

155102

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ*FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**İYON NİTRÜRLEME YÜZEY SERTLEŞTİRME ISIL İŞLEMİNİN AISI
4340 ÇELİĞİNİN YORULMA DAYANIMINA ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Mak.Y.Müh. Şule Yıldız ŞİRİN

Anabilim Dalı: Makina Mühendisliği

Danışman: Prof Dr. Erdiñç KALUÇ

TEMMUZ 2004

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ*FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**İYON NİTRÜRLEME YÜZEY SERTLEŞTİRME ISIL İŞLEMİNİN AISI
4340 ÇELİĞİNİN YORULMA DAYANIMINA ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Mak.Y.Müh. Şule Yıldız ŞİRİN

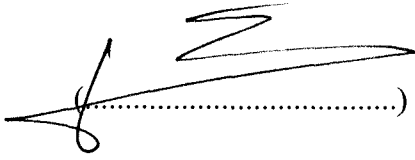
Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 04 Haziran 2004

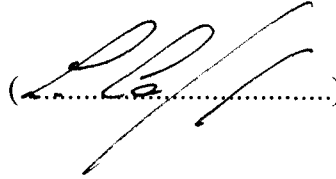
Tezin Savunulduğu Tarih : 30 Haziran 2004

**Tez Danışmanı
Prof.Dr. Erdiñç KALUÇ**

**Üye
Prof.Dr. Levon ÇAPAN**

**Üye
Prof.Dr. Muharrem YILMAZ**



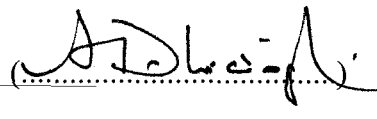




**Üye
Prof. Nurullah GÜLTEKİN**

**Üye
Prof.Dr. Adnan DİKİCİOĞLU**





TEMMUZ 2004

İYON NİTRÜRLEME YÜZEY SERTLEŞTİRME ISIL İŞLEMİNİN AISI 4340 ÇELİĞİNİN YORULMA DAYANIMINA ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Şule Yıldız ŞİRİN

Anahtar Kelimeler: İyon nitrürleme, AISI 4340, Yorulma dayanımı

Özet: Çevrimsel yükler altında çalışan makina parçalarında yorulma kırılması oluşur. İyon nitrürleme gibi termo-kimyasal yüzey sertleştirme yöntemleri ile malzemenin yorulma dayanımını arttırmak olanaklıdır. Nitrürleme işlemi, malzemenin aşınma, korozyon ve yorulma dayanımını arttırmak için malzemeye gönderilen azotun yüzeyde sert bir tabaka oluşturduğu termo-kimyasal bir işlemdir. İyon nitrürleme, azotun hızlı yayılımı, oluşan beyaz tabaka ve yayılım tabakasının kontrol edilebilmesi, uygulama kolaylığı, işlemin temiz ve ekonomik olması gibi üstünlükleri nedeni ile oldukça yaygın olarak kullanılan bir yüzey sertleştirme yöntemidir.

İyon nitrürleme yöntemi ile ilgili olarak yapılan oldukça kapsamlı literatür çalışmasından sonra deneysel çalışmaların, yüksek dayanım özelliklerinin istendiği uygulamalarda oldukça yaygın olarak kullanılan AISI 4340 çeliği ile yapılmasına karar verilmiştir. Öncelikle, farklı nitrürleme sıcaklık ve sürelerini içeren bir dizi deney yardımı ile iyon nitrürleme işleminin AISI 4340 çeliğinin yorulma dayanımı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Ayrıca, ana metalin başlangıç mikroyapısının, yüzey pürüzlülüğünün ve iyon nitrürleme sonrası oluşan yayılım tabaka kalınlığının yorulma dayanımı üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Sonuç olarak, tabaka kalınlıkları, sertlik değerleri ve yorulma dayanım sınır değerleri gibi deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen verilerin yardımıyla, AISI 4340 çeliği için en yüksek yorulma dayanımını veren optimum iyon nitrürleme koşulları belirlenmiştir.

INVESTIGATION OF THE ION NITRIDING SURFACE HARDENING METHOD ON FATIGUE STRENGTH OF AISI 4340 STEEL

Şule Yıldız ŞİRİN

Keywords: Ion nitriding, AISI 4340, Fatigue strength

Abstract: The machine components working under cyclic loads are severely subjected to the treat of fatigue failure. It is well known that some thermo-chemical surface treatments like ion nitriding improve the fatigue performance of machine parts. Nitriding is a ferritic thermo-chemical treatment which is involving the diffusion of atomic nitrogen into the surface of materials to form a hard case in order to improve their wear, corrosion and fatigue performance. Ion nitriding process is being preferred recently in most surface hardening applications of machine parts since the process have the characteristics of faster nitrogen penetration, simplicity in application, cleanliness and economical aspects, as well as easier control of compound and diffusion layer formation.

After a very detailed literature rewiev about ion nitriding and its application, it is decided to work with AISI 4340 which is used in most industry sectors for applications requiring higher tensile/yield strength. As a first step, the effect of ion nitriding process on the fatigue behavior of AISI 4340 steel has been investigated by making some experiments with various nitriding temperatures and time. Additionally, influencing factors such as microstructure of base metal, surface roughness and thickness of diffusion layer for fatigue strength are analyzed. Finally, the optimum ion nitriding condition which gives the highest fatigue strength is determined by taking into consideration case depth, surface hardness, diffusion and compound layer thickness, and fatigue strength limit have been obtained.

ÖNSÖZ ve TEŞEKKÜR

Tezimi yöneten, bilgi ve tecrübesiyle çalışmama ışık tutan tez danışmanım Sn.Prof.Dr. Erdinç KALUÇ 'a değerli yardımları için sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Deney parçalarının hassas bir şekilde hazırlanması için tüm olanaklarını sunan Sedemak Makina'dan Sn.Sedat DEMİR'e, ıslah işlemlerindeki yardımlarından dolayı Tam Çelik Isıl İşlem Sanayi T.A.Ş 'den Sn.Mehmet AYDIN 'a, iyon nitrürleme ısıl işlemlerindeki yardımları için İstanbul Isıl İşlem Ltd. Şti. 'den Met.Yük.Müh. Sn.T.Soydan KENEŞ 'e teşekkürü bir borç bilirim. Ayrıca, laboratuvar olanaklarından her zaman yararlandığım Mannesmann Boru T.A.Ş Kalite Kontrol departmanı yönetici ve çalışanlarına, deneysel çalışmalarım sırasında ortaya çıkan mekanik sorunların giderilmesindeki yardımlarından dolayı Öğr.Gör. Sn.Ahmet ÇALIŞKAN 'a, Sn.Selahattin ANÇEL 'e, Sn.Murat AŞLAK 'a ve Sn.Vedat ÖZUNCA 'ya şükran borcumu belirtmek isterim.

Çalışmamın her aşamasındaki yardımları için sevgili eşim Mannesmann Boru T.A.Ş Spiral Boru Üretim Şefi Dr.Müh. Kahraman ŞİRİN 'e ve yaşamımda yer aldıkları için sevgili çocuklarım Faik ve Kaan Güray 'a kucak dolusu sevgi ve teşekkürlerimi sunarım. Benimle her zaman gurur duyan ve yardımlarını esirgemeyen sevgili anne ve babama da sonsuz teşekkürler.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	ii
ABSTRACT	iii
ÖNSÖZ ve TEŞEKKÜR	iv
İÇİNDEKİLER	v
SİMGELER ve KISALTMALAR	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
TABLolar DİZİNİ	xvi
BÖLÜM 1. GİRİŞ	1
BÖLÜM 2. YÜZEY SERTLEŞTİRME YÖNTEMLERİ	8
2.1. Nitrürleme Yöntemleri	10
2.1.1. Katı (Toz) Nitrürleme Yöntemi	10
2.1.2. Sıvı (Tuz) Nitrürleme Yöntemi	10
2.1.3. Gaz Nitrürleme Yöntemi	11
2.1.4. Geleneksel Nitrürleme Yöntemlerinin Kısıtları	12
2.2. İyon (Plazma) Nitrürleme Yöntemi	14
2.2.1 İyon Nitrürlemenin Prensibi	15
2.2.1.1. Ekipman ve Proses Değişkenleri	15
2.2.1.2. Elektriksel Boşalımın (Glow Discharge) Kontrolü ve Tekniği	16
2.2.2. Plazmanın Oluşumu ve İş Parçası ile Etkileşimi	17
2.2.2.1. Saçılma	18
2.2.2.2. Isıtma	19
2.2.2.3. Yoğuşma	19
2.2.3. Azotun Yayınımı	20
2.2.4. İyon Nitrürlenmiş Yüzey Tabakasının Yapı ve Özellikleri	21
2.2.4.1. Beyaz Tabaka	22
2.2.4.2. Yayınım Bölgesi	33

2.2.5.	İyon Nitrürleme İşleminin Temel Değişkenleri	43
2.2.5.1.	İşlem Sıcaklığı	43
2.2.5.2.	İşlem Süresi	45
2.2.5.2.1	İyon nitrürleme süresinin şekil değişimine etkisi ...	46
2.2.5.3.	Gaz Bileşimi	47
2.2.5.4.	Ortam Basıncı ve Uygulanan Gerilim	48
2.2.6.	Malzemenin İyon Nitrürleme Performansına Etkisi	48
2.2.6.1.	Alaşım Elementlerinin Etkisi	49
2.2.6.2.	Malzeme Ön Isıl İşlem Koşulları ve Mikroyapının Etkisi	59
2.2.7.	İyon Nitrürleme Yönteminin Malzemenin Fiziksel Özelliklerine Etkisi	61
2.2.7.1.	Çarpılma	61
2.2.7.2.	Hacimsel değişim	62
2.2.7.3.	Yüzey pürüzlülüğü	62
2.2.8.	Aşınma ve Sürtünme Katsayısındaki Değişim	63
2.2.9.	İyon Nitrürleme İşleminin Malzemenin Korozyon Davranışına Etkisi	66
2.2.10.	Endüstriyel Uygulamalar ve Maliyet Analizi	67
2.2.11.	İyon Nitrürleme İşleminin Üstünlükleri ve Kısıtları	69
BÖLÜM 3.	YORULMA DAYANIMI	71
3.1.	Yorulma Kırılması.....	71
3.2.	Yorulma Dayanımı.....	72
3.3.	İyon Nitrürlemenin Yorulma Dayanımına Etkisi	76
3.3.1.	Yayınım Tabaka Kalınlığının Yorulma Dayanımına Etkisi	79
3.3.2.	Ana Malzeme Sertlik Değerinin Yorulma Dayanımına Etkisi	81
3.3.3.	Artık gerilmenin Yorulma Dayanımına Etkisi	83
3.3.4.	Katışıkların Yorulma Dayanımına Etkisi	87
BÖLÜM 4.	ÇALIŞMANIN AMACI VE PLANLANMASI.....	89
BÖLÜM 5.	DENEYLERİN YAPILIŞI VE DENEY SONUÇLARI.....	93

5.1. Deneý Paralarının Hazırlanması	93
5.1.1. İyon Nitrüleme İşlemi.....	95
5.2. Deneýlerin Yapılışı ve Deneý Ekipmanları	97
5.2.1 Yorulma Deneýleri.....	97
5.2.2. Yüzeý pürüzlülük ölçümleri.....	99
5.2.3. Mikro sertlik dağılımının belirlenmesi.....	100
5.2.4. Optik mikroskop alıřmaları.....	101
5.2.5. ekme Deneýi	101
5.2.6. Tarama elektron mikroskobu (SEM) alıřması	102
5.2.7. X-ıřınları analizi.....	102
5.3. Deneý Sonuları	102
BÖLÜM 6. DENEY SONULARININ İRDELENMESİ.....	116
6.1. Yorulma Dayanım Deęerlerinin Belirlenmesi	116
6.1.1. Yorulma dayanımı deęerinin hesaplama yöntemi ..	116
6.1.2. Tüm kořullar için yorulma dayanım deęerlerinin belirlenmesi	121
6.2. İyon Nitrüleme İşlem Deęiřkenlerinin Yorulma Dayanımına Etkisinin İncelenmesi	140
6.3. Malzeme Mikroyapısının Yorulma Dayanımına Etkisinin İncelenmesi	142
6.4. Yüzeý Pürüzlülüęünün Yorulma dayanımına Etkisinin İncelenmesi	144
6.5. Yayınım Tabaka Kalınlıęının Yorulma dayanımına Etkisinin İncelenmesi	146
6.6. Beyaz Tabakanın İncelenmesi	155
6.7. Kırılma Yüzeýlerinin İncelenmesi	160
6.8. ekme Deneýi Sonularının İncelenmesi	165
BÖLÜM 7. SONULAR.....	166
KAYNAKLAR	169
KİŐİSEL YAYIN VE ESERLER	179
ÖZGEÇMİŐ	180

SİMGELER DİZİNİ ve KISALTAMALAR

E_{iyon}	: İyon enerjisi
E_{kin}	: Kinetik enerji
A	: İş
Q	: Isı enerjisi
Q	: Aktivasyon enerjisi
D	: Yayınım katsayısı
R	: Gaz sabiti
T	: İyon nitrüleme sıcaklığı
t	: İyon nitrüleme süresi
HV	: Vickers sertlik değeri
$\Delta\sigma$: Gerilme alanı
σ_m	: Ortalama gerilme
σ_a	: Gerilme genliği
σ_{max}	: Maksimum gerilme
σ_{min}	: Minimum gerilme
R	: Gerilme oranı
A	: Büyüklük oranı
D	: Parçanın kritik çapı
t	: Yayınım tabaka kalınlığı
σ_y	: Yorulma dayanımı
σ_h	: Yayınım tabaka kalınlığı ile ana malzeme ara yüzeyinin yorulma dayanımı
σ_e	: Uygulanan eğme gerilmesi
σ_N	: Net gerilme
σ_y	: Yorulma dayanımı
σ_k	: Yayınım tabakasinda oluşan basma artık gerilmesi
σ_ϕ	: Çekirdekte oluşan çekme artık gerilmesi
A_k	: Yayınım tabakasının alanı (mm ²)
A_ϕ	: Çekirdek alanı (mm ²)

- K_t : Gerilme yığılması
 P : Uygulanan ağırlık (N)
 L : Moment kolu uzunluğu (mm)
 d : Parçanın kritik çapı (mm)
 σ : Uygulanan gerilme (N/mm^2)
 $\%R$: Tekrar sıklığı
 k : Minimum deney parça sayısı
 R_a : Aritmetik ortalama pürüzlülük (μm)
 R_y : Maksimum profil yüksekliği (μm)
 R_z : On-nokta yüksekliği (μm)
 l : Ölçüm uzunluğu (mm)
 n_i : Ölçüm tekrar sıklığı
 L : Toplam ölçü uzunluğu (mm)
 Y_p : En yüksek tepe noktasının uzunluğu (μm)
 Y_v : En derin çukur noktasının uzunluğu (μm)
 Y_i : Tepe yüksekliği
 N : Ölçüm sahası içindeki toplam tepe sayısı
 S : Uygulanan gerilme (MPa)
 N : Uygulanan gerilme sonucu elde edilen çevrim
 $R_{p0,2}$: Akma dayanımı (N/mm^2)
 R_m : Çekme dayanımı (N/mm^2)
 $\%A$: % Kopma kesit daralması değeri

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1.	Yüzey sertleştirme yöntemleri	8
Şekil 2.2.	Yüzey sertleştirme yöntemlerinin karşılaştırılması	9
Şekil 2.3.	Farklı nitrürleme yöntemleri ile elde edilen yayınım tabaka kalınlıklarının nitrürleme süresi ile değişimi (Taylor and Tookey 1981)	13
Şekil 2.4.	İyon nitrürleme ekipmanının şematik görünümü	15
Şekil 2.5.	Farklı elektriksel boşalma türlerinin akım-gerilim karakteristiği (Çelik ve diğ. 2002)	17
Şekil 2.6.	İyon nitrürleme sırasında yüzeyde oluşan reaksiyonlar (Nitron GmbH)	18
Şekil 2.7.	İyon nitrürlenmiş malzeme yüzeyinin kesit görüntüsü	22
Şekil 2.8.	Nitrürleme süresi ile beyaz tabaka kalınlığı arasındaki ilişki (Çelik 1993)	23
Şekil 2.9.	Nitrürleme sırasında beyaz tabakanın gelişimi (Genel 1999)	24
Şekil 2.10.	Fe-N denge diyagramı (Genel 1999)	25
Şekil 2.11.	Gaz bileşimi ile beyaz tabaka arasındaki ilişki (Metals Handbook 1991)	25
Şekil 2.12.	N ₂ oranı ile beyaz tabaka kalınlığı arasındaki ilişki (Sun and Bell 1991)	26
Şekil 2.13.	İyon nitrürlenmiş AISI 5140 çeliğinin SEM görüntüsü (Karakan 2003)	27
Şekil 2.14.	%C miktarının beyaz tabaka kalınlığına etkisi (Cho and Lee 1980) .	28
Şekil 2.15.	Nitrürleme süresinin beyaz tabaka kalınlığına etkisi (Cho and Lee 1980)	29
Şekil 2.16.	İyon nitrürlenmiş AISI 5140 çeliğinde beyaz tabakanın gelişimi (Alsaran and Çelik 2001)	30
Şekil 2.17.	Beyaz tabaka kalınlığının farklı sıcaklıklarda nitrürleme süresi ile değişimi (Metin and İnal 1987)	31

