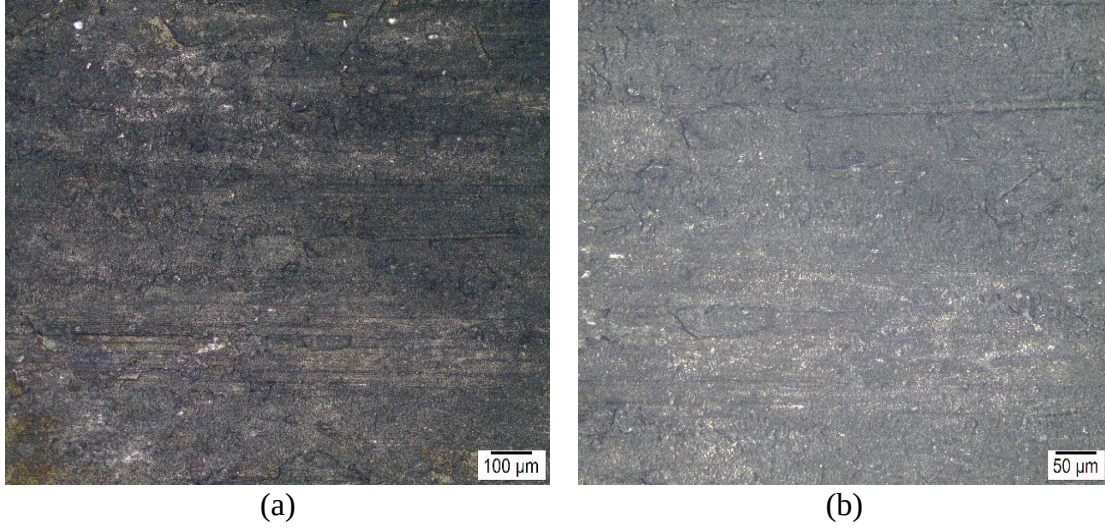
5.3.2. Sıcak Aşınma Davranışı

Sıcak aşınma testleri sonrası toplam kayma mesafesinin bir fonksiyonu olarak sürtünme katsayısı değişimi grafikleri Şekil 5.21’de verilmiştir. Oda sıcaklığı sürtünme katsayısı verisine kıyasla her bir test edilen çelikte daha yüksek sürtünme katsayılarına ulaşılmıştır. Yüksek sıcaklık aşınma testlerinde kullanılan karşıt malzeme test sıcaklığında nispeten yumuşama eğilimindedir ve yüzeylere belirli ölçüde yapışabilmektedir. Yapışan ve