Şekil 2.18. Beyaz tabaka kalınlığının nitrürleme sıcaklığı ile değişimi (Çelik and Karadeniz 1996).....	31
Şekil 2.19. 600 °C de iyon nitrürlenmiş AISI 8620 çeliğinin SEM görüntüsü (b: beyaz tabaka, c:braunite, d:yayınım tabakası) (Çelik ve diğ. 2001) ..	32
Şekil 2.20. Yayınım tabaka kalınlığının sıcaklık ve süreye bağlı olarak değişimi (Probhudev 1992).....	36
Şekil 2.21. Nitrürleme sıcaklığının yüzey sertlik değerine etkisi (Sun and Bell 1991).....	36
Şekil 2.22. Nitrürleme sıcaklığının sertlik derinliğine etkisi (Robino and Inal 1983).....	36
Şekil 2.23. Yayınım tabaka kalınlığının zamanın karekökü ile doğrusal artışı (Sun and Bell 1991)	37
Şekil 2.24. İyon nitrürlenmiş AISI 5140 çeliğinde yayınım tabakasının gelişimi (Alsaran and Çelik 2001)	38
Şekil 2.25. a)Yayınım tabaka kalınlığının zamanla değişimi (N_2+H_2), b)Yayınım tabaka kalınlığının zamanla değişimi (N_2) (Metin and Inal 1987)	39
Şekil 2.26. Aynı koşullarda, farklı gaz karışımlarında iyon nitrürlenmiş AISI 4340 çeliğinde sertlik dağılımı (Hudis 1973)	40
Şekil 2.27. Karışım gazdaki %C oranının sertlik değerine etkisi (Cho and Lee 1980)	40
Şekil 2.28. İşlem sıcaklığının yüzey sertliğine etkisi (Cho and Lee 1980)	40
Şekil 2.29. Artık gerilme dağılımı (Sun and Bell 1991)	41
Şekil 2.30. İyon nitrürlenmiş EN 40B çeliğinde N ve C 'nun dağılımı (Sun and Bell 1991)	42
Şekil 2.31. Çelikteki %C miktarının sertlik dağılımına etkisi (Sun and Bell 1991)	43
Şekil 2.32. a) Beyaz tabaka kalınlığının nitrürleme sıcaklığı ile değişimi, b)Yayınım tabaka kalınlığının nitrürleme sıcaklığı ile değişimi, c)Yüzey sertliğinin nitrürleme sıcaklığı ile değişimi (Jones 1975) ...	44
Şekil 2.33. Yayınım tabaka kalınlığının zamanın karekökü ile doğrusal artışı (Robino and Inal 1983)	45

Şekil 2.34. a) Alaşım elementlerinin yüzey sertliğine etkisi (Thelning 1987), b)Alaşım elementlerinin yayınım tabaka kalınlığına etkisi	50
Şekil 2.35. Yayınım tabaka kalınlığının nitrürleme süresine bağlı olarak gelişimi (Miyamura et al 1986)	50
Şekil 2.36. a) Nitrürleme süresinin sertlik dağılımına etkisi, b) % Ti miktarının sertlik dağılımına etkisi (Miyamura et al 1986)...	51
Şekil 2.37. Fe-Ti alaşımında Ti içeriğinin sertliğe etkisi (Kirkwood et al 1974).	51
Şekil 2.38. Farklı bileşime sahip çeliklerin sertlik dağılımı (Seybolt 1969)	52
Şekil 2.39. Yayınım tabakasının %V 'a bağlı olarak gelişimi (Bor and Atasoy 1977)	53
Şekil 2.40. % V içeriği ile yüzey sertliğinin değişimi (Bor and Atasoy 1977)....	54
Şekil 2.41. Nitrürleme sıcaklığı ve %V içeriğinin yüzey sertliğine etkisi (Bor and Atasoy 1977)	54
Şekil 2.42. Farklı oranlarda Al ve Cr içeren AISI 1040 çeliğinin sertlik dağılımı (Inal and Ozbaysal 1986)	55
Şekil 2.43. Farklı bileşime sahip AISI 1040 çeliğinin sertlik dağılımı (Inal and Ozbaysal 1986)	56
Şekil 2.44. Aynı koşullarda iyon nitrürlenmiş farklı bileşimdeki çeliklerin sertlik dağılımı (Robino and Inal 1983)	56
Şekil 2.45. Aynı koşullarda iyon nitrürlenmiş farklı bileşimdeki çeliklerin sertlik dağılımı (N ₂ /H ₂ : 25/75, 6 saat, 500°C) (Spalvins 1983)	57
Şekil 2.46. a)%C miktarının beyaz tabaka kalınlığına etkisi (Cho&Lee 1980), b)% C miktarının yayınım tabaka kalınlığı üzerindeki etkisi	58
Şekil 2.47. Malzemedeki %C miktarının azotun yayınım katsayısına etkisi (Sun and Bell 1991)	59
Şekil 2.48. Farklı iyon nitrürleme koşullarındaki aşınma davranışı eğrileri (Sun and Bell 1991)	63
Şekil 2.49. İyon nitrürleme işlem değişkenlerinin beyaz tabaka gelişimine ve aşınma hızına etkisi (Aksaran 2003)	64
Şekil 3.1. Yorulma kırılmasının oluşumu	72
Şekil 3.2. A. Wöhler tarafından çizilen S-N eğrisi	73
Şekil 3.3. Sabit büyüklükte gerilme durumları (Dowling 1999).....	74

Şekil 3.4.	Çentiksiz numunelerde, farklı ortalama gerilmelerde uygulanan aksenal yükleme sonucunda elde edilen S-N eğrileri (Dowling 1999)	76
Şekil 3.5.	Gaz ve iyon nitrürleme yöntemlerinin yorulma dayanımına etkisi (Jones 1975)	78
Şekil 3.6.	Yorulma dayanımının $D/(D-2t)$ ile değişimi (Bell and Loh 1982)	80
Şekil 3.7.	a) Yorulma dayanımının sertlik ve artık gerilme ile değişimi (Genel 1999), b) Kesit içerisinde sadece gerilme durumunu alan basitleştirilmiş yaklaşım	82
Şekil 3.8.	Düşük alaşımli çeliklerde yorulma dayanımının malzeme sertliği ile değişimi (Genel 1999)	83
Şekil 3.9.	1 saat süre ile iyon nitrürlenmiş parçalarda net gerilmenin dağılımı (Genel et al 2000)	86
Şekil 3.10.	16 saat iyon nitrürlenmiş parçalarda net gerilmenin dağılımı (Genel et al 2000)	86
Şekil 5.1.	Yorulma deney parçasının boyutları	94
Şekil 5.2.	Çekme deney parçasının boyutları	94
Şekil 5.3.	Disk deney parçasının boyutları	94
Şekil 5.4.	Parlatılmış deney parçalarının görünümü	95
Şekil 5.5.	Deneylerin gerçekleştirildiği iyon nitrürleme fırınının görünümü	96
Şekil 5.6.	Yorulma cihazında deney parçasının konumu ve yükleme durumu ..	97
Şekil 5.7.	Deneylerde kullanılan yorulma cihazının görünümü	98
Şekil 5.8.	Yüzey pürüzlülüğü ölçümüne ait geometrik büyüklüklerinin gösterimi	99
Şekil 5.9.	Deney parçalarının yüzey pürüzlülük ölçümüne ait görüntüler	100
Şekil 5.10.	Mikro sertlik cihazının görünümü	101
Şekil 5.11.	Çekme deney cihazının görünümü	101
Şekil 5.12.	Çekme diyagramlarından örnekler	109
Şekil 6.1.	Yorulma deney sonuçlarının S-N diyagramına aktarılması (QT)	117
Şekil 6.2.	QT yorulma deney parçasına ait S-N eğrisi	119
Şekil 6.3.	Güvenilirlik bandının oluşturulması (QT)	120

Şekil 6.4.	S-N diyagramının oluşturulması (QT)	120
Şekil 6.5.	QT deney parçasına ait S-N eğrisi	122
Şekil 6.6.	Y deney parçasına ait S-N eğrisi	123
Şekil 6.7.	Q deney parçasına ait S-N eğrisi	124
Şekil 6.8.	Q.500.2 deney parçasına ait S-N eğrisi	125
Şekil 6.9.	Y.500.4 deney parçasına ait S-N eğrisi	126
Şekil 6.10.	Q.500.4 deney parçasına ait S-N eğrisi	127
Şekil 6.11.	QT.500.8 deney parçasına ait S-N eğrisi	128
Şekil 6.12.	Q.500.8 deney parçasına ait S-N eğrisi	129
Şekil 6.13.	Y.500.16 deney parçasına ait S-N eğrisi	130
Şekil 6.14.	Q.500.16 deney parçasına ait S-N eğrisi	131
Şekil 6.15.	Y.520.4 deney parçasına ait S-N eğrisi	132
Şekil 6.16.	Q.520.4 deney parçasına ait S-N eğrisi	133
Şekil 6.17.	Q.540.2 deney parçasına ait S-N eğrisi	134
Şekil 6.18.	Y.540.4 deney parçasına ait S-N eğrisi	135
Şekil 6.19.	Q.540.4 deney parçasına ait S-N eğrisi	136
Şekil 6.20.	Q.540.8 deney parçasına ait S-N eğrisi	137
Şekil 6.21.	Y.540.16 deney parçasına ait S-N eğrisi	138
Şekil 6.22.	Q.540.16 deney parçasına ait S-N eğrisi	139
Şekil 6.23.	İyon nitrüleme süresinin yoruma dayanımına etkisi	140
Şekil 6.24.	İyon nitrüleme sıcaklığının yoruma dayanımına etkisi	141
Şekil 6.25.	İyon nitrüleme işlemi ile yorulma dayanımındaki artış oranları (%)	141
Şekil 6.26.	a) Asil Çelik koşullarındaki AISI 4340 çeliğine ait mikroyapı, b) İslah edilmiş AISI 4340 çeliğine ait mikroyapı	142
Şekil 6.27.	İslah işleminin yorulma dayanımına etkisi	142
Şekil 6.28.	İslah işleminin iyon nitrülenmiş yapılarda yorulma dayanımına etkisi	143
Şekil 6.29.	İyon nitrüleme öncesi deney parçalarına ait yüzey pürüzlülük değerleri	144
Şekil 6.30.	Yüzey pürüzlülüğünün yorulma dayanımına etkisi	144
Şekil 6.31.	Yüzey pürüzlülüğünün iyon nitrüleme sonrası malzemenin yorulma dayanımı üzerindeki etkisi	145

Şekil 6.32. İyon nitürleme sonrası yüzey pürüzlülüğündeki değişim (Ra)	146
Şekil 6.33. Islah edilmemiş parçaların iyon nitürleme sonrası sertlik dağılımı ..	148
Şekil 6.34. Islah edilmiş parçaların iyon nitürleme sonrası sertlik dağılımı	149
Şekil 6.35. Yayınım tabaka kalınlığının nitürleme koşullarına bağlı olarak değişimi	150
Şekil 6.36. İyon nitürleme sıcaklığının yayınım tabakasının gelişimine etkisi ..	150
Şekil 6.37. Yayınım tabaka kalınlığı ile yorulma dayanımı arasındaki ilişki	151
Şekil 6.38. Bağlı kabuk kalınlığının yorulma dayanımına etkisi	153
Şekil 6.39. İyon nitürleme sıcaklığının yüzey sertliğine etkisi	154
Şekil 6.40. Yüzey sertliğinin nitürleme koşullarına bağlı olarak değişimi	154
Şekil 6.41. Beyaz tabaka kalınlığının nitürleme koşullarına bağlı olarak değişimi	156
Şekil 6.42. İyon nitürleme sıcaklığının beyaz tabaka kalınlığına etkisi	156
Şekil 6.43. 500 °C 'de 2, 4, 8 ve 16 saat süre ile iyon nitürleme sonrası elde edilen beyaz tabaka görüntüleri	157
Şekil 6.44. 540 °C 'de 2, 4, 8 ve 16 saat süre ile iyon nitürleme sonrası elde edilen beyaz tabaka görüntüleri	158
Şekil 6.45. İyon nitürlenmiş deney parçalarına ait X-ışınları analiz sonuçları ...	159
Şekil 6.46. Islah koşullarındaki yorulma deney parçasının kırılma yüzeyinin görünümü (560 MPa, 498000 çevrimde kırıldı)	161
Şekil 6.47. Q.500.2.8 no 'lu yorulma deney parçasının kırılma yüzeyinin görünümü (900 MPa, 166900 çevrimde kırıldı)	162
Şekil 6.48. Q.540.16.6 no 'lu yorulma deney parçasının kırılma yüzeyinin görünümü (1100 MPa, 187200 çevrimde kırıldı)	163
Şekil 6.49. Y.540.16.1 no 'lu yorulma deney parçasının kırılma yüzeyinin görünümü (730 MPa, 1235000 çevrimde kırıldı)	164
Şekil 6.50. Çekme deneyi sonrası kopma yüzeyinin görünümü	165

TABLULAR DİZİNİ

Tablo 2.1.	Farklı koşullar altında iyon nitrürlenmiş AISI 5140 çeliğinin beyaz tabaka, yayınım tabakası ve yüzey sertlik değerleri (Karakan et al 2003)	27
Tablo 2.2.	Çeliğin bileşimindeki %C oranı ile beyaz tabaka özellikleri arasındaki ilişki (500 °C, 10 saat, NH ₃) (Sun and Bell 1991)	29
Tablo 2.3.	EN 40B çeliğinin farklı koşullarda iyon nitrürlenmesi sonucu elde edilen değerler (Karamış and Staines 1989)	32
Tablo 2.4.	Farklı koşullarda iyon nitrürlenmiş AISI 8620 çeliğinin sertlik ve tabaka kalınlık değerleri (Çelik et al 2001)	33
Tablo 2.5.	Nitrürlenmede oluşan demir esaslı nitrürler ve bazı özellikleri (Genel 1999).....	35
Tablo 4.1.	AISI 4340 çeliğinin kimyasal bileşimi	89
Tablo 4.2.	Deneysel çalışmalardaki iyon nitrürlenme sıcaklık ve süreleri	91
Tablo 5.1.	Deneysel çalışmada kullanılan AISI 4340 çeliğinin kimyasal bileşimi	93
Tablo 5.2.	Deneysel çalışmadaki malzeme grupları	93
Tablo 5.3.	İyon nitrürlenme koşullarına ait işlem parametreleri	96
Tablo 5.4.	Yorulma cihazının karakteristik değerleri	97
Tablo 5.5.	ASTM-E 739-91 standardına göre yorulma deneylerinde kullanılması gereken deney parça sayısı ve tekrar sıklığı değerleri	99
Tablo 5.6.	Yorulma deney parçalarının iyon nitrürlenme öncesi yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri (µm)	103
Tablo 5.7.	Parlatılmış disk deney parçalarının iyon nitrürlenme öncesi yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri (µm)	104
Tablo 5.8.	Disk deney parçalarının 16 saat süre ile iyon nitrürlenme sonrası yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri (µm)	104
Tablo 5.9.	Disk deney parçalarının 2 saat süre ile iyon nitrürlenme sonrası yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri (µm)	105

Tablo 5.10.	İyon nitürleme öncesi malzemelerin sertlik değerleri (HV _{0,2})	105
Tablo 5.11.	İslah edilmemiş deney parçalarının iyon nitürleme sonrası sertlik ölçüm değerleri (HV _{0,2}).....	106
Tablo 5.12.	İslah edilmiş deney parçalarının iyon nitürleme sonrası sertlik ölçüm değerleri (HV _{0,2})	107
Tablo 5.13.	Beyaz tabaka kalınlık değerleri (µm)	108
Tablo 5.14.	Çekme deney sonuçları	108
Tablo 5.15.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (QT)	110
Tablo 5.16.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y)	110
Tablo 5.17.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q)	110
Tablo 5.18.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.500.2)	111
Tablo 5.19.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y.500.4)	111
Tablo 5.20.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.500.4)	111
Tablo 5.21.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (QT.500.8)	112
Tablo 5.22.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.500.8)	112
Tablo 5.23.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y.500.16)	112
Tablo 5.24.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.500.16)	113
Tablo 5.25.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y.520.4)	113
Tablo 5.26.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.520.4)	113
Tablo 5.27.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.540.2)	114
Tablo 5.28.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y.540.4)	114
Tablo 5.29.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.540.4)	114
Tablo 5.30.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.540.8)	115
Tablo 5.31.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y.540.16)	115
Tablo 5.32.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.540.16)....	115
Tablo 6.1.	Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (QT)	117
Tablo 6.2.	S-N denkleminin elde edilmesi için hesaplanan değerler (QT)	119
Tablo 6.3.	Tüm yorulma deney koşullarına ait S-N denklemi ve % 95'lik güvenilirlik için yorulma dayanımı aralığı ile 10 ⁶ çevrim için yorulma dayanımı değeri	121
Tablo 6.4.	İyon nitürleme sonrası her bir koşula ait mikro sertlik dağılımı .	147
Tablo 6.5.	Yorulma deney parçalarına ait bağıl kabuk alan değerleri	152

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Günümüzde, bir çok uygulamada aşınmaya, korozyona ve yorulmaya karşı dayanımı yüksek, sert bir yüzeye sahip malzemelere gereksinim duyulmaktadır. Çeliklerin, söz konusu bu özelliklerini artırmak amacıyla, malzeme yüzeyinde sert bir tabaka oluşturma işlemine “yüzey sertleştirme” adı verilir. Endüstriyel uygulamalarda geniş bir kullanım alanına sahip olan yüzey sertleştirme yöntemleri, özellikle darbeli koşullarda yorulmaya uğrayan makina parçalarına uygulanmaktadır. Yüzeyi sertleştirilmiş bir parçada, çekirdeğin yüzeye göre daha yumuşak ve tok olması parçanın darbe direncini artırmakta, buna karşın yüzey ve yüzeye yakın bölgelerde yüzey sertleşmesi sonucunda hem sertlik değerinin artması hem de basma gerilmelerinin oluşması ile parçanın yorulmaya karşı dayanımı artmaktadır.