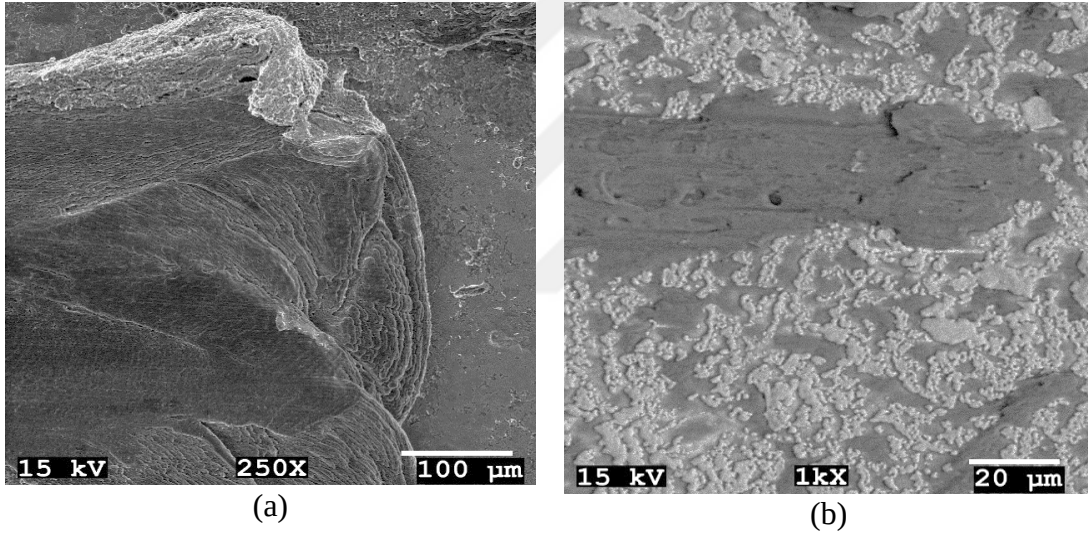
yüzeyden mekanik olarak ayrılan alüminyum esaslı matriksin yeniden yüzeye yapışması ve bu döngünün tekrarı ile yüksek sürtünme kuvvetleri açığa çıkabilmektedir. Şekil 5.21’den de görüleceği üzere, nitrokarbürizasyon uygulanmış takım çeliği nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış çeliğe kıyasla daha kararlı bir sürtünme katsayısı değişimi sergilemekte olup, özellikle kararlı hal bölgesinde uzun mesafelerde (sürelerde) en düşük sürtünme katsayısı aralığında bir davranış sergilemiştir. Yüzeylerin NaOH çözeltisi ile temizlenmesi sonrası aşınma karakteristiği mikroskobik incelemeler ile karakterize edilebilmiştir. Şekil 5.22’de nitrokarbürizasyon uygulanmış çeliğin sıcak aşınma testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri verilmiştir. Sıcak aşınma test düzeneğinde koruyucu atmosfer ortamı olmadığından dolayı belirli bir oksidasyon tabakasının varlığı gözlemlenmektedir. Bunun dışında sürtünme etkisiyle yüzeyde keskin ve derin abrazyon izlerinin varlığı gözlemlense de karşıt malzeme olarak kullanılan AA6080 alaşımının yüzeye yapışması nedeniyle altlık malzemeye göre daha koyu kontrastlı adhezif aşınmanın varlığı da gözlemlenmektedir. Şekil 5.23’te verilen SEM görüntüleri test edilen çeliğin yüzeyinde var olan abrazyon ve adhezif aşınma karakteristiklerine işaret etmektedir.



Şekil 5.21. Yüksek sıcaklık testleri sonrası toplam kayma mesafesinin bir fonksiyonu olarak sürtünme katsayısı değişimi.

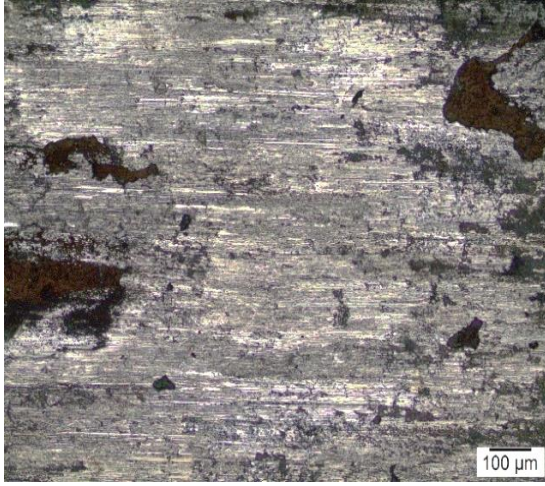


Şekil 5.22. Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin yüksek sıcaklık aşınma testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri.

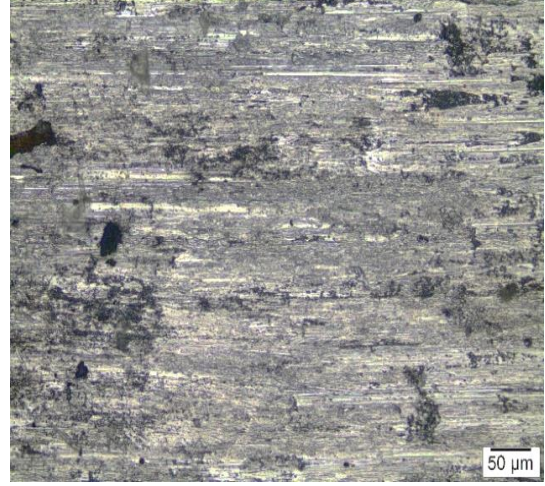


Şekil 5.23. Nitrokarbürizasyon işlemi uygulanmış takım çeliğinin yüksek sıcaklık aşınma testi sonrası aşınma yüzeyine ait SEM görüntüleri.

Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış takım çeliğinin yüksek sıcaklık aşınma testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM ve SEM görüntüleri sırası ile Şekil 5.24'te ve Şekil 5.25'te verilmiştir. Nitrokarbürize edilmiş çeliğin aşınma yüzeyine kıyasla önemli ölçüde adhezif tabaka varlığı izlenmiş olup, aşınma yüzeyinde abrazif aşınmanın gerçekleştiğine işaret eden birbirine paralel kalın/ince çoklu çizilme bölgeleri mevcuttur (Şekil 5.24). Yüzey SEM görüntüleri hem abrazif çizilmelerin derinliğine hem de kalın adhezif tabakalarının varlığını detaylandırmaktadır. Aynı zamanda yüzeyde var olan yapışma tabakalarında yoğun plastik deformasyon varlığı da gözlenmiştir (Şekil 5.25).

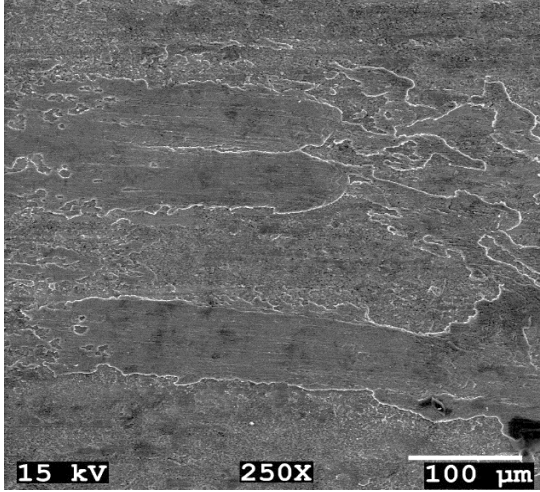


(a)

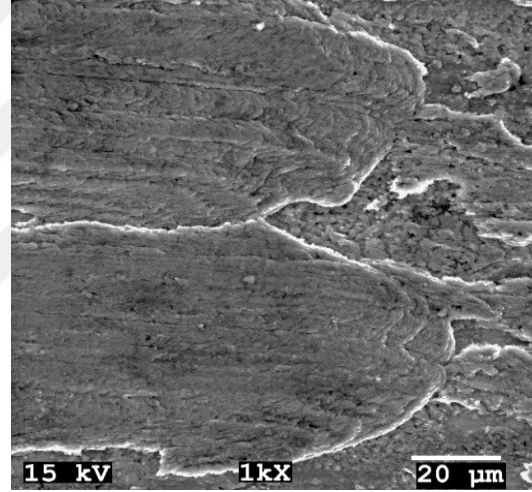


(b)

Şekil 5.24. Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış takım çeliğinin yüksek sıcaklık aşınma testi sonrası aşınma yüzeyine ait IM görüntüleri.



(a)



(b)

Şekil 5.25. Nitrasyon ve oksidasyon uygulanmış takım çeliğinin yüksek sıcaklık aşınma testi sonrası aşınma yüzeyine ait SEM görüntüleri.

6. SONUÇLAR

Tez çalışması kapsamında konvansiyonel ısıtıl işlem uygulanmış X38CrMoV5-3 sıcak iş takım çeliğinin çoklu yüzey işlemleri sonrası oda sıcaklığı ve yüksek sıcaklık aşınma testleri gerçekleştirilerek takım çeliğinin tribolojik karakterizasyonu yapılmıştır. Tüm bu süreç kapsamında öncelikle östenitleştirilen ve hızlı su verme ile sertleştirilen takım çeliğinde temperleme işlemi yapılarak konvansiyonel ısıtıl işlem prosesi tamamlanmış ve takım çeliğinde tipik temper martenzitik matriks ($565 \pm 19.8 \text{ HV}_{10}$) eldesi sağlanmıştır. Yüzeyler bilyalı dövme ile mekanik olarak işlenmiş ve sonrası iki farklı termo-kimyasal yüzey işlemi uygulanmıştır. Ticari pratiklikte yapılan nitrokarbürizasyon işlemi ile yüzeyde $\sim 8 \text{ }\mu\text{m}$ kalınlığında bir bileşim tabakası [$\epsilon\text{-Fe}_3(\text{N,C})$ ve $\gamma'\text{-Fe}_4(\text{N,C})$] ve bu tabakanın hemen altından başlayarak çelik matriksine doğru $\sim 120 \text{ }\mu\text{m}$ derinliğinde bir difüzyon tabakası oluşturulmuştur. Bu tür bir işlem sonrası yüzeyden merkeze doğru bir sertlik taraması gerçekleştirilmiş olup, yüzeyde $\sim 1100 \pm 142 \text{ HV}_{10}$ sertliğine ve difüzyon tabakası boyunca $1012\text{-}610 \text{ HV}_{10}$ sertlik aralığına ulaşılmıştır. Bir diğer yüzey işlemi olan nitrasyon ve sonrasında yapılan oksidasyon prosesleri ile takım çeliğinin yüzeyinde $\sim 2 \text{ }\mu\text{m}$ kalınlığında Fe_3O_4 ve Fe_2O_3 içeren bir demir oksit tabakası ve bu tabaka altında herhangi bir bileşim tabakası oluşturulmaksızın $\sim 20 \text{ }\mu\text{m}$ derinliğinde bir difüzyon tabakası başarılı bir şekilde elde edilmiştir. Yüzeyden merkeze yapılan sertlik taraması yüzeyde $\sim 810 \pm 22 \text{ HV}_{10}$ sertliğinde bir demir oksit tabakasının var olduğunu ve difüzyon tabakasının merkeze doğru azalan azot konsantrasyonuna da bağlı olarak $782\text{-}611 \text{ HV}_{10}$ sertlik aralığında olduğunu göstermiştir.

Oda sıcaklığı aşınma testlerinde karşıt malzeme olarak alümina bilyalar kullanılmış olup, tribolojik karakterizasyon sürecinde yüzeyleri modifiye edilen çelikler için sürtünme katsayılarında, spesifik aşınma oranlarında meydana gelen değişimler izlenmiştir. Aynı zamanda yüzeyde oluşan aşınma izlerine ait profilometrik ve mikroskobik incelemeler de yapılarak aşınma mekanizmaları irdelenmiştir. Oda sıcaklığı testleri sonrası yapılan tribolojik karakterizasyonlar; (i) konvansiyonel ısıtıl işlem uygulanmış çeliklere kıyasla yüzeyleri modifiye edilen çeliklerin nispeten daha düşük sürtünme katsayılarına sahip olduğunu, (ii) en yüksek yüzey sertliğine sahip olan, nitrokarbürize edilmiş çeliğin en düşük sürtünme katsayısına sahip olduğunu, (iii) yüzey işlemlerinin uygulanması ile spesifik aşınma oranlarının önemli ölçüde indirgenebildiğini, (iv) nitrokarbürizasyon

prosesinin nitrasyon ve sonrasında yapılan oksidasyon prosesine kıyasla daha düşük aşınma kayıplarına olanak verebildiğini, (v) aşınma yüzeylerinde çoğunlukla abrazif ve adhezif aşınma süreçlerinin gerçekleştiğini ve (vi) difüzyon tabakasının varlığı ile yüzeylerin yük taşıma kapasitesinin önemli ölçüde arttırabildiği ortaya konulmuştur.

Tez çalışması kapsamına alüminyum alaşımın karşıt malzeme olarak kullanıldığı yüksek sıcaklık testleri de yapılmıştır. Testler sonrası yapılan tribolojik karakterizasyon çalışmaları; (i) test sıcaklığında alüminyumun yüzeylere yapışması nedeni ile adhezif aşınmanın yoğun olarak gerçekleştiğini, (ii) sürtünme katsayılarının test edilen malzemeler için yüksek bir değerde (> 2) olabildiğini, (iii) test boyunca oksitlenmenin yüksek seviyede oluşabildiğini ve (iv) nitrokarbürizasyon işlemi ile elde edilen sert bir bileşim tabakasının varlığı ile aşınmanın önemli ölçüde indirgenebildiğini ortaya koymuştur.

Tez çalışması X38CrMoV5-3 çeliğinin konvansiyonel ısıtılma işlemi uygulanmış formuna kıyasla termo-kimyasal işlemler ile malzemenin yüzeyine kazandırılan tüm metalurjik olguları içermektedir. Aynı zamanda yüzeylerin hem mekanik özelliklerini hem de değişken koşullarda tribolojik davranışlarını ortaya koymakta olup, çeliğin endüstriyel uygulamalara yönelik kullanılabilirliğinin arttırılmasına yönelik önemli veriler içermektedir.