Genel olarak, katı, sıvı ve gaz ortamında gerçekleştirilmekte olan termo-kimyasal yüzey işlemlerinde, plazma ortamının (iyon nitrüleme) kullanımı da gittikçe yaygınlaşmaktadır. Plazma destekli yayılım işlemlerinde amaç, karbon veya azot gibi arayer atomlarını parça yüzeyine göndermektir. Bu atomlar malzeme içerisinde bulunan alaşım elementleriyle birleşerek aşınmaya, korozyona ve yorulmaya karşı dayanımı yüksek bir yapı oluşturur. İşlem süresinin kısa olması ve normal yüzey sertleştirme işlemlerine göre düşük sıcaklıklarda çalışabilme olanağı nedeni ile işlem sonrası iş parçasındaki çarpılma tehlikesinin az olması, oluşan içyapının önceden kontrol edilebilmesi, yüzey işlemi uygulanan malzemenin aşınma ve korozyona direncinin çok yüksek olması termokimyasal yüzey işlemlerinin en önemli üstünlükleridir.

İyon nitrüleme işlemi sırasında, nitrüleme reaksiyonu sadece yüzeyde olmayıp aynı zamanda azot atomlarının yüzeyden ana malzeme merkezine doğru yayılımı nedeni ile yüzey altında da oluşur. Sonuç olarak, yüzeyde oluşan ince ve sert demir nitür tabakası (3-5 μm) ile birlikte yüzeyin hemen altında daha kalın (~500 μm) ve sertliği 1000 Hv değerine ulaşabilen bir yayılım bölgesi oluşur.

Yayınım bölgesinde, ana malzemenin merkezine doğru sertlik ve azot yoğunluğunda düşüş olur. Beyaz tabaka ve yayınım tabakasının yapısal özellikleri, iyon nitrürlenmiş çeliklerin özelliklerini belirleyen en önemli etkidir. Beyaz tabaka, iyon nitrürlenmiş çeliklerin tribolojik ve korozif özelliklerinin artmasına katkı sağlarken, yayınım tabakası da çeliklerin tribolojik özelliklerini ve yorulma dayanımını artırıcı yönde etki gösterir. Bu olumlu etkileri nedeni ile, iyon nitrüleme yöntemi çok geniş bir uygulama alanı bulmaktadır. Katı, sıvı ve gaz nitrüleme yöntemlerinin aksine, iyon nitrüleme yönteminde beyaz tabaka ve yayınım tabakasının yapısal özelliklerini ve tabaka gelişimini gerilim, akım, gaz basıncı, gaz bileşimi, sıcaklık ve süre gibi değişkenler yardımı ile kontrol altında tutma olanağı vardır.

İyon nitrüleme yöntemi ilk olarak, plastik endüstrisinde kullanılan makine ve döner piston parçalarında oluşan ve diğer yöntemlerle giderilemeyen aşınma ve mukavemet problemlerinin çözümünde kullanılmış, daha sonra savunma, uçak, makine sanayiinde yerini hızla alarak başta Almanya, Fransa, Avustralya ve Japonya olmak üzere tüm dünyada yaygınlaşmıştır. Çarpılmaların minimum düzeyde tutulması nedeni ile, iyon nitrüleme yöntemi otomotiv, kalıp ve uçak sanayii gibi dar toleranslarla çalışılan sektörlerde diğer yüzey sertleştirme yöntemlerinin yerini almıştır. İyon nitrüleme işleminin uygulanabileceği malzeme yelpazesi çok geniş olup, aşınma ve sürtünme problemlerinin belirgin olduğu yüksek hız çeliklerinde, sıcak ve soğuk iş takım çeliklerinde, kalıp malzemelerinde, alaşımlı ve alaşımsız çeliklerde, yapı çeliklerinde, sementasyon çeliklerinde, ısıl işlem çeliklerinde ve nitrür çeliklerinde yüzey özelliklerini iyileştirmek için yaygın olarak kullanılır.

Yinelenen ya da çevrimsel yük uygulamaları ile zorlanan malzemelerde, yorulma nedeni ile çekme ve akma dayanımının çok altındaki gerilme değerlerinde bile kırılma meydana gelebilir. Sünek malzemelere, tekrarlı gerilmelerin uygulanması durumunda, yorulma nedeni ile oluşan kırılmaya “yorulma kırılması” adı verilir. Tekrarlı zorlanmalar altında, malzemede belirgin bir plastik şekil değiştirme olmaksızın çatlak oluşur ve bu çatlak yayılarak parça içinde hızla ilerler ve sonuç olarak ani kırılma oluşur. Yorulma kırılması gevrek türde olduğundan, malzemenin neresinde ve ne zaman oluşacağını önceden kestirmek zordur. Diğer yüzey sertleştirme yöntemlerinde olduğu gibi, iyon nitrüleme yöntemi ile de malzemenin

yorulma dayanımını arttırmak olanaklıdır. Yorulma davranışı, yüzey özelliklerinin değiştirilmesi ve yayınma bölgesinde oluşan bir dizi olayla ilişkilidir. İyon nitürleme işlemi sırasında, oluşan yayınım tabakası nedeniyle yüzeyde basma artık gerilmeleri oluşur. Kuvvet dengesinden ana malzeme de çekme artık gerilmeleri oluşur. Artık gerilme ve yüzey sertliğinin artması yorulma ömrünü artırır. Zira, oluşan ince ve sert tabaka plastik şekil değişimini engeller. Bu bölgedeki kayma bantları sadece çok yüksek gerilmelerle harekete geçirilebildiği için, çatlak başlangıcının kaynağı olan plastik şekil değişimi yüzey altında oluşur. Kayma bantlarının yüzeyde oluşumunun engellenmesi, çatlak başlangıcını ve ilerlemesini geciktirdiğinden yorulma dayanımı artar. İyon nitürleme yöntemi ile, yorulma dayanımındaki artış, yalın karbonlu ve düşük alaşımlı çeliklerde oldukça yüksek iken (%100 değerine kadar), alaşımlı çeliklerde (~%50) daha azdır.

Düşük alaşımlı çeliklerin iyon nitürlenmesi ile yorulma dayanımındaki artış, dünyada olduğu gibi ülkemizde de bir çok araştırmacı tarafından incelenmiştir. Tez çalışmasının başlangıç aşamasında yapılan incelemede, otomotiv ve uçak sanayisinde, krank millerinde, vites parçalarında ve güç aktarma organlarında yaygın olarak kullanılan AISI 4340 çeliğinin özellikle ülkemizde böylesi bir akademik araştırma konusu olmadığı görülmüş ve tez çalışmasının bu malzeme ile yapılmasına karar verilmiştir. AISI 4340 çeliği, daha yüksek mukavemet ve tokluk özelliklerinin istendiği uygulamalarda AISI 4140 ve AISI 4150 çeliklerinin yerini almaktadır. Ni, Cr ve Mo içeren düşük alaşımlı AISI 4340 çeliğinin mukavemet değerlerini, yüksek tokluk özelliklerini kaybetmeksizin, ısıtma yolu ile artırma olanağı vardır. Ayrıca, tavlama, normalizasyon ya da sertleştirme gibi ısıtma işlemler sonrasında bile bilinen tüm geleneksel talaşlı imalat yöntemleri ile işlenebilme özelliğine sahiptir.

Bu çalışmada, malzeme başlangıç mikroyapısının, yüzey pürüzlülüğünün ve iyon nitürleme işlem koşullarının yorulma dayanımına etkisinin araştırılması ve AISI 4340 çeliğine maksimum yorulma dayanımı sağlayan sıcaklık ve süre gibi optimum iyon nitürleme işlem parametrelerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Yorulma dayanımını belirlemek için yapılan deneysel çalışmalarda, gerek deney parçasının boyutları gerekse yüzey kalitesi sağlıklı sonuçların elde edilebilmesi için son derece önemlidir. Yorulma deney parçaları DIN 50113, çekme deney parçaları ise EN

10002 standardına göre hazırlanmıştır. Ayrıca, yayınım ve beyaz tabaka kalınlıklarının ölçümü, sertlik dağılımı ve tabakaların optik mikroskop görüntülerinin alınabilmesi için, $\phi 20$ mm çapında 15 mm uzunluğunda disk biçiminde deney parçaları hazırlanmıştır. Yüzey hatalarının getireceği olumsuz etkileri kaldırmak için tüm deney parçaları, CNC torna tezgahında yüksek boyut ve yüzey hassasiyetinde işlendikten sonra sırasıyla 200, 400, 600 ve 1200 numaralı zımpara ile zımparalanmış ve daha sonra yüzeyleri parlatılmıştır.

İyon nitrürleme yüzey sertleştirme işlemi uygulanacak malzemenin başlangıç mikroyapısı, ön ısıl işlem koşulları, kendine ait mukavemet değerleri ve yapısında içerdiği katışkılar, yorulma dayanımına en az iyon nitrürleme işlem parametreleri kadar birincil dereceden etkirler. İyon nitrürleme işlemi uygulanacak düşük alaşımlı çeliklerin, nitrürleme sonrası sertlik ve yorulma dayanımı gibi mekanik özelliklerini belirlemede, nitrürleme öncesi mikroyapının etkisi son derece önemlidir. Bu amaçla, Asil Çelik A.Ş. 'den yumuşatılmış koşullarda temin edilen malzemenin bir bölümü, 840 °C 'de 30 dakika süre ile ısıl işleme tabi tutulmuş ve daha sonra yağ banyosunda soğutulduktan sonra 600 °C 'de 2 saat süre ile temperlenerek ıslah işlemi uygulanmıştır. Böylelikle, iki farklı ön ısıl işlem koşuluna sahip malzeme grubu oluşturularak malzeme mikroyapı özelliklerinin gerek iyon nitrürleme öncesi gerekse iyon nitrürleme sonrası yorulma dayanımına ve mekanik özelliklerine etkisinin incelenmesine olanak sağlanmıştır. Deneysel çalışmalar yardımı ile, ıslah edilmiş AISI 4340 çeliğinin yorulma dayanımının 534 MPa, ıslah edilmemiş AISI 4340 çeliğinin yorulma dayanımının ise 350 MPa olduğu saptanmıştır. Islah işleminin uygulanması ile yorulma dayanımında yaklaşık %53 düzeyinde bir artış elde edilmiştir. Aynı koşullarda iyon nitrürleme sonrası, ıslah edilmiş AISI 4340 çeliğinin yorulma dayanımı değeri ıslah edilmemiş AISI 4340 çeliğinin yorulma dayanımından çok daha yüksek olup, bu durumun deneysel çalışmalardaki tüm nitrürleme koşulları için geçerli olduğu görülmüştür.

Yüzey pürüzlülüğünün yorulma dayanımı üzerindeki etkisi çentik etkisine benzerdir. Malzeme yüzeyindeki kalıntılar, küçük çizikler, çentik ve kaba yüzey profili gibi yüzey hataları bu bölgelerde gerilme yığılmasına ve çatlak başlangıç potansiyeli yüksek bölgelerin oluşmasına yol açar. Çeliklerdeki yorulma kırılmasının bir çoğu

yüzey düzgünlüklerinden başlamaktadır. Yüzey ne denli düzgün olursa yorulma dayanımında o denli yüksek olur. Yüzey hatalarının getireceği olumsuz etkileri kaldırmak için, tüm deney parçaları, yüksek boyut ve yüzey hassasiyetinde işlendikten sonra farklı kademelerde zımparalama ve son aşamada da parlatma işlemine tabi tutulmuştur. Ancak, ıslah edilmiş malzemenin hazırlanmış bir grup yorulma deney parçası grubuna zımparalama ve yüzey parlatma işlemi uygulanmayarak, CNC torna tezgahında talaş kaldırılmış durumdaki pürüzlülüğü korunmuştur. Böylelikle, iki farklı yüzey pürüzlülük koşullarına sahip malzeme grubu oluşturularak yüzey pürüzlülüğünün iyon nitrürleme öncesi ve sonrası yorulma dayanımına olan etkisini incelenmiştir.

Yapılan deneysel çalışmalar, yüzey pürüzlülüğünün artması ile malzemenin yorulma dayanımının düştüğünü göstermiştir. Islah edilmiş koşullarda, iyon nitrülenmemiş, yüzeyi parlatılmış deney parçalarının yorulma dayanımı 534 MPa iken, daha kaba yüzey profiline sahip olan parlatılmamış deney parçalarının yorulma dayanımı 458 MPa 'dır. Diğer bir deyişle, yüzey pürüzlülüğünün 0,96 μm 'dan 0,25 μm 'a düşmesi ile malzemenin yorulma dayanımında % 16,5 düzeyinde bir artışın olduğu saptanmıştır. Benzer durum iyon nitrürleme sonrasında da devam etmektedir. Örneğin, 500 °C sıcaklıkta 8 saat süre ile yapılan iyon nitrürleme sonrası, yüzey parlatma işlemi uygulanmamış ve uygulanmış deney parçalarının yorulma dayanımları sırasıyla 855 MPa ve 912 MPa olup, yüzey pürüzlülüğünün azalması ile yorulma dayanımında %6.7 'lik bir artış gözlenmiştir. Ayrıca, iyon nitrürleme sonrası, artan işlem sıcaklık ve süresiyle birlikte parçaların yüzey pürüzlülüğünün arttığı görülmüştür.

İyon nitrürleme işlem sıcaklığının, malzemenin nitrürleme öncesi görmüş olduğu ıslah koşullarındaki temperleme sıcaklığına yakın ya da daha yüksek olması durumunda, özellikle uzun süreli nitrürleme işlemlerinde oluşan aşırı temperleme sadece ana malzemenin yumuşamasına ve oluşan nitrürlerin irileşmesine neden olmayıp aynı zamanda nitrürlerin çözünmesine de yol açarak yorulma dayanımını düşürür. Söz konusu bu olumsuzluğa yol açmamak için iyon nitrürleme işleminin, 600 °C olarak seçilen temperleme sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda yapılmasına dikkat edilmiştir. Yayınım tabaka kalınlığının artması, yorulma çatlak başlangıcı

noktasını malzemenin merkezine doğru taşır. Bu ise, malzemenin yorulma dayanımının artması anlamına gelmektedir. İyon nitrürlenme işlemi yayılım kontrollü bir yüzey sertleştirme yöntemi olduğundan, elde edilecek olan yayılım tabakasının kalınlığı, sıcaklık ve sürenin bir fonksiyonu olarak gelişir. İyon nitrürlenme işlem değişkenlerinin yorulma dayanımı üzerindeki etkisini inceleyebilmek için 500 °C, 520 °C ve 540 °C olmak üzere üç farklı işlem sıcaklığı ve 2, 4, 8 ve 16 saat olmak üzere de dört farklı işlem süresi seçilmiştir. Sıcaklık ve süre değişkenleri ile oluşturulan her bir iyon nitrürlenme koşulu için, yorulma deneyleri yapılarak S-N eğrileri ve yorulma dayanımları belirlenmiştir. Yorulma deneyleri döner-eğmeli yorulma test cihazı yardımı ile yapılmıştır. Yorulma ömrü ile gerilme arasındaki ilişkinin belirlenmesine yönelik olarak yapılan istatistiki çalışmalar ASTM E 739-91 standardına göre yapılmıştır. Yorulma deneyi sonucunda oluşan kırık yüzeyinin genel görünümü, çatlak başlangıcı, çatlak ilerleme özelliklerinin incelenmesi ve çatlakla neden olan katışkı analizi, Tübitak-MAM 'da tarama elektron mikroskobu yardımı ile yapılmıştır.

Her bir iyon nitrürlenme koşulunda işleme tabi tutulan disk deney parçaları üzerinde mikrosertlik ölçümleri yapılarak hem yayılım tabaka kalınlığı hem de yüzey sertlikleri belirlenmiştir. Sertlik ölçümleri, yüzeyden 20 µm derinlikten başlayarak parçanın merkezine doğru belirli aralıklarla yapılarak beyaz tabakanın neden olabileceği yanılma ortadan kaldırılmış ve ana malzeme sertliğinin elde edildiği noktada ölçümler sonlandırılmıştır. Nitrürlenme sıcaklığının artması ile birlikte yüzey sertlik değerinin de arttığı saptanmıştır. En yüksek yüzey sertliğinin, 540 °C 'de 8 saat süre ile yapılan iyon nitrürlenme işleminde elde edildiği görülmüştür. 500 °C gibi daha düşük sıcaklıklarda yapılan iyon nitrürlenme işleminde, yayılan azot miktarının azalması nedeniyle oluşan nitrür yoğunluğunun yeterli olmayarak, elde edilen yüzey sertliğini düşürdüğü saptanmıştır. Ayrıca, nitrürlenme süresinin uzaması durumunda, yüzey sertliğinde önemli oranda azalmanın olduğu görülmüştür. Bunun olası nedeninin, oluşan nitrürlerin büyümesi olduğu düşünülmektedir.