KAYNAKLAR

- Adamiak, M., Dobrzański, L.A. (2008). Microstructure and Selected Properties of Hot-Work Tool Steel with PVD Coatings After Laser Surface Treatment. *Applied Surface Science*, 254, 4552-4556.
- Aktaş Çelik, G., Fountas, K., Atapek, Ş.H., Polat, Ş., Kamoutsis, E., Zervaki, A.D. (2024). Investigation of the Nitriding Effect on the Adhesion and Wear Behavior of CrN-, AlTiN-, and CrN/AlTiN-Coated X45CrMoV5-3-1 Tool Steel Formed Via Cathodic Arc Physical Vapor Deposition. *Lubricants*, 12(5), 1-20.
- Aktaş, G. (2014). Alüminyum Ekstrüzyonunda Kalıp Malzemesi Olarak Kullanılan Sıcak İş Takım Çeliklerinin Yüzey İşlemleri ve Tribolojik Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli, 372697.
- Alsaran, A., Altun, H., Karakan, M., Celik, A. (2004). Effect of Post Oxidation in Tribological and Corrosion Behavior of Plasma Nitrided AISI 5140 Steel. *Surface and Coatings Technology*, 176, 344-348.
- Ashby, M.F., Jones, D.R.H. (2012). *Engineering Materials 1: An Introduction to Properties, Applications and Design* (4th ed.). Elsevier, Oxford: Butterworth-Heinemann.
- ASM Handbook. (1992). *Friction, Lubrication and Wear Technology*. (Vol. 18.). ASM International, Ohio: Materials Park.
- ASM Handbook. (1991). *Heat Treating*. (Vol. 4.). ASM International, Ohio: Materials Park.
- ASM Handbook. (1998). *Metals Handbook* (2nd ed.). ASM International, Ohio: Materials Park.
- ASM Handbook. (1993). *Properties and Selection: Irons, Steels and High Performance Alloys*. (Vol. 1.). ASM International, Ohio: Materials Park.
- ASM Handbook. (1994). *Surface Engineering*. (Vol. 5.). ASM International, Ohio: Materials Park.
- ASTM. (2010). *Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear*. (ASTM G133-05). USA.
- ASTM. (2010). *Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disc Apparatus*. (ASTM G99-05). USA.
- Balaško, T., Vončina, M., Burja, J., Batič, B.Š., Medved, J. (2021). High-Temperature Oxidation Behaviour of AISI H11 Tool Steel. *Metals*, 11(5), 758-785.

- Bhardwaj, B.P. (2014). *Steel and Iron Handbook*. NIIR Project Consultancy Services, India.
- Bhushan, B. (2001). *Modern Tribology Handbook, Principles of Tribology*. (Vol. 1.). CRC Press, Boca Raton.
- Birol, Y. (2011). Effect of Post-Oxidation Treatment on Thermal Fatigue Behaviour of Plasma Nitrided Hot Work Tool Steel at Elevated Temperatures. *Surface & Coatings Technology*, 205, 2763-2769.
- Castro, G., Fernández-Vicente, A., Cid, J. (2007). Influence of the Nitriding Time in the Wear Behaviour of an AISI H13 Steel During a Crankshaft Forging Process. *Wear*, 263, 1375-1385.
- Chang, S.H., Lee, S.C., Tang, T.P. (2008). Effect of Shot Peening Treatment on Forging Die Life. *Materials Transactions*, 49(3), 619-623.
- Chang, S.H., Tang, T.P., Huang, K.T. (2010). Improvement of Aluminum Erosion Behavior and Corrosion Resistance of AISI H13 Tool Steel by Oxidation Treatment. *ISIJ International*, 50(4), 569-573.
- Ciski, A., Babul, T., Lankiewicz, K., Obuchowicz, Z., Šuchmann, P. (2014). New Method of Nitrocarburizing of X37CrMoV5-1 Hot Working Tool Steel in Chemically Active Fluidized Bed. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 62, 81-87.
- Czerwinski, F. (2012). *Heat Treatment Conventional and Novel Applications*. InTech, Croatia.
- Czichos, H. (1986). Introduction to Friction and Wear. Friedrich, K. (Ed.), *Friction and Wear of Polymer Composites* (1-25). Berlin: Elsevier.
- Davis, J.R. (2002). *Surface Hardening of Steels*. ASM International, Ohio; Materials Park.
- Delaunois, F., Stanciu, V.I., Megret, A., Sinnaeve, M. (2022). Oxidation and Wear Behavior of High-Speed Steel and Semi-High-Speed Steel Used in Hot Strip Mill. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 119, 677-689.
- Díaz-Guillén, J.C., Alvarez-Vera, M., Díaz-Guillén, J.A., Acevedo-Davila, J.L., Naeem, M., Hdz-García, H.M., Granda-Gutiérrez, E.E., Muñoz-Arroyo, R. (2018). A Hybrid Plasma Treatment of H13 Tool Steel by Combining Plasma Nitriding and Post-Oxidation. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27(1), 6118–6126.
- Genel, K. (2006). Boronizing Kinetics of H13 Steel. *Vacuum*, 80, 451-457.