İyon nitrürlenme işlemi yayılım kontrollü bir işlem olduğundan, işlem sıcaklığının ve işlem süresinin artmasıyla birlikte yayılım tabaka kalınlığının da arttığı görülmüştür. Sıcaklık ve sürenin en yüksek olduğu (540 °C ve 16 saat) koşulda, yayılım tabaka

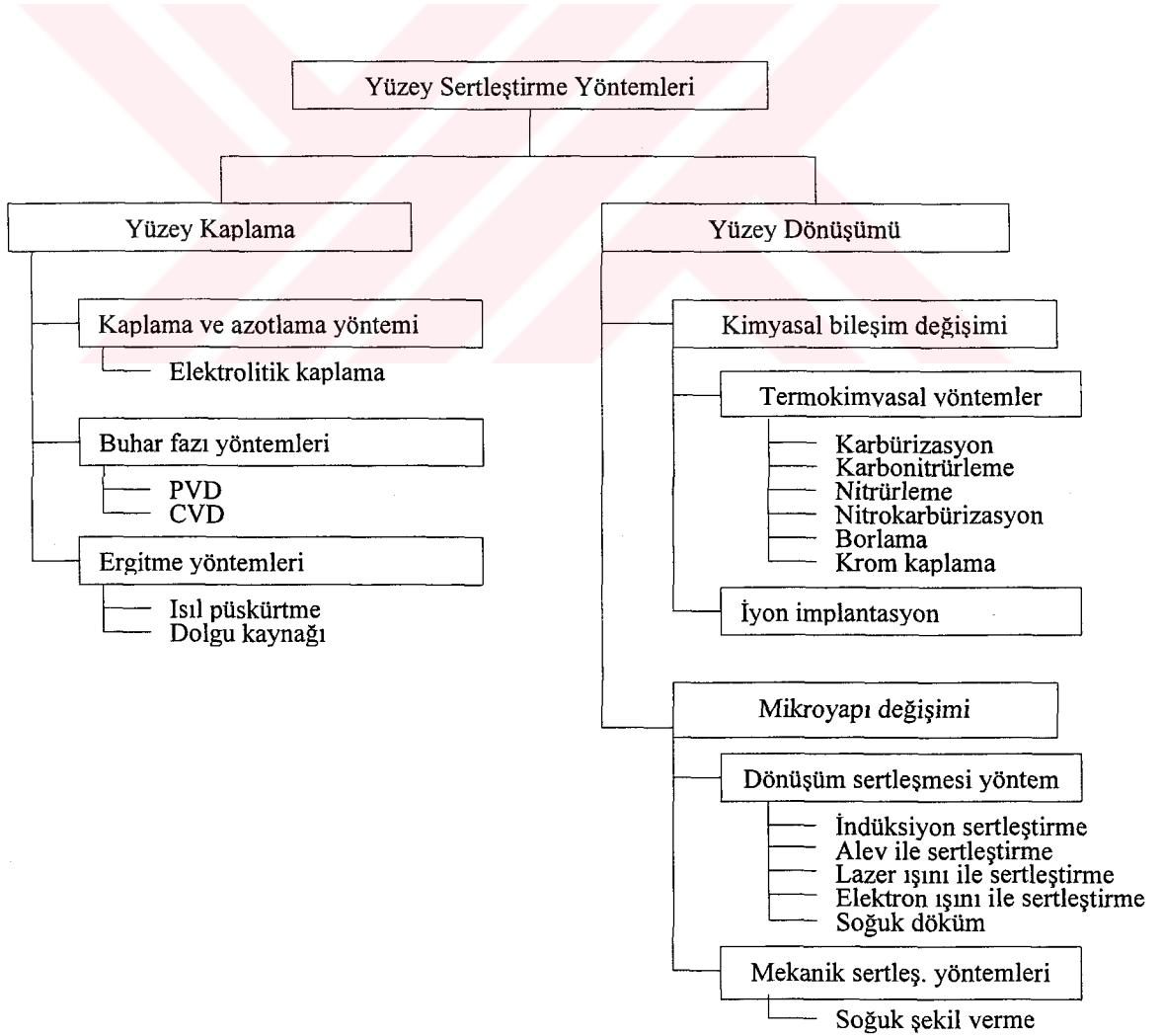
kalınlığının deneysel çalışmalarda elde edilen en yüksek değeri olan 510 μm 'a ulaştığı görülmüştür. İyon nitürleme sonrası, yayınım tabaka kalınlığının artması ile birlikte yorulma dayanımında arttığı görülmüştür. İyon nitürleme işlem süresinin ve sıcaklığının artması ile azotun yayınımı daha etkin olmuş ve yayınım tabaka kalınlığı artmıştır. Yorulma dayanımının en yüksek olduğu iyon nitürleme koşulunun 540 °C ve 16 saat olduğu saptanmıştır. İyon nitürleme öncesi uygulanan ıslah işlemindeki temperleme sıcaklığının 600 °C gibi yüksek bir değerde olması ve işlem süresinin en fazla 16 saat olması nedeniyle, yüzey sertliğinde oluşan düşüşün yorulma dayanımını azaltıcı bir etkisinin olmadığı görülmüştür.

Beyaz tabaka, esas olarak bir azot ve demir bileşiği olduğu için, içerdiği fazların türü, sayısı ve birbirlerine oranı malzemenin kimyasal bileşimi ve mikroyapılarından tamamen bağımsız olup, işlem gazı, süre ve sıcaklığa bağlı olarak gelişir. Farklı sıcaklık ve sürelerde gerçekleştirilen iyon nitürleme işlemi sonucunda oluşan beyaz tabaka kalınlıklarının ölçümü optik mikroskop yardımı ile yapılmıştır. İyon nitürleme işlem sıcaklık ve süresinin oluşan fazlara etkisini görebilmek amacı ile değişik koşullarda iyon nitürlenmiş deney parçalarının X-ışınları ile analizi Tübitak MAM 'da yapılmıştır. İyon nitürleme sıcaklığının 500 °C olması durumunda, beyaz tabaka $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ ve $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$ fazlarından oluştuğu, nitürleme süresinin artması ile (16 saat) $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ miktarının artarken $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$ miktarının azaldığı saptanmıştır. İyon nitürleme sıcaklığının 540 °C olması durumunda ise beyaz tabaka tamamıyla $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ fazından oluşmakta olup, nitürleme süresinin artması ile miktarının da arttığı görülmüştür.

Nitürleme sonrası mekanik özelliklerdeki değişimi belirlemek amacıyla, iyon nitürlenmemiş ve farklı koşullarda iyon nitürlenmiş deney parçalarına çekme deneyi yapılarak, akma ve kopma mukavemeti ile % uzama değerleri belirlenmiş ve iyon nitürleme koşullarına bağlı olarak bu değerlerdeki değişim saptanmıştır.

BÖLÜM 2. YÜZEY SERTLEŞTİRME YÖNTEMLERİ

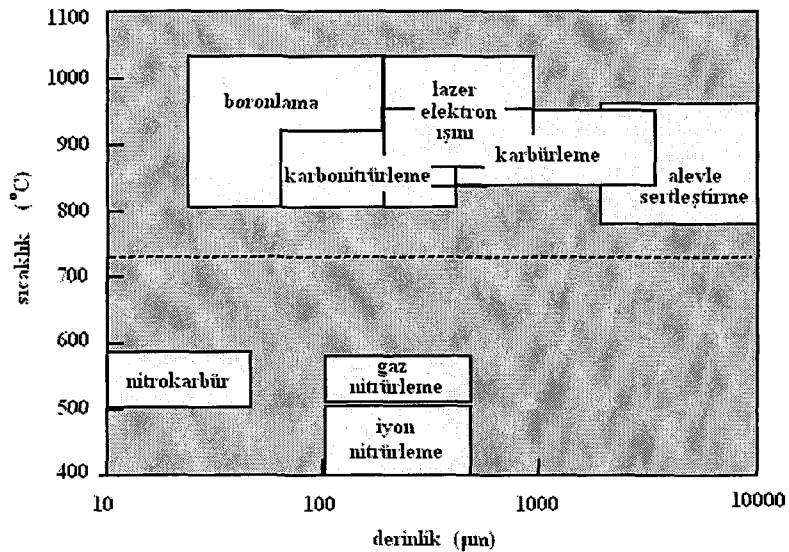
Günümüzde, bir çok uygulamada aşınmaya, korozyona ve yorulmaya karşı dayanımı yüksek, sert bir yüzeye sahip malzemelere gereksinim duyulmaktadır. Metallerin, özellikle de çeliklerin, söz konusu bu özelliklerini artırmak amacıyla malzeme yüzeyinde sert bir tabaka oluşturma işlemine “yüzey sertleştirme” adı verilir. Yüzey sertleştirme işlemlerinde (Şekil 2.1), dönüşüm sertleşmesi ve ergimeyi izleyen hızlı soğutma ile kimyasal bileşim değiştirilmeksizin yalnız malzeme yüzeyinin mikroyapısı değiştirilebileceği gibi, yayılım yolu ile kimyasal bileşimini de değiştirme olanağı vardır (Metals Handbook 1991, Budinski 1993).



Şekil 2.1. Yüzey sertleştirme yöntemleri.

Malzeme yüzeyinde sert bir tabaka elde etmenin bir diğer yolu da metal yüzeylerin kaplanmasıdır (Hutchings 1992, Bloyce 1995). Endüstriyel uygulamalarda geniş bir kullanım alanına sahip olan yüzey sertleştirme yöntemleri, özellikle darbeli koşullarda yorulmaya ve yüzeyi aşınmaya uğrayan makina parçalarına uygulanmaktadır. Yüzeyi sertleştirilmiş bir parçada, çekirdeğin yüzeye göre daha yumuşak ve tok olması parçanın darbe direncini artırmakta, buna karşın yüzey ve yüzeye yakın bölgelerde yüzey sertleşmesi sonucunda hem sertlik değerlerinin artması hem de basma gerilmelerinin oluşması ile parçanın yorulmaya karşı dayanımı artmaktadır (Metals Handbook 1991, Thelning 1987).

Genel olarak, katı, sıvı ve gaz ortamında gerçekleştirilmekte olan termo-kimyasal yüzey işlemlerinde, plazma ortamının kullanımı da gittikçe yaygınlaşmaktadır. Plazma destekli yayınım işlemlerinde amaç, karbon veya azot gibi arayer atomlarını parça yüzeyine göndermektir. Bu atomlar malzeme içerisinde bulunan alaşım elementleriyle birleşerek aşınmaya, korozyona ve yorulmaya karşı dayanımı yüksek bir yapı oluşturur. İşlem süresinin kısa olması ve normal yüzey sertleştirme işlemlerine göre düşük sıcaklıklarda (Şekil 2.2) çalışabilme olanağı nedeni ile işlem sonrası iş parçasındaki çarpılma tehlikesinin az olması, işlem sonrası oluşan içyapının önceden kontrol edilebilmesi, yüzey işlemi uygulanan malzemenin aşınma ve korozyona karşı direncinin çok yüksek olması termokimyasal yüzey işlemlerinin en önemli üstünlükleridir (Çelik ve diğ. 2002).



Şekil 2.2. Yüzey sertleştirme yöntemlerinin karşılaştırılması.

2.1. Nitrüleme Yöntemleri

Nitrüleme, demir esaslı malzemelerde 350 - 580 °C sıcaklık aralığında ferrit fazında azotun yayılması ile oluşan bir termokimyasal işlemdir. İlk olarak 1920 yılında kullanılmaya başlanmış ve bu tarihten itibaren endüstride geniş bir kullanım alanı bulmuştur. Nitrüleme yöntemi, azotun malzeme içindeki yayılım mekanizmasının farklılığına göre dört ana gruba ayrılır; bunlar, katı (toz) nitrüleme, sıvı (tuz) nitrüleme, gaz nitrüleme ve iyon (plazma) nitrüleme yöntemleridir.

2.1.1. Katı (Toz) Nitrüleme Yöntemi

Katı nitrasyon yönteminde, nitrülenecek olan parça nitrüleme tozları ile birlikte bir kutu içine yerleştirilir. Hazırlanan kutular sıkıca kapatıldıktan sonra, sıcaklığı 520 ile 570 °C olan bir fırına yerleştirilerek maksimum 12 saat süreyle nitrüleme işlemine tabi tutulurlar. Aynı kutu içinde, bir sıra sıcak toz ve bir sıra parça olacak şekilde, birden fazla parçanın nitrülenme olanağı vardır. Toz nitrüleme sonrası, çelik yüzeyinde oyuklaşmaların ve pullanmaların oluşması bu yöntemin en önemli kısıtlarından birisidir (Thelning 1987).

2.1.2. Sıvı (Tuz) Nitrüleme Yöntemi

Sıvı nitrüleme yöntemi alaşımsız, düşük alaşımlı ve yüksek alaşımlı çeliklerde yaygın olarak kullanılmakta olup, aynı zamanda demir esaslı döküm malzemelere de uygulanabilmektedir. Sıvı nitrüleme yöntemi, %25-50 siyanür ve %50 oranında siyanat içeren siyanürlü tuz banyolarında yapılmakta olup, düşük sıcaklıklarda azot ayrıştırılarak çeliğe verilir. Parçaların işlem öncesi ıslah edilmesinde yarar vardır. Banyo işlem sıcaklığı, 500-580 °C arasında olup, nitrüleme süresi normal olarak 2 saattir. Nitrasyon süresinin daha uzun olması durumunda, parça yüzeyinde boşluklar oluşabilir. Bu nedenle, uzun nitrüleme süreleri arzu edilmez (Topbaş 1998, Thelning 1987). Malzeme yüzeyinde meydana gelen boşlukları kontrol edebilmek amacıyla, banyoya oksijen veya hava enjeksiyon işlemi yapılarak siyanat miktarının homojenliği sağlanır. Banyoya verilen havanın nem içermemesi ve içinde yağ bulunmaması gerekir. Sıvı nitrülemede, sadece azotun değil aynı zamanda karbonun

yayınımı da olacağından, ϵ -nitrür yerine ϵ -karbonitrürü oluşur. Bu nedenle, malzemenin aşınmaya karşı direnci daha yüksek olur. Aşınmaya dirençli, ancak ince olan karbonitrür tabakası azotun malzeme içindeki yayılımını yüksek sıcaklıklarda engeller. Azot bu bölgede 570 °C gibi yüksek sıcaklıklarda nitrür olarak bulunmaz, aksine ferrit kafesine yerleşir. Azot atomu, ferrit kafes aralığından daha büyük olduğu için kafeste bir miktar genişleme olur. Bu bölgede yayılım biraz daha hızlı olup, 570 °C 'de 10 saatlik bir işlem süresinde 0,5-0,8 mm derinliğe ulaşmak olasıdır. Bu durum, daha çok alaşımsız çelikler için geçerli olup, nitrür oluşturan alaşım elementlerinin içeriğinin artması ile birlikte aynı kalınlığın eldesi için işlem süresinin artması gerekmektedir. Ancak, daha önceden de açıklandığı gibi getirdiği bazı olumsuz etkilerinden dolayı işlem süresi 2 saat ile sınırlandırılmıştır.

Sıvı nitrüleme yardımı ile, malzemenin aşınma, yorulma ve özellikle de korozyona karşı mukavemeti artırılır. Sıvı nitrülemenin gaz nitrülemeye göre üstünlüğü, 500 °C gibi düşük banyo sıcaklıklarında daha yüksek sertlik değerlerinin elde edilebilmesi ve eşit derinliklere hızlı ısınma nedeni ile daha kısa sürelerde ulaşılabilmesidir. Hızlı ısınma parçanın temperlenmesini de engellemektedir. Ayrıca, tuz banyosuna yerel daldırma yapılarak sadece istenen bölgenin nitrülenmesi olanaklıdır. Ancak, sıvı nitrüleme yöntemi kalın yayılım tabakası istenen uygulamalar için uygun değildir. Sıvı nitrüleme sonucu oluşan beyaz tabakada γ -Fe₄N ve ϵ -Fe_{2,3}N fazları birlikte bulunmaktadır. Farklı fazlara ait farklı kafes yapıları nedeni ile iç gerilmeler oluşmaktadır. Söz konusu bu iç gerilmeler nedeni ile, çift fazlı beyaz tabakanın mekanik zorlanmalara karşı mukavemeti tek fazlı beyaz tabakaya (γ veya ϵ) kıyasla daha azdır (Metals Handbook 1991, Thelning 1987).

2.1.3. Gaz Nitrüleme Yöntemi

Gaz nitrüleme yöntemi, 500-550 °C sıcaklık aralığında ve amonyak gazının (NH₃) ayrışması ile açığa çıkan azot atomlarının çelik yüzeyinden içeriye doğru yayılımı ile olur. Nitrülenecek parça, fırın içerisinde işlem sıcaklığına ulaşmaya kadar yavaşça ısıtılmakta ve nitrüleme işlemi sonunda yine fırın içerisinde yavaşça soğutulmaktadır. Bu nedenle, işlem süresi oldukça uzundur. Gaz nitrüleme işleminde, elementel azot en az 480 °C 'de parça yüzeyine gönderilen amonyak gazı

(NH₃) yardımı ile elde edilir (Denklem 2.1). Atomik hidrojen hemen moleküler konuma geçerek fırın atmosferini oluştururken, atomik azotun bir kısmı çeliğin bünyesine yayılır, geri kalan kısmı ise moleküler faza geçer (Probhudev 1992).

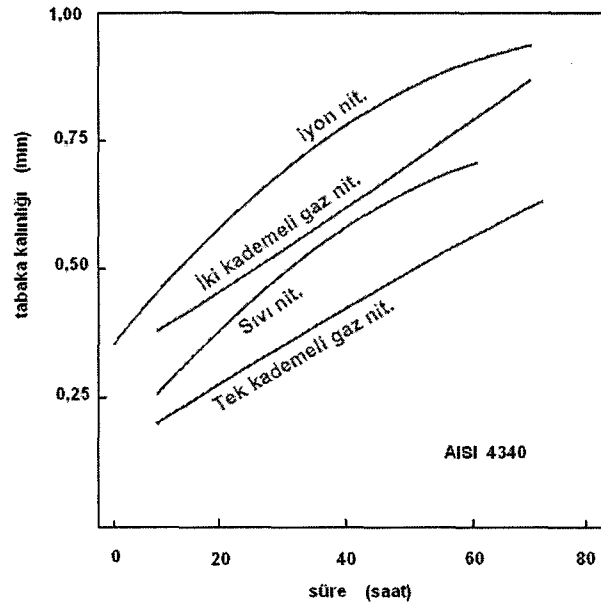


Parça yüzeyine gönderilen azot miktarını belirleyen nitrürleme potansiyeli, parça yüzeyindeki NH₃ konsantrasyonuna ve onun çözünme hızına bağlıdır. Gaz prosesinden önemli ölçüde etkilenen bu nitrürleme potansiyelinden dolayı nitrürlenmiş tabakanın mikroyapısal kontrolü sınırlı yapılabilir. Malzeme yüzeyinde oluşan nitrür tabakası iki bölgeden oluşup; bunlar, en dış kısımda yer alan beyaz tabaka ve bunun hemen altındaki yayılım tabakasıdır. Amonyak gazı ile yapılan gaz nitrürleme sonunda γ ve ϵ fazlarından oluşmuş beyaz tabaka elde edilir ki, bu fazların karışım oranları amonyak gazının çözünmesinde ki farklılıklara göre değişir. Her iki faz yapısının farklı ısıl genleşme katsayısına sahip olması ve fazlar arasında zayıf ara yüzey bağlantılarının olması nedeniyle, özellikle beyaz tabakanın kalın olması ya da parçanın kullanım yerinde sıcaklık dalgalanmalarına maruz kalması durumunda, yüzeyden giderilmesi gündeme gelir. Bu nedenle, kullanım yeri gereksinimlerine bağlı olarak gaz nitrürleme sonrası beyaz tabakanın giderilmesi gerekebilir. Gaz nitrürleme sonucu elde edilen beyaz tabakanın bir diğer zayıf yönü ise, amonyağın çözünmesinin yavaş olması nedeniyle gaz kabarcıklarının tabaka içinde kalması ve dış yüzeyde gözenek oluşumudur (Thelning 1987). Yayılım tabakası, çeliğin kimyasal bileşiminde bulunan nitrür oluşturuç elementlerinin elementel azot ile reaksiyonu sonucunda oluşan nitrür çökeltileri ile şekillenir. Yayılım tabaka kalınlığı artan işlem sıcaklık ve süresi ile artarken, malzemenin alaşım elementi içeriğinin artması ile azalır (Probhudev 1992).

2.1.4. Geleneksel Nitrürleme Yöntemlerinin Kısıtları

Geleneksel nitrürleme yöntemlerinin gerek prensiplerinin uygulama zorluğu ve gerekse de elde edilen yüzey özelliklerinin yetersizliği aşağıda sıralanmış olup, bu olumsuz etkilerden dolayı, alternatif olarak geliştirilen iyon (plazma) nitrürleme geniş bir uygulama alanı bulmaktadır (Edenhofer 1976, American Society 1977).

1. Geleneksel nitrüleme yöntemlerinde, yüksek sıcaklıklarda çalışılması nedeni ile iş parçalarında çarpılmalar olabilmektedir. Bu nedenle, boyut hassasiyetinin önemli olduğu uygulamalarda klasik nitrüleme yöntemleri yetersiz kalmaktadır.
2. Geleneksel nitrüleme yöntemlerinde, yüzeyde beyaz tabakayı oluşturan fazların türü ve kalınlığı kontrol edilememektedir. Beyaz tabakanın istenmediği durumda, oluşan beyaz tabakanın işlem sonrası giderilmesi için ek işlemler gerekmektedir.
3. Kalın kaplama kalınlığının istendiği uygulamalarda, nitrüleme işlem süresinin artırılması gereklidir. Ancak, uzun nitrüleme süresi gaz nitrüleme işleminde çekirdeğin aşırı menevişlenmesi nedeni ile yumuşamasına, sıvı nitrülemeye ise yüzeyde gözenek oluşumuna yol açmaktadır. Her ne kadar, gaz nitrüleme işleminde kademeli nitrüleme yaparak belirli bir kalınlığa ulaşılsa da (Şekil 2.3), geleneksel nitrüleme yöntemleri ile kalın bir tabaka elde etmek oldukça zordur.
4. Geleneksel nitrüleme yöntemlerinde, fırının (pota) ısıtılması ve uzun nitrüleme süresi enerji ve zaman kullanımını açısından kayıplara neden olduğu için ekonomik değildir. Ayrıca, gaz ve sıvı nitrülemeye oluşan atıkların zehirli olması, çevre sağlığı açısından olumsuz etkilere sahiptir.



Şekil 2.3. Farklı nitrüleme yöntemleri ile elde edilen yayılım tabaka kalınlıklarının nitrüleme süresi ile değişimi (Taylor and Tookey 1981).

2.2. İyon (Plazma) Nitrürleme Yöntemi

Metal parçacıklarının yüzeylerini sert ve aşınmaya dayanıklı duruma getirerek yorulma, korozyon ve sürtünme davranışlarını iyileştirmek için malzeme yüzeyinden iç kısmına doğru yabancı atomların yayınmalarını sağlamak gerekir. Malzeme yüzeyinde böyle bir tabaka oluşturmak için çok değişik yöntemler olup, bunlardan birisi de plazma destekli ferritik termo-kimyasal yüzey işlem olan iyon (plazma) nitrürlemedir. İyon nitrürleme, çelik malzeme ferritik koşullarda iken yapılan bir yüzey sertleştirme ısıl işlemi olduğundan, ostenit fazı yapısına ulaşmak için herhangi bir ısıtmaya ve ardından martentizitik bir yapı oluşturmak için hemen soğutmaya gerek duyulmaz. Bu nedenle, minimum çarpılma ve mükemmel boyut tamlığı sağlanır (Krauss 1980).

İyon nitrürleme işlemi sırasında, nitrürleme reaksiyonu sadece yüzeyde olmayıp aynı zamanda azot atomlarının yüzeyden ana malzeme merkezine doğru yayılımı nedeni ile yüzey altında da oluşur. Sonuç olarak, yüzeyde oluşan ince ve sert demir nitrür tabakası (3-5 μm) ile birlikte yüzeyin hemen altında daha kalın (~500 μm) ve sertliği 1000-1100 Hv değerine ulaşabilen bir yayılım bölgesi oluşur. Yayılım bölgesinde, ana malzemenin merkezine doğru sertlik ve azot yoğunluğunda düşüş olur (Sun and Bell 1991).

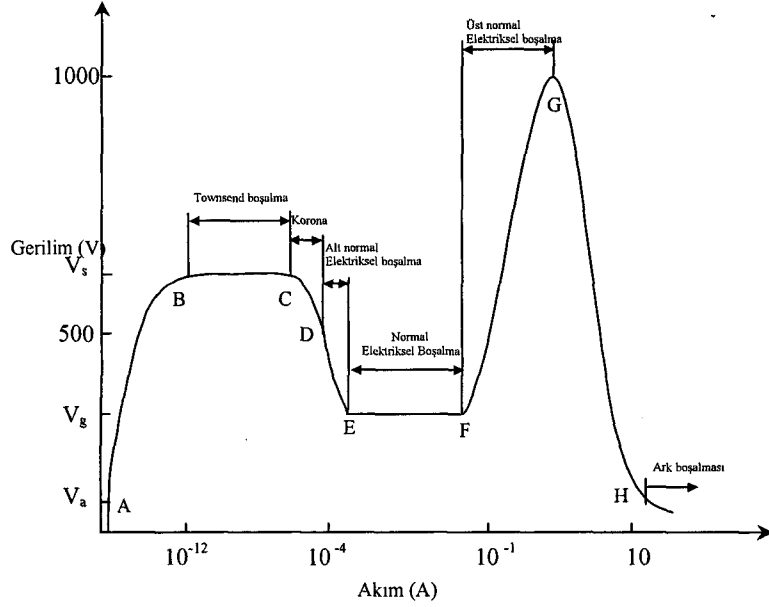
Plazma ya da iyon nitrürleme adı verilen yüzey sertleştirme yönteminde malzemeye yayılmak için, metal yüzeyine gönderilen elemental azotun eldesinde elektriksel-boşalım (glow-discharge) tekniği kullanılır. Vakum ortamında, plazmayı oluşturmak için yüksek gerilimli elektrik enerjisi kullanılır ve böylece azot iyonlarının katot konumundaki iş parçası yüzeyine geçişi hızlandırılır. İyon nitrürleme yüzey sertleştirme yöntemi, bünyesinde azot içeren karışım gazın yaklaşık olarak 0.55-10 mbar vakum basıncı ve 400-800 V arasında uygulanan gerilim altında ve yoğunluğu 1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ düzeyindeki doğru akım (DC+) ile, iki kutup arasında iyonize edilmesi ile gerçekleştirildiğinden dolayı, kullanılan gaz karışımı, işlem süresi, sıcaklığı, uygulanan basınç ve gerilim işlemin etkinliğini belirleyen başlıca değişkenlerdir.

İyonların yüzeye çarpmaları sırasında, kinetik enerjilerini parçaya aktarması nedeniyle yüzeyin ısınması ve buradaki sıcaklığın artması sağlanır. Bu nedenle özel bir ısıtma elemanına gereksinim duyulmaz. Kullanılan gaz karışımından birinin asal olması, iş parçası yüzeyinin işlem öncesi temizlenmesine olanak sağlar. Yüzeyi nitrülenecek parçanın, nitrüleme sıcaklığına kadar sadece H₂ gazında elektriksel boşalmanın gerçekleştirilmesi ile nitrülenecek yüzeyden içeriye azotun yayılımını engelleyecek kir, pislik, oksit kalıntılarının temizlenmesi ve yüzeyin aktif hale getirilmesi ile azotun daha iyi yayılımını sağlar.

İyon nitrüleme işlemi, saf azot, amonyak ya da azot ile hidrojenin ya da uygun bir hidrokarbon ile karışımından oluşmuş gaz ortamında yapılır. Düşük basınçlarda çalışıldığından işlem sırasındaki gaz tüketimi oldukça düşüktür. İş parçasının sıcaklığı hassas ısı algılayıcıları yardımı ile ölçülür ve elektriksel güç kaynağındaki çıkış değişkenleri ayarlanır. İşlem sıcaklığı nitrülenen malzemenin yapısına ve bileşimine bağlı olarak 400-600 °C aralığında değişmektedir. İyon nitrüleme işleminin üstünlüklerinden birisi de, uygulanan gerilimin ayarlanması ile 350-450 °C gibi düşük sıcaklıklarda çalışabilme olanağıdır. İşlem süresi, malzemenin türüne ve istenilen yayılım tabaka kalınlığına bağlı olarak 10 dakika ile 50 saat arasında değişebilmektedir.

2.2.1.2. Elektriksel Boşalmanın (Glow Discharge) Kontrolü ve Tekniği

Yüzey mühendisliği uygulamalarında, iyon nitrüleme bir doğru akım kaynağı veya radyo frekansı kaynağı yardımıyla oluşturulmaktadır. Her ne kadar ikisi de iyon nitrüleme için kullanılmakta ise de sağladığı üstünlüklerden dolayı, yüzey sertleştirme işlemlerinde doğru akım iyon nitrüleme oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır (Çelik ve Karadeniz 1994, Tibbets 1974). Doğru akımda oluşan çeşitli elektrik boşalmınlardaki akım ve gerilim arasındaki ilişki Şekil 2.5 'de gösterilmiştir. A-B bölgesi Geiger sayacının kullanım alanını, B-C bölgesi ise Townsend boşalmasının meydana geldiği alanı göstermektedir. Bu bölgede çok küçük akımlar söz konusudur. Korona ve altnormal elektriksel boşalmayı kapsayan bölge geçiş bölgesi olup, kararlı ve düşük akımlı iyon nitrüleme alanı E-F bölgesi ile gösterilmektedir (Çelik ve diğ. 2002).



Şekil 2.5. Farklı elektriksel boşalma türlerinin akım-gerilim karakteristiği (Çelik ve diğ. 2002).

Townsend-boşalma ve normal-elektriksel boşalım bölgelerinde akım, iş parçalarını nitrüleme sıcaklığına getirmekte yetersiz kalmaktadır. Ark-boşalımı bölgesinde akım çok yüksek olup, parça alternatif arktan zarar görebilir. İyon nitrüleme işlemi için yüksek akımlara ihtiyaç olduğu için işlem anormal elektriksel boşalma bölgesinde (F-G) yapılır. Burada, akım gerilimle doğru orantılı olarak artar. Elektriksel boşalımın kontrolü iyon nitrülemenin etkinliği açısından oldukça önemlidir (Kurny et al 1986).

2.2.2. Plazmanın Oluşumu ve İş Parçası ile Etkileşimi

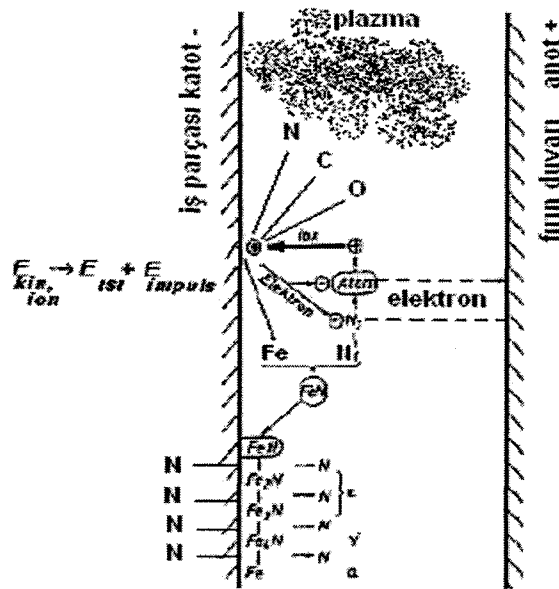
Genel olarak termokimyasal işlemler katı, sıvı, veya gaz ortamlarda gerçekleştirilir. Son yıllardaki gelişmeler sonucunda, elektriksel boşalım (glow-discharge) ortamı da kullanılmaya başlamıştır. Katı, sıvı ve gaz nitrüleme dışında, elektriksel boşalım ile plazma ortamında yapılan iyon nitrüleme işlemi sağladığı bir dizi üstünlüklerden dolayı yaygın olarak kullanılmaktadır. Plazma, içerisinde iyon, elektron, uyarılmış atom, foton ve nötral atom veya molekül içeren bir karışımdır. Uygulamada plazma, ısı enerjisi verilerek, ışınla veya elektriksel boşalma ile elde edilir. Plazma elde etme yöntemlerinin en önemlisi ve en yaygın olarak kullanılan elektriksel boşalım tekniğidir. Katot boşalımındaki pozitif azot iyonları iş parçası yüzeyine doğru

hızlandırılır. Uygulanan gerilim ve partikül değişkenlerine bağlı olarak elde edilen kinetik enerji değeri birkaç elektron volt ile birkaç yüz volt arasında değişmektedir. Bu değerler on bin ile birkaç yüz bin derece arasında değişen atomik plazma sıcaklıkları ile ilişkilidir. Yüksek enerjiye sahip olan iyonlar iş parçası yüzeyine belirli bir kinetik enerji ile çarparlar. Bunun sonrasında oluşan olaylar şöyle sıralanmaktadır;

2.2.2.1. Saçılma

İyonlar iş parçası yüzeyine çarptıkları zaman, Fe atomlarının yanısıra Cr, Mo, Al, W gibi alaşım elementlerinin atomları da malzeme yüzeyinden ayrılır (Şekil 2.6). Son derece sıcak olan iyonlar, iş parçası yüzeyine çarptıklarında, çarptıkları bölgede atomların buharlaşmasına neden olduklarından, saçılma bir buharlaşma reaksiyonu olarak da düşünülebilir ve bu olaya mikrobuharlaşma da denebilir (Dawes and Tranter 1978). Birkaç bin dereceyi bulan bu kısmi sıcaklık değeri, küçük yüzey alanlarına ve iş parçasına zarar vermeyecek düzeyde olmalıdır (14). Saçılma sırasında iyon enerjisinin bir kısmı, yüzeyden atomların ve elektronların ayrılması için gerekli olan işe (A) dönüşür,

$$E_{\text{iyon}} = E_{\text{kin}} + A \quad (2.6)$$



Şekil 2.6. İyon nitritleme sırasında yüzeyde oluşan reaksiyonlar (Nitriion GmbH).

Metallerin yanı sıra, karbon, azot, oksijen gibi metalik olmayan element atomları da yüzeyden uzaklaştırılarak yüzeyde bulunan karbür, oksit vb. parçacıklar giderilir. Böylece iyonların yüzey ve malzeme içine doğru ikincil yayınımları daha etkin bir şekilde oluşur (Çelik 1993). Nitrüleme sırasında yüzeyde oluşan beyaz tabaka kalınlığının saçılma hızı ile kontrol etmek olanaklıdır (Dawes and Tranter 1978).