- Gök, M.S., Küçük, Y., Erdoğan, A., Öge, M., Kanca, E., Günen, A. (2017). Dry Sliding Wear Behavior of Borided Hot-Work Tool Steel at Elevated Temperatures. *Surface & Coatings Technology*, 328, 54-62.
- Hauffe, K. (1953). The Mechanism of Oxidation of Metals and Alloys at High Temperatures. *Progress in Metal Physics*, 4, 71-104.
- Holmberg, K., Mattehews, A. (2009). *Coatings Tribology Properties, Mechanisms, Techniques and Application in Surface Engineering* (2nd ed.). Elsevier, Oxford.
- Karamboiki, C.M., Mourlas, A., Psyllaki, P., Sideris, J. (2013). Influence of Microstructure on the Sliding Wear Behavior of Nitrocarburized Tool Steels. *Wear*, 303, 560-568.
- Kennedy, D.M., Hashmi, M.S.J. (1998). Methods of Wear Testing for Advanced Surface Coatings and Bulk Materials. *Journal of Materials Processing Technology*, 77, 246-253.
- King, P.C., Reynoldson, R.W., Brownrigg, A., Long, J.M. (2005a). Ferritic Nitrocarburising of Tool Steels. *Surface Engineering*, 21(2), 86-98.
- King, P.C., Reynoldson, R.W., Brownrigg, A., Long, J.M. (2005b). Pin on Disc Wear Investigation of Nitrocarburised H13 Tool Steel. *Surface Engineering*, 21(2), 99-106.
- Krauss, G. (2015). *Steels Processing, Structure and Performance* (2nd ed.). ASM International, Ohio: Materials Park.
- Mang, T., Bobzin, K., Bartels, T. (2011). *Industrial Tribology*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Germany.
- Martin, P.M. (2010). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings: Science, Applications and Technology* (3rd ed.). Elsevier, Oxford.
- Mesquita, R.A. (2017). *Tool Steel Properties and Performance*. Taylor & Francis Group, London.
- Mitrovic, S., Adamovic, D., Zivic, F., Dzunic, D., Pantic, M., (2014). Friction and Wear Behavior of Shot Peened Surfaces of 36CrNiMo4 and 36NiCrMo16 Alloyed Steels Under Dry and Lubricated Contact Conditions. *Applied Surface Science*, 290, 223-232.
- Naraparaju, R. (2013). High Temperature Oxidation Behaviour of Boiler Steels with Emphasis on Shot-Peening Effects Experimental Results and Simulation. PhD Thesis, Siegen University, Faculty of Science and Technology, Siegen, 2193-5114.