2.2.2.2. Isıtma

Azot iyonları, iş parçası yüzeyine çarpıp malzeme içerisine doğru yayındıkları zaman, artık iyon enerjisi, Q ısı enerjisine dönerek iş parçasını ısıtır. Bu nedenle iyon nitrüleme işleminde, iş parçasını ısıtmak için dışardan ek bir ısıtma elemanına ihtiyaç duyulmaz. Enerji dengesi Denklem 2.4 'deki gibi oluşur. Saf azot yerine, azotun diğer gazlarla oluşturduğu karışım gazı kullanıldığında, karışım gazında bulunan hidrojen, karbon, oksijen gibi diğer elementlerinde iyonları malzeme bünyesine yayınarak iş parçasını ısıtır (Dawes and Tranter 1978). Sadece iyon bombardımanı yardımıyla malzemenin ısınması sağlanabileceği gibi karmaşık biçimli ve büyük boyutlu parçalarda, yerel aşırı ısınma ya da yetersiz ısınmayı engellemek amacıyla, iyon bombardımanı ile ısınmaya ek olarak konvansiyonel veya radyasyon yoluyla ısıtma da uygulanabilir (Ribet 1986).

$$E_{iyon} = A + E_{kin} + Q \quad (2.4)$$

2.2.2.3. Yoğuşma

Yüzeye çarpan iyonların çok az bir kısmı iş parçasına yayınır. Saçılan demir atomları ile yüksek enerjiye sahip azot atomları, yüzey civarında FeN şeklinde birleşip metal yüzeyine çöker. Sıcak metal yüzeyinde kararsız olan FeN bozularak, oda sıcaklığında soğuma sırasında kararlı Fe₂N, Fe₃N ve Fe₄N nitrürlerini oluşturur. Dönüşüm sırasında serbest kalan azot atomlarının bir kısmı metal içine doğru yayınırken bir kısmı da plazmaya döner. Saçılma ve yoğuşma prosesinin etkinliği, kullanılan işlem gazının (amonyak, azot, hidrokarbon) yanı sıra basınç ve gerilim gibi diğer parametrelere de bağlıdır. Örneğin, gaz basıncının düşük olması durumunda ayrıışan atomlar iş parçası yüzeyinden çok uzak mesafelere hareket eder

ve bu durumda geri yayılım olasılığı azalır. Bu durum yüzeydeki oksit tabakalarının giderilmesinde son derece önemli olup, pasivasyonun etkin bir şekilde gerçekleştirilmesini sağlar. Gaz basıncının yüksek olması durumunda ise geri yayılım artar (Çelik 1993). Gaz basıncının belirlenmesi ile beyaz tabaka kalınlığı kontrol edilebilir. Malzeme transferi ve sonuçta iş parçası ağırlığındaki azalma ya da artma, saçılma ve yoğunlaşma proseslerinin karşılıklı etkileşimi ile kontrol edilir. Ağırlıktaki pozitif ve negatif değişim ile birlikte, tam boyut hassasiyetinin kontrolü de saçılma ve yoğunlaşma proseslerinin yoğunluğundaki değişim ile sağlanabilir.

2.2.3. Azotun Yayılımı

Nitrüleme işlemi yayılım kontrollü bir yüzey sertleştirme yöntemi olduğundan, azotun demir içerisindeki yayılımı sıcaklığa bağlı olarak gelişir. Farklı sıcaklık aralıkları için, farklı araştırmacılar tarafından geliştirilmiş olan ve sıcaklığa bağlı olarak şekillenen, azotun yayılım katsayısı formülleri mevcut olup (Fast and Verrijp 1954, Grieveson and Türkdoğan 1964), azotun demir içindeki yayılma katsayısı, gaz nitrülemeye sıcaklığın bir fonksiyonu olarak Arrhenius tipi bir denklem şeklinde Denklem 2.5 'de verilmiştir. Burada; D azotun demir içindeki yayılım katsayısını, Q (17540 kcal/mol) azotun demir içindeki yayılım için aktivasyon enerjisini ve $1,26 \times 10^{-3}$ sabiti ise yayılma katsayısı değerini ifade etmektedir. Azotun demir içindeki yayılımı, düşük ve yüksek sıcaklıklarda da, sıcaklığa bağlı olarak birbirine paralel olarak gelişir (Wasz and Mclellan 1993).

$$D = 1,26 \times 10^{-3} e^{(-17540/RT)} \quad (2.5)$$

İyon nitrüleme işleminde ortam gazı olarak saf N₂ nin kullanılması durumunda aktivasyon enerjisi 14170 kcal/mol olarak hesaplanırken N₂+H₂ karışım gazının kullanılması durumunda 12750 kcal/mol olmuştur. Bu her iki değerinde Denklem 2.5 'de verilen 17540 kcal/mol değerinden küçüktür. Bu yayılım tabakası gelişiminin neden iyon nitrülemeye, gaz nitrülemeye göre daha hızlı olduğunu ve iyon nitrülemeye kullanılan gazın N₂+H₂ olması durumunda N₂ 'ye göre daha kalın yayılım tabaka kalınlıklarının elde edileceğini açıklamaktadır (Metin and İnal 1987). İyon nitrüleme işleminde, azot iyonlarının yüzeye gaz nitrüleme işlemindeki gazın

ısı enerjisinden çok daha yüksek bir enerji ile ulaşması, yüzeyin kısa sürede ısınmasına ve yüzeyden içeriye doğru yayılımının daha hızlı olmasını sağlamaktadır (Taylor and Tookey 1981). Nitrüleme yöntemlerini karşılaştırmak için yapılan bir çalışmada, düşük alaşımlı ve orta karbonlu çeliklerde yayılım tabakasının gelişim hızının iyon nitrülemeye, gaz nitrülemeye göre 2 ile 5 kat daha fazla olduğu görülmüştür (Anichkina et al 1989). İyon nitrülemenin hemen başında, herhangi bir kuluçka periyoduna gereksinim duymadan yüzeyde oluşan γ -beyaz tabakasında, azot atomunun 500-570 °C sıcaklık aralığındaki yayılım katsayısı da bir Arrhenius denklemi şeklinde Denklem 2.6 'da verilmiştir (Campos et al 1998). Burada; 93500 joule azotun γ içinde hareketi için gerekli olan aktivasyon enerjisidir.

$$D'_{N} = 3,83.10^{-10} \cdot \exp\left(-\frac{93500j}{RT}\right) \quad (2.6)$$

Farklı tür çeliklerin, aynı koşullarda iyon nitrülenmesi sonucu yüzey azot yoğunluğu ve yayılım katsayısı, çeliğin bünyesindeki alaşım elementlerinden, özellikle de Cr 'dan etkilendiği gözlenmiştir. Krom içeriği ile yüzey azot yoğunluğu arasında doğrusal bir ilişki vardır. Kromun yanısıra, Al, V, Mo, ve Ti gibi alaşım elementleri de nitrüleme davranışı üzerinde oldukça etkilidirler (Trejo-Luna et al 1995).

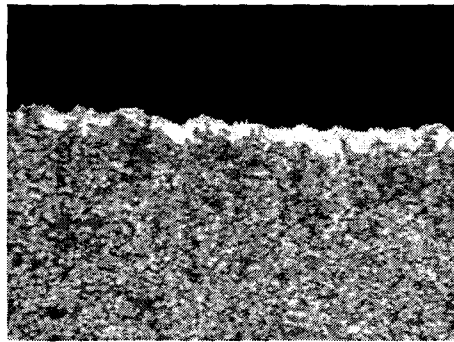
2.2.4. İyon Nitrülenmiş Yüzey Tabakasının Yapı ve Özellikleri

İyon nitrülenmiş malzemenin yapısı, en üst kısımda “beyaz tabaka”, onun hemen altında “yayılım tabakası” ve en altta da “çekirdek bölgesi” olarak adlandırılan ana malzeme olmak üzere üç bölümde incelenebilir. Nitrüleme işleminde, azotun çeliğe nüfuz ettiği en üst yüzey tabakası, azotun en yüksek oranda bulunduğu bölge olup, nitrik asit ile dağlandığında reaksiyona girmeyerek, ışık mikroskobu altında beyaz bir tabaka olarak görünür. Bu nedenle, bu tabakaya beyaz tabaka (white-compound layer) adı verilir. Bu tabaka son derece sert ve kırılğan bir yapıya sahiptir. Yüzeyden içeriye doğru ilerledikçe, azotun demir kafesinde arayer atomu olarak bulunduğu ya da çeliğin içeriğindeki nitrür yapıcı elementlerle oluşturduğu ince dağılmış alaşım nitrürlerinin bulunduğu yayılım tabakasına gelinir (Metals Handbook 1991, Hutchings 1992, Karaoğlu 1998). Çeliğin daha iç bölgelerine doğru ilerledikçe azot

miktarı ve dolayısı ile sertlik değeri azalır ve sonunda azotun yayınamadığı çekirdek bölgesine ulaşılır (Şekil 2.7). Beyaz tabaka ve yayılım tabakasının yapısal özellikleri, iyon nitrülenmiş çeliklerin özelliklerini belirleyen en önemli etkidir. Beyaz tabaka, iyon nitrülenmiş çeliklerin tribolojik ve korozif özelliklerinin artmasına katkı sağlarken, yayılım tabakası da çeliklerin tribolojik özellikleri ve yorulma dayanımını artırıcı yönde etki gösterir. Bu olumlu etkileri nedeni ile, iyon nitrülleme yöntemi çok geniş bir uygulama alanı bulmaktadır (Straver et al 1984). Katı, sıvı ve gaz nitrülleme yöntemlerinin aksine, iyon nitrülleme yönteminde beyaz tabaka ve yayılım tabakasının yapısal özelliklerini ve tabaka gelişimini gerilim, akım, gaz basıncı, gaz bileşimi, sıcaklık ve süre gibi değişkenler yardımı ile kontrol altında tutma olanağı vardır (Çelik 1993, Karaoğlu 1998).

2.2.4.1. Beyaz Tabaka

İnce, sert ve gevrek özelliklere sahip olan beyaz tabaka $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ (YMK) ve $\epsilon\text{-Fe}_{2,3}\text{N}$ (hegzagonal) metallararası bileşiklerden oluşmakta olup, kendisini oluşturan fazların türü, sayısı ve kalınlığı beyaz tabakanın mekanik özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir (Genel 1999, Xu et al 1996). Aşınma ve korozyona karşı direnci yüksek, buna karşın sert ve gevrek özelliklere sahip olan beyaz tabakanın kullanım yerinde gerilmelere neden olmaması için ince olması, hatta hiç olmaması istenir. $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ fazı yüksek yüzey sertliğine sahip olmasına karşın oldukça tok bir yapıya sahiptir. Bu nedenle, özellikle çevrimsel ve darbeli yükler altında çalışan parçalar için tercih edilir. Ayrıca, $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ fazı, yoğunluğunun fazla olması nedeni ile, ϵ fazına kıyasla daha az gözenekli bir tabaka oluşturur (PTM 1978).



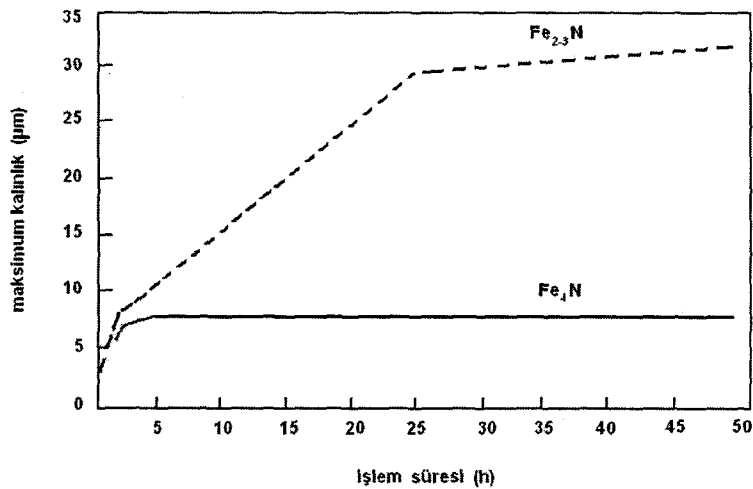
Beyaz tabaka

Yayılım tabakası

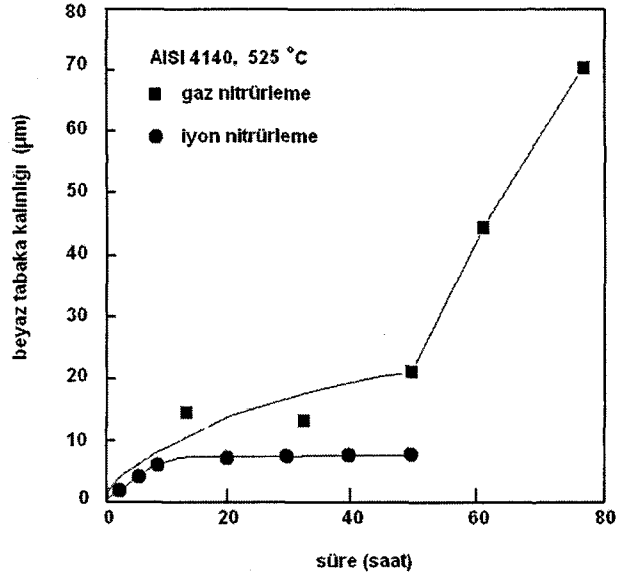
Şekil 2.7. İyon nitrülenmiş malzeme yüzeyinin kesit görüntüsü.

Aşınma ve korozyona karşı direncinin yüksek olmasının istendiği uygulamalarda ise, beyaz tabakanın ϵ -Fe_{2,3}N fazından oluşması istenir. γ -Fe₄N ve ϵ -Fe_{2,3}N fazlarının karışımı şeklinde oluşan çift fazlı beyaz tabakada, iki faz arasındaki zayıf ara yüzey bağlantısı ve farklı termal genişleme katsayıları sonucunda oluşan iç gerilmeler nedeniyle, iki kristal yapının ara yüzeyi mekanik zorlanmalar açısından zayıf kalmakta, iç gerilmelerin varlığı ve ince tabaka kalınlığı bu tip beyaz tabakanın küçük yükler altında dahi kolaylıkla kırılmasına neden olmaktadır (Kovacs and Russell 1986). γ ya da ϵ fazından oluşmuş beyaz tabakaların kalınlık artışı-işlem süresi diyagramı incelendiğinde, gelişimlerin birbirine göre farklılık gösterdikleri belirgin bir şekilde görülmektedir (Şekil 2.8).

γ -Fe₄N tek fazına sahip beyaz tabakadaki artış başlangıçta 2 saatte 6-8 μ m değerine ulaştıktan sonra sabit kalırken, ϵ -Fe_{2,3}N tek fazına sahip beyaz tabakadaki artış bu sürede daha büyük olup, artan işlem süresi ile artmaya devam etmektedir. γ -Fe₄N fazındaki bu sınırlı artışın nedeni, düşük azot çözünürlüğü (maks. %0.4 N) nedeni ile γ tek fazından oluşmuş beyaz tabakanın ince kaldığı şeklinde açıklanabilir (Çelik 1993, Keller 1971). Yayınım tabaka kalınlığı sabit kalacak şekilde saçılma hızının değiştirilmesi ile, γ tek fazından oluşmuş beyaz tabaka kalınlığı 0-8 μ m arasında değişirken, benzer şekilde saçılma yoğunluğuna bağlı olarak ϵ tek fazından oluşmuş beyaz tabaka kalınlığı ise 6-50 μ m arasında değişmektedir.



Şekil 2.8. Nitrüleme süresi ile beyaz tabaka kalınlığı arasındaki ilişki (Çelik 1993).

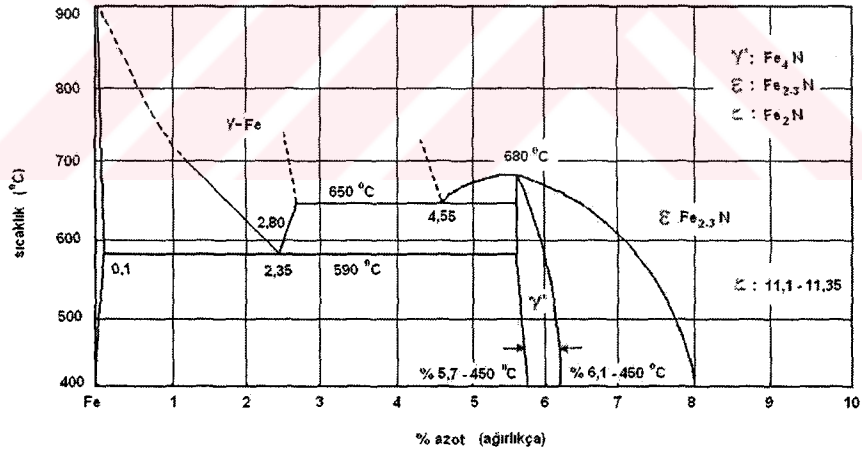


Şekil 2.9. Nitrüleme sırasında beyaz tabakanın gelişimi (Genel 1999)

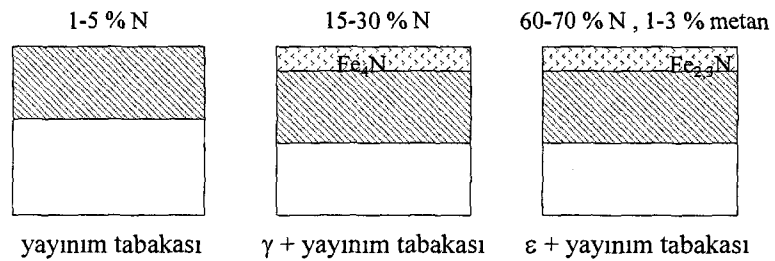
İyon nitrürlenmiş ve gaz nitrürlenmiş yapıların beyaz tabakalarının oluşum mekanizmaları incelendiğinde (Inokuti et al 1977, Rozendaal 1983), gaz nitrülemelerde nitrürlerin oluşabilmesi için yüzeydeki azot değerinin belirli bir değere ulaşması gerektiği ve bunun için gerekli olan sürenin, azotun kısmi basıncına bağlı olarak 20 ile 120 dakika arasında değiştiği gözlenmiştir (Schwerdtfeder et al 1969). İyon nitrüleme işleminde, yüzeyde yüksek yoğunlukta bulunan demir nitrürlerinin işlemin hemen başında aniden oluşması, iki yöntem arasında beyaz tabakanın oluşum mekanizmaları arasındaki farklılığı göstermektedir. Her iki yöntemde, beyaz tabaka kalınlıklarının gelişimi de farklı olup, iyon nitrürlenmiş yapılarda beyaz tabaka kalınlığı için bir maksimum değer mevcut olup süredeki artıştan etkilenmezken, gaz nitrüleme de ise işlem süresinin artması ile beyaz tabaka kalınlığı sürekli artar (Şekil 2.9) (Metin and Inal 1987, Genel 1999) .

Bütün iyon nitrüleme işlemlerinde bir kritik azot potansiyeli mevcut olup buna nitrüleme potansiyeli adı verilir. Nitrüleme potansiyelinin altında yapılan nitrüleme uygulamalarında, yüzeyde beyaz tabaka oluşmaz ve bu şekilde beyaz tabaka oluşmaksızın yapılan nitrüleme işlemine parlak nitrüleme adı verilir (Sun and Bell 1991). Beyaz tabaka, esas olarak bir azot ve demir bileşiği olduğu için içerdiği fazların türü, sayısı ve birbirlerine oranı, malzemenin kimyasal bileşiminden tamamen bağımsız olup kullanılan gazın bileşimine bağlı olarak gelişirken, kalınlığı

ise bunların yanında ana malzemenin % C içeriğine bağlı olarak gelişir (Genel 1999, Cho and Lee 1980). İyon nitrürleme işleminde yaygın olarak kullanılan $N_2:H_2$ gaz karışımı, iyon nitrürleme potansiyeli olarak tanımlanan bir olgunun temelini de oluşturmaktadır. Nitrürleme potansiyeli beyaz tabakanın kalınlığına birincil dereceden etkiyen parametre olup (Alsaran and Celik 2002), beyaz tabakayı oluşturan fazların sayısını, türünü ve birbirine oranını da belirler. Nitrürleme potansiyelinin ($N_2:H_2$ oranı) belirli bir değerin altında kalması halinde yüzeyde beyaz tabaka oluşmazken (parlak nitrürleme), $N_2:H_2$ gaz karışım oranının artması ile birlikte beyaz tabaka oluşumu başlar ve bu oluşum demir-azot denge diyagramı ile şekillenir. Demir-azot denge diyagramında, azotun ötektoid sıcaklığında ($590\text{ }^\circ\text{C}$) demir içindeki ağırlıkça çözünürlüğü yaklaşık olarak %0.1 N 'dur (Şekil 2.10). Örneğin, gaz karışımında ki %5 N_2 değerine kadar yüzeyde beyaz tabaka oluşmazken, N_2 oranının 15-30% olması durumunda tek fazlı $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ beyaz tabakası, 60-70% oranında N_2 ve 1-3% metan içeren gaz karışımında ise, tek fazlı $\epsilon\text{-Fe}_{2,3}\text{N}$ beyaz tabakası oluşmaktadır (Şekil 2.11).



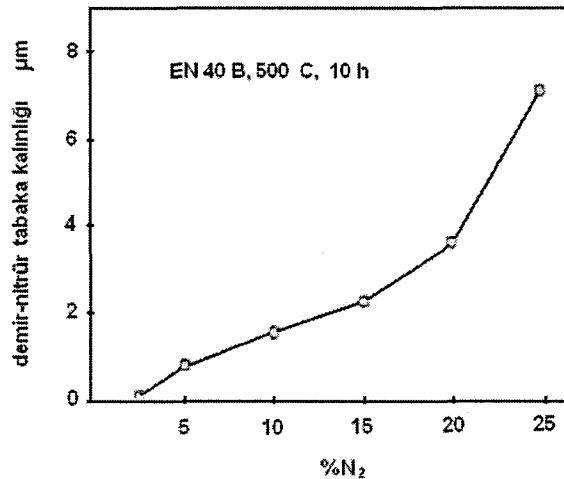
Şekil 2.10. Fe-N denge diyagramı (Genel 1999).



Şekil 2.11. Gaz bileşimi ile beyaz tabaka arasındaki ilişki (Metals Handbook 1991).

Kullanılan gaz karışımı, beyaz tabaka kalınlığını da belirlemekte olup, gaz karışım oranının ($N_2:H_2$) azalması ile beyaz tabaka kalınlığı da azalmaktadır. Bunun olası nedeni, karışım gazında karbonun bulunmaması ve N_2 miktarının azalması ile daha az nitrür oluşacak ve denitriding için daha çok hidrojen elde edilecektir. Sonuç olarak denitriding reaksiyon hızı artarken beyaz tabaka kalınlığı azalır. Yüksek sıcaklıklarda denitriding reaksiyonunun daha hızlı olması beyaz tabaka kalınlığının daha da azalmasına neden olur. Bunun yanında saçılma da beyaz tabaka kalınlığındaki düşüşün diğer bir nedenidir (Kruny et al 1986).

Saf azot ortamında yapılan iyon nitrürleme sonucu elde edilen beyaz tabaka kalınlığı, N_2+H_2 karışım gazı ile elde edilenden daha kalın olup (Inal et al 1989), her iki ortamda beyaz tabakanın zamanla değişimi, en azından başlangıç aşamasında parabolik değildir (Metin and Inal 1987). Sabit süre ve sıcaklıkta, beyaz tabakanın $N_2:H_2$ oranına bağlı olarak gelişimi Şekil 2.12 'de verilmiştir. AISI 5140 çeliği ile yapılan bir çalışmada, nitrürleme sıcaklığı ve nitrürleme süresi sabit tutulurken, Ar, N_2 ve H_2 içeren farklı gaz karışımları kullanılmış ve gaz karışımının beyaz tabaka oluşumu üzerindeki etkisi incelenmiştir. 10% Ar ve 90% N_2 içeren gaz karışımının kullanılması durumunda, karışım gazındaki Ar miktarının yetersizliği nedeni ile yayınının sağlanamadığı ve bunun da sonucunda elde edilen beyaz tabakanın çok ince olduğu görülmüştür. Yeterli düzeyde yüzey sertliğine sahip beyaz tabakanın elde edilebilmesi için, çift gazlı karışımlarda Ar gazı kullanılması halinde, bu gazın en az 20% oranında olması gerektiği vurgulanmıştır.

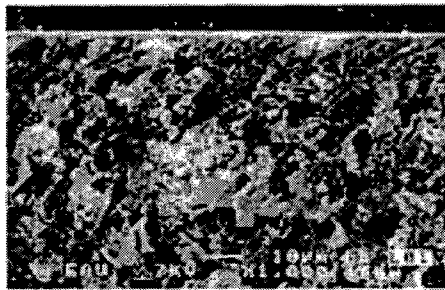


Şekil 2.12. N_2 oranı ile beyaz tabaka kalınlığı arasındaki ilişki (Sun and Bell 1991).

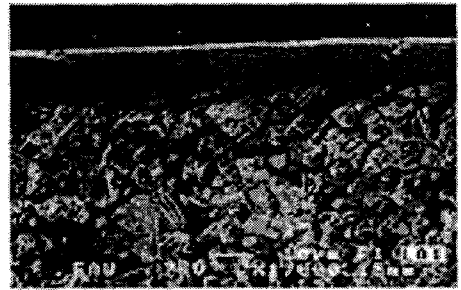
10% H₂ ve 90% N₂ içeren gaz karışımında ise, hidrojen gazının iyonizasyon enerjisinin argon gazının iyonizasyon enerjine kıyasla daha düşük olması nedeni ile beyaz tabakanın oluştuğu ve yüzey sertliğinin oldukça yüksek düzeyde olduğu saptanmıştır. 90% H₂ ve 10% N₂ içeren gaz karışımının kullanılması durumunda, elde edilen beyaz tabaka kalınlığı 2-2,5 µm iken (Şekil 2.13.a), gaz bileşiminin 90% Ar ve 10% N₂ olması durumunda beyaz tabaka kalınlığının 9 µm 'a yükseldiği görülmüştür. Ancak, 90% Ar gazı kullanımında elde edilen beyaz tabakada oldukça yoğun boşlukların olduğu gözlenmiştir (Şekil 2.13.b). Tablo 2.1 'den de görüldüğü gibi, maksimum yayınım tabaka kalınlığı, minimum beyaz tabaka kalınlığı ve maksimum yüzey sertliğinin elde edilebilmesi açısından en iyi sonuçlar 10% N₂ ve 90% H₂ içeren gaz bileşiminde elde edilmiştir (Karakan ve diğ. 2003).

Tablo 2.1 Farklı koşullar altında iyon nitrülenmiş AISI 5140 çeliğinin beyaz tabaka, yayınım tabakası ve yüzey sertlik değerleri (Karakan et al 2003).

Nitrüleme süresi (saat)	Nitrüleme sıcaklığı (°C)	Gaz karışımı	Beyaz tabaka kalınlığı (µm)	Yayınım tabaka kalınlığı (µm)	Yüzey sertliği (HV)
4	450	90%N ₂ +10%H ₂	4-5	160-190	540-550
4	450	10%N ₂ +90%H ₂	2-2,5	210-240	760-770
4	450	90%N ₂ +10%Ar	-	35-65	290-300
4	450	10%N ₂ +90%Ar	8-10	60-90	470-480
4	450	80%N ₂ +10%H ₂ +10%Ar	5-6	110-140	470-480
4	450	10%N ₂ +10%H ₂ +80%Ar	5,5-6,5	90-120	500-510
4	450	10%N ₂ +80%H ₂ +10%Ar	2-3	185-215	700-710



a. %90H₂+%10 N₂

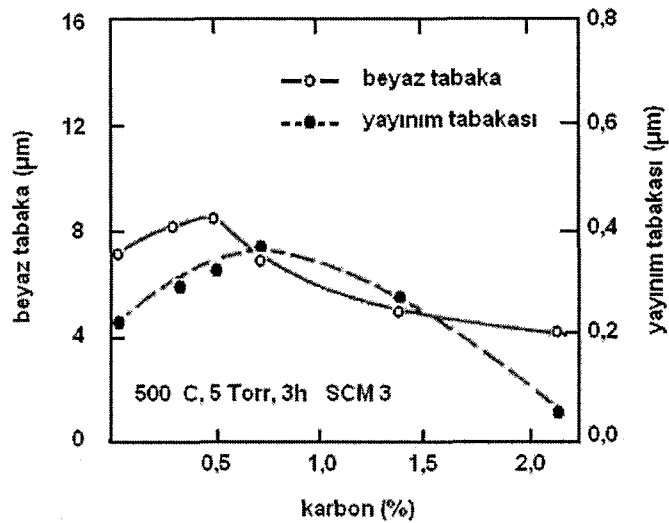


b. %90Ar+%10N₂

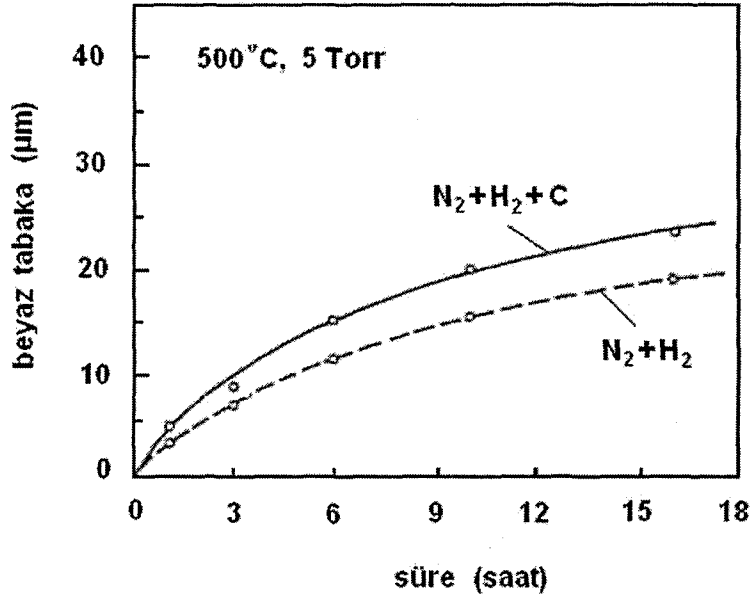
Şekil 2.13. İyon nitrülenmiş AISI 5140 çeliğinin SEM görüntüsü (Karakan 2003).

Fe-N-C faz diyagramına göre, γ -Fe₄N fazındaki karbonun çözünebilirliği, ağırlıkça 0,2% ile sınırlı iken, ϵ -Fe_{2,3}N fazındaki çözünürlüğü ise 3,6% değerine kadar ulaşmaktadır. Diğer bir deyişle, karbon beyaz tabakada ϵ -Fe_{2,3}N fazının oluşumunu kolaylaştırmakta olup, karbon miktarının artması ile birlikte ϵ : γ oranı da artmaktadır. ϵ -Fe_{2,3}N fazının yüksek homojenitesi ve buna bağlı olarak büyüme hızının γ -Fe₄N den daha büyük olması nedeniyle, ϵ -Fe_{2,3}N faz oranının artması ile beyaz tabakanın büyüme hızı da artar (Sun and Bell 1991). Azot, hidrojen ve propan gazlarının istenilen oranlarda karıştırılması ile elde edilen, nitrürleme atmosferindeki % C miktarındaki değişimin beyaz tabaka ve yayınım tabaka kalınlığının gelişimine etkisi Şekil 2.14 'de verilmiştir.

Maksimum beyaz tabaka kalınlığı %0,5 C ilavesinde, ϵ -Fe_{2,3}N tek fazından oluşmuştur. N₂+H₂ ve N₂+H₂+C gaz ortamlarında yapılan iyon nitrürleme işlemlerinde, beyaz tabakanın süreyle değişimi Şekil 2.15 'de verilmiş olup, her iki koşulda da artış zamanın karekökü ile doğru orantılıdır. İçeriğinde %0,5 C bulunan gaz karışımında elde edilen beyaz tabaka daha kalındır (Cho and Lee 1980). Çeliğin içeriğindeki C miktarı da beyaz tabakayı oluşturan fazları ve tabaka kalınlığını etkiler. Aynı işlem koşullarında, malzemedeki C miktarının ağırlıkça %0,19 'dan %0,57 değerine çıkması durumunda elde edilen beyaz tabaka kalınlıkları sırası ile 5,5 μ m ile 10,2 μ m olmuştur (Tablo 2.2). Bunun nedeni, çelikteki karbon miktarındaki artışın beyaz tabakadaki ϵ -Fe_{2,3}N faz oranını arttırmasıdır (Sun and Bell 1991).



Şekil 2.14. %C miktarının beyaz tabaka kalınlığına etkisi (Cho and Lee 1980).

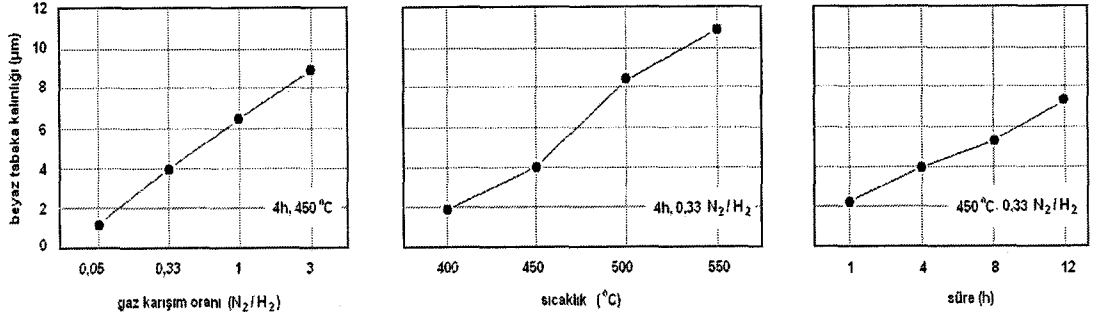


Şekil 2.15. Nitrürleme süresinin beyaz tabaka kalınlığına etkisi (Cho and Lee 1980).

Tablo 2.2. Çeliğin bileşimindeki %C oranı ile beyaz tabaka özellikleri arasındaki ilişki (500 °C, 10 saat, NH₃) (Sun and Bell 1991).

%C (ağırlıkça)	ε:γ	Tabaka kalınlığı (µm)
0,19	0,58	5,5
0,25	0,71	6,5
0,34	0,83	7,4
0,40	1,03	8,1
0,50	1,19	9,0
0,57	1,29	10,2

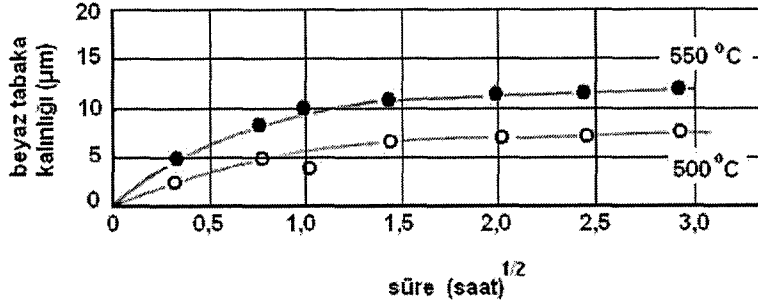
Beyaz tabakanın faz yapısı, karışım gazının bileşimine bağlı olarak gelişirken, tabaka kalınlığı gaz bileşiminin yanında sıcaklık ve süre gibi nitrürleme işlem değişkenlerine de bağlıdır (Şekil 2.16) (Alsaran and Çelik 2001). Tek fazlı γ-demir nitrür tabakası sadece nitrürleme sıcaklığının çok yüksek olması ya da karışım gazındaki N₂ oranının çok az olması durumunda oluşmaktadır. İşlem sıcaklığının ve süresinin azalması ya da N₂ gaz oranının artması ile beyaz tabakadaki ε-Fe_{2,3}N oranı da artar. Bu olay, iyon nitrürleme sırasında, azotun yapıya geçmesi ve yayının tabakasındaki karbonun yeniden dağılımı ile açıklanabilir (Sun and Bell 1991).