- Naskar, A., Chattopadhyay, A.K. (2018). Investigation on Flank Wear Mechanism of CVD and PVD Hard Coatings in High Speed Dry Turning of Low and High Carbon Steel. *Wear*, 396-397, 98-106.
- Paschke, H., Weber, M., Kaestner, P., Braeuer, G. (2010). Influence of Different Plasma Nitriding Treatments on the Wear and Crack Behavior of Forging Tools Evaluated by Rockwell Indentation and Scratch Tests. *Surface & Coatings Technology*, 205, 1465-1469.
- Pérez, M., Belzunce, F.J. (2016). A Comparative Study of Salt-Bath Nitrocarburizing and Gas Nitriding Followed by Post-Oxidation Used as Surface Treatments of H13 Hot Forging Dies. *Surface & Coatings Technology*, 305, 146-157.
- Polat, Ş., Atapek, Ş.H., Gümüş, F. (2012). Gas Nitriding of a Hot Work Tool Steel and its Characterization, *International Iron & Steel Symposium*, Karabük, Türkiye, 02-04 April 2012.
- Prabhudev, K.H. (1992). *Handbook of Heat Treatment of Steels*. Tata McGraw-Hill Publishing Company Limited, New Delhi.
- Psyllaki, P., Kefalonikas, G., Pantazopoulos, G., Antoniou, S., Sideris, J. (2002). Microstructure and Tribological Behaviour of Liquid Nitrocarburised Tool Steels. *Surface and Coatings Technology*, 162, 67-78.
- Pye, D. (2003). *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*. ASM International, Ohio: Materials.
- Roberts, G., Krauss, G., Kennedy, R. (1998). *Tool Steels* (5th ed.). ASM International, Ohio: Materials Park.
- Rosso, M., Peter, I., Gobber, F.S. (2015). Overview of Heat Treatment and Surface Engineering, Influences of Surface Finishing on Hot-Work Tool Steel. *International Journal of Microstructure and Materials Properties*, 10, 3-30.
- Rovani, A.C., Crespi, A.E., Sonda, V., Cemin, F., Echeverrigaray, F.G., Amorim, C.L.G., Basso, R.L.O., Baumvol, I.J.R., Figueroa, C.A. (2011). Plasma Post-Oxidation Mechanisms of Nitrided Ferrous Alloys. *Surface and Coatings Technology*, 205, 3422-3428.
- Saketi, S., Olsson, M. (2016). Influence of CVD and PVD Coating Micro Topography on the Initial Material Transfer of 316L Stainless Steel in Sliding Contacts – A Laboratory Study. *Wear*, 388-389, 29-38.
- Stachowiak, G.W. (2005). *Wear Materials, Mechanisms and Practice*. John Wiley & Sons, West Sussex.
- Swift, K.G., Booker, J.D. (2013). *Manufacturing Process Selection Handbook*. Oxford: Butterworth-Heinemann.

Totten, G.E. (2006). *Steel Heat Treatment Handbook* (2nd ed.). Taylor & Francis Group, London.

Tracton, A.A. (2006). *Coatings Technology Handbook* (3rd ed.). Taylor & Francis Group, Miami.

URL-1: <https://www.bohlerturkiye.com/tr/>, (Ziyaret tarihi: 11 Kasım 2023)

Wang, B., Zhao, X.F., Li, W.Z., Qin, M., Gu, J. (2018). Effect of Nitrided-Layer Microstructure Control on Wear Behavior of AISI H13 Hot Work Die Steel. *Applied Surface Science*, 431, 39-43.

Widomski, P., Gronostajski, Z. (2020). Comprehensive Review of Methods for Increasing the Durability of Hot Forging Tools. *Procedia Manufacturing*, 47, 349-355.

Yang, H., Wu, X., Cao, G., Yang, Z. (2016). Enhanced Boronizing Kinetics and High Temperature Wear Resistance of H13 Steel with Boriding Treatment Assisted by Air Blast Shot Peening. *Surface & Coatings Technology*, 307, 506-516.

Zhao, X., Wang, B., Sun, D., Li, C., Han, L., Gu, J. (2019). Effect of Pre-Existing VC Carbides on Nitriding and Wear Behavior of Hot Work Die Steel. *Applied Surface Science*, 486, 179-186.

KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER

Yıldız, A., Atapek, Ş. H., Keleş Dayauç, A., Erdoğan, A. (2023). X38CrMoV5-3 Takım Çeliğinde Yüzey Mühendisliği Uygulamaları ve Yapısal İncelemeler. *11. Uluslararası Marmara Fen ve Sosyal Bilimler Kongresi*, Bildiriler Kitabı, 139-144, Kocaeli, 15 - 16 Aralık 2023.



ÖZGEÇMİŞ

İlkokul ve ortaokul eğitimini Mehmet Fatih Deveci ve lise eğitimini 2013-2017 yılları arasında Tefvik Sırrı Gür Anadolu Lisesi olmak üzere Mersin’de tamamlamıştır. 2017 yılında girdiği Kocaeli Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’nden 2021 yılında derece ile mezun olmuş ve aynı yıl içerisinde Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı’nda yüksek lisans eğitime başlamıştır. Eylül 2022’de Asaş Alüminyum Sanayi ve Ticaret A.Ş.’da Teknik İş Geliştirme Mühendisi olarak profesyonel iş hayatına başlamıştır. Ocak 2024 itibari ile Posco Assan TST A.Ş. bünyesinde Kalite & Teknoloji Mühendisi olarak görev yapmaktadır.