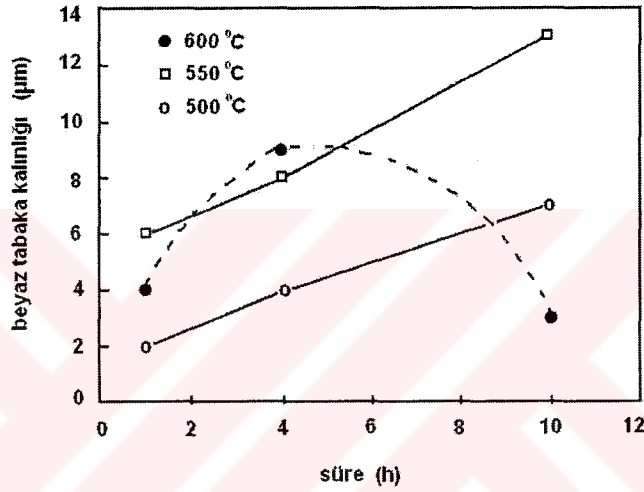
Şekil 2.16. İyon nitrülenmiş AISI 5140 çeliğinde beyaz tabakanın gelişimi (Alsaran and Çelik 2001)

İyon nitrüleme yayılımı kontrollü bir işlem olup, işlem sıcaklığının artması ile beyaz tabaka kalınlığı artar. Nitrüleme işleminin başlangıcında (ilk bir kaç saat boyunca) beyaz tabaka kalınlığı, işlem süresinin artması ile birlikte artış gösterirken tabaka kalınlığının belirli bir değere ulaşmasından sonra, işlem süresi artsa bile tabaka kalınlığında fazlaca bir değişimin olmadığı bir çok araştırmacı tarafından saptanmıştır. Bunun temel sebebi, başlangıçta yüzeydeki demir konsantrasyonunun yüksek olması nedeni ile nitrür oluşum hızının yüksek olmasıdır.

İyon nitrüleme işlem süresinin artması ile birlikte, yüzeydeki demir miktarı azalarak tamamen demir-nitrür içeren bir yapı haline dönüşür. Böylece, Şekil 2.17 'den de görüldüğü gibi, nitrür oluşum hızı belirgin bir şekilde azalarak beyaz tabaka oluşumu sona erer. Beyaz tabaka kalınlığı artan işlem sıcaklık ve süresi ile artarken, yüksek sıcaklıklarda işlem süresinin uzaması durumunda beyaz tabaka kalınlığında düşüş meydana gelir (Şekil 2.18) (Sun and Bell 1991, Çelik and Karadeniz 1996). Artan işlem sıcaklık ve süresiyle beyaz tabaka kalınlığında gözlenen düşüşün olası nedeni saçılma olup, saçılma yüksek sıcaklıklarda uzun süreli işlemlerde oluşur. 600 °C 'de 4 saat yapılan nitrüleme sonrası elde edilen beyaz tabaka kalınlığı yüksek iken, işlem süresinin 10 saate çıkması durumunda, saçılma nedeniyle beyaz tabaka kalınlığında düşüş gözlenmiştir (Çelik and Karadeniz 1996). Ayrıca, yüksek sıcaklıklarda denitriding reaksiyonu daha hızlı olduğu için, yüksek sıcaklık ve uzun sürelerde beyaz tabaka kalınlığındaki düşüşün nedeni olarak da denitriding gösterilmiştir. Zira, denitriding reaksiyonu sonucu plazmadaki hidrojen gazı miktarındaki artış beyaz tabaka kalınlığını azalacaktır (Kruny et al 1986).



Şekil 2.17. Beyaz tabaka kalınlığının farklı sıcaklıklarda nitrürleme süresi ile değişimi (Metin and Inal 1987).



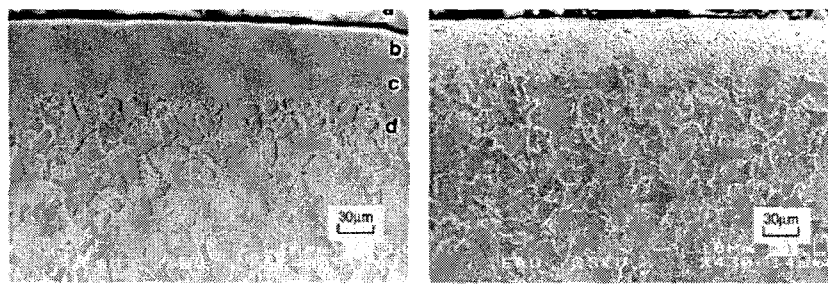
Şekil 2.18. Beyaz tabaka kalınlığının nitrürleme sıcaklığı ile değişimi (Çelik and Karadeniz 1996).

Karamış ve diğ. (1983), EN 40 B çeliği üzerinde yaptıkları bir çalışmada, artan işlem süresiyle, yayınım tabaka kalınlığı ile birlikte beyaz tabaka kalınlığının da arttığını ve bu artışın yüksek sıcaklıklarda daha belirgin olduğunu saptamışlardır. Ayrıca, aynı işlem süresinin sürekli ya da kesintili olarak uygulanması durumunda, elde edilen beyaz tabaka da yapısal bir değişikliğinin oluşmamasına karşın, tabaka kalınlıklarında değişimlerin olduğu da saptanmıştır. 550 °C 'de, 100 saat ve 50x2 saat olarak uygulanan iyon nitrürleme sonucunda elde edilen beyaz tabaka kalınlıkları sırasıyla 11 µm ve 7 µm, yayınım tabaka kalınlıkları ise 0,76 mm ve 0,81 mm olmuştur (Tablo 2.3). Yüksek sıcaklıklarda ve uzun sürelerde yapılan nitrürleme işlemleri sonucu beyaz tabaka kalınlığında düşüş olurken, yayınım tabakası ile beyaz tabaka arasında, Fe₄N ve ferritin ötektoid karışımından oluşmuş, son derece gevrek özelliklere sahip olan "Braunite" adı verilen bir yapı oluşur.

İşlem süresindeki artış ile braunite fazının kalınlığında azalma olur (Çelik ve diğ. 2001). AISI 8620 çeliği ile yapılan bir çalışmada, yüksek sıcaklıklarda işlem süresinin uzaması ile beyaz tabaka kalınlığında düşüş olduğu (Tablo 2.4) ve 600 °C gibi yüksek işlem sıcaklıklarında yayınım tabakası ile beyaz tabaka arasında braunite fazının oluştuğu ve söz konusu bu faz kalınlığının da işlem süresinin artması ile birlikte azaldığı görülmektedir (Şekil 2.19).

Tablo 2.3. EN 40 B çeliğinin farklı koşullarda iyon nitrürlenmesi sonucu elde edilen değerler (Karamış and Staines 1989).

İşlem süresi (saat)	İşlem sıcaklığı (°C)	Beyaz tabaka kalınlığı (µm)	Yayınım tabaka kalınlığı (mm)	İşlem süresi (saat)	İşlem sıcaklığı (°C)	Beyaz tabaka kalınlığı (µm)	Yayınım tabaka kalınlığı (mm)
4	550	6,70	0,240	49	550	-	-
	570	2,77	0,225		570	9.40	0.625
9	550	5,85	0,265	64	550	8.25	0.580
	570	9,20	0,300		570	9.75	0.700
16	550	7,80	0,295	50+50	550	7.10	0.815
	570	10,10	0,460		570+550	5.80	0.825
25	550	-	-	100	550	10.50	0.760
	570	9,50	0,555		570	9.93	0.910
36	550	7,70	0,525	94	510	6.50	0.43
	570	9,70	0,575				



(a) 1 saat

(b) 8 saat

Şekil 2.19. 600 °C de iyon nitrürlenmiş AISI 8620 çeliğinin SEM görüntüsü (b: beyaz tabaka, c:braunite, d: yayınım tabakası) (Çelik ve diğ. 2001).

Tablo 2.4. Farklı koşullarda iyon nitrülenmiş AISI 8620 çeliğinin sertlik ve tabaka kalınlık değerleri (Çelik et al 2001).

İşlem parametresi		Tabaka kalınlığı (μm)			Yüzey Sertliği (HV)
T ($^{\circ}\text{C}$)	t (saat)	Beyaz	Yayınım	Braunite	
450	1	1-2	145-155	-	300-320
450	4	2-4	240-250	-	360-390
450	8	4-6	340-350	-	380-420
500	1	2-4	170-180	-	410-430
500	4	3-5	290-300	-	460-480
500	8	5-7	410-420	-	500-530
550	1	6-10	245-255	-	390-410
550	4	10-14	420-430	-	450-480
550	8	12-18	480-490	-	360-380
600	1	10-15	260-270	50-60	360-380
600	4	0-5	470-480	40-50	400-430
600	8	0-5	580-590	20-30	330-350

2.2.4.2. Yayınım Bölgesi

Elektriksel boşalım altında iyonize edilmiş azotun ana malzemedeki nitrür yapıcı elementlerle (Al, Cr, V, Mo ve Ti gibi) reaksiyona girmesi sonucunda oluşan değişik alaşım nitürlerini içeren ve beyaz tabakanın hemen altında oluşan bölgedir. Yayınım tabaka kalınlığı, kesit boyunca azotun oluşturduğu nitrürlerin neden olduğu sertlik artışı ile ilişkili olup, yüzeyden itibaren malzemenin merkezine doğru, ana malzeme sertliğinin %10 fazlası sertliğe denk gelen noktaya olan uzaklıktır (Karamış and Staines 1989). İşlem sıcaklığı, süresi, gaz karışımı ve ana malzemenin kimyasal bileşimine bağlı olarak 600 μm kalınlığına ve 1000-1100 Hv yüzey sertliğine sahip olabilir. Azotun, yüzeyden çeliğin merkezine doğru yayılımı sonucunda, yayılım bölgesinde aynı anda bir kaç değişik reaksiyon oluşmaktadır. Bu reaksiyonlar; α -Fe kafesine azot atomlarının girmesi, metal nitrürlerinin çökmesi, artık gerilmelerin oluşumu, karbonun yeniden yayılımı ve tane sınırları fazının oluşumudur.

Demir esaslı metaller de azot, katı eriyik halinde çözünürlük sınırına kadar kafes boşluğu ya da kafes aralarında bulunurken, bu değer ötektoid sıcaklığında yaklaşık olarak 0,4% N kadardır. Azotun α -Fe içerisinde arayer katı eriyiği olarak bulunması durumunda, azot yoğunluğuna bağlı olarak kafes parametresi değeri Denklem 2.7 'de verilmiştir.

$$a \text{ (nm)} = (0,28666 \pm 0,0001) + (0,79 \pm 0,07) \times 10^{-3} [\text{N \% atom}] \quad (2.7)$$

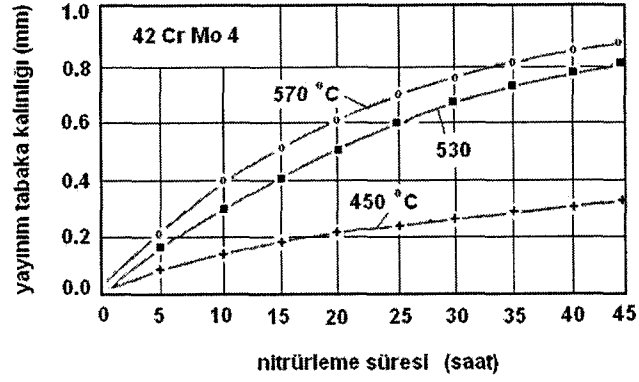
Ötektoid noktadaki maksimum çözünürlük olan %0,4 N değeri için, kafes parametresinde $3,2 \times 10^{-4}$ nm 'lik bir artış olur ki, bu da yapıda %0,12 gibi düşük bir çarpılmaya yolaçar. Bu yüzden, sadece azotun katı eriyik sertleşmesi olması durumunda sertlik çekirdek sertliğinin çok az üstüne çıkmaktadır. Nitrüleme işleminde, azot yoğunluğu malzemenin çekirdeğinden yüzeye doğru artmakta ve çözünürlük sınırı aşıldığında ince bağdaşık çökelti oluşmaktadır. Çökelti hem tane sınırında hem de tane içinde olabilir. Nitrürlenmiş saf demirde γ -Fe₄N ve α -Fe₁₆N₂ gibi nitürler, işlem sıcaklığından oda sıcaklığına soğuma sırasında oluşurlar. Oluşan nitür çökeltilerinin kendi aralarında büyüklük sıralaması Fe₁₆N₂>Fe₃N>Fe₄N şeklinde olup, yüksek sıcaklıklarda sadece Fe₄N oluşur. Elektron mikroskobu ile yapılan bir çalışmada, yayınma bölgesinin Fe₁₆N₂, Fe₄N ve α -Fe fazlarını içeren "Guinier Preston (GP) zone" adı verilen bölgelerden oluştuğu gözlenmiştir.

Fe-Cr alaşımlarının nitürlenmesiyle, demir-nitür çökeltilerine ek olarak, kromun azot ile reaksiyonu sonucunda CrN ve Cr₂N oluşur. CrN ve Cr₂N nitürleri, demir nitürlerden farklı olarak nitürleme sıcaklığında çöklerler. Oluşan nitür çökelti, kafes yapısının daha fazla çarpılmasına ve dislokasyonların daha fazla kilitleyerek, ilerlemesinin yavaşlamasına neden olur. Bu ise yayınım bölgesinde sertlik artışı yaratır (Thelning 1987, Leslie 1982). %1 'den de daha az Cr içeriğine sahip olan alaşımlarda, tane içinde ışık mikroskobunda bile görülemeyecek düzeyde ince, dağılmış CrN nitürü, işlem süresine bağlı olarak tane sınırı boyunca Cr₂N nitürü olarak çökeldiği gözlenmiştir. Oluşan Cr₂N nitürünü özgül hacminin CrN nitürüne göre daha düşük olması, yapıda oluşturacağı şekil değişimlerinin de daha az olmasına neden olur. Demir alaşımlarında Cr içeriğinin artması durumunda (%3,82 Cr) çökeltinin tane sınırında başladığı saptanmıştır (Mittemeijer et al 1980).

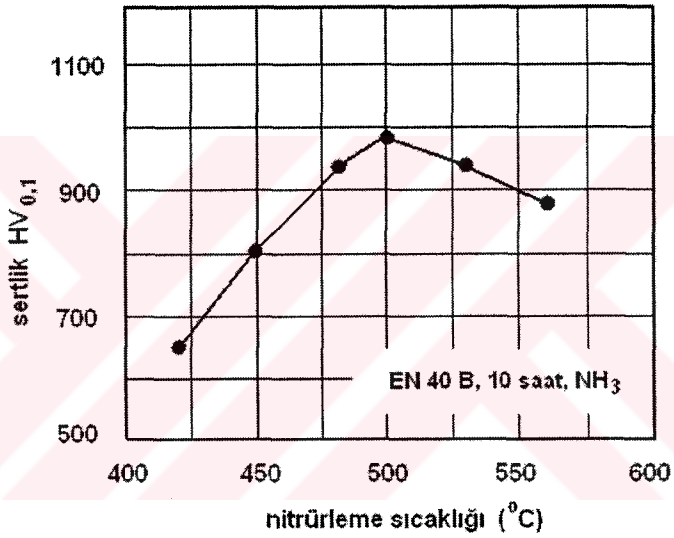
Tablo 2.5. Nitrürlemede oluşan demir esaslı nitrürler ve bazı özellikleri (Genel 1999).

Faz	Gösterimi	%N (ağırlıkça)	%N (atomsal)	Kafes Türü	Kafes parametresi °A	Oluştugu sıcaklık °C
Ferrit (α)	Fe	0,10	0,4	HMK	a=2,866	-
α	Fe ₁₆ N ₂	3,04	11,1	HMT	a=5,720 c=6,290 c/a=1,618	450-500
ϵ	Fe ₃ N	7,71	25,0	Hegzagonal	a=2,705 c=4,376 c/a=1,618	450-550
γ	Fe ₄ N	5,90	20,0	YMK	a=3,795	350-700
ζ	Fe ₂ N	11,14	33,3	Ortorombik	a=5,530 b=4,480 c=4,425	-

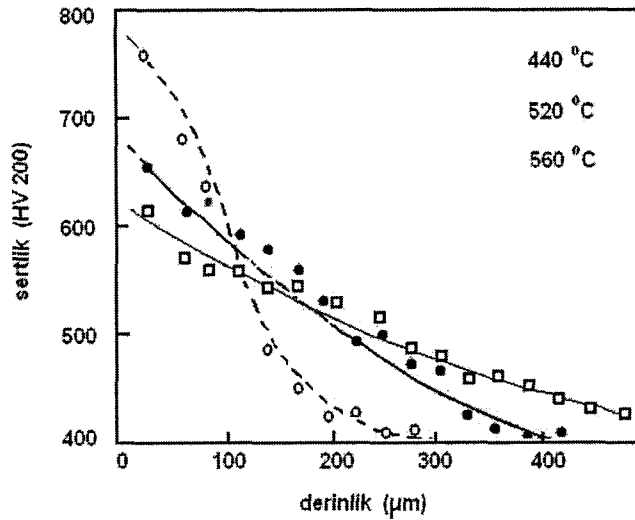
İyon nitrürleme, yayılım kontrollü bir yüzey sertleştirme yöntemi olduğundan, nitrürleme sıcaklığının artması ile yayılım tabaka kalınlığı ve yüzey sertlik değeri artış gösterir. Farklı sıcaklıklarda iyon nitrürlenmiş AISI 4140 çeliğinde yayılım tabaka kalınlığı artan sıcaklıkla artış göstermiş ve maksimum kalınlık 570 °C 'de elde edilmiştir (Şekil 2.20). Sıcaklığın belirli bir değerin üzerine çıkması durumunda, yüzey sertlik değerinde düşüş oluşurken (Şekil 2.21), yayılımın daha etkili olmasından dolayı sertlik profili içeriye doğru daha yatay duruma geçerek kalın yayılım tabaka kalınlıklarının eldesini sağlar (Şekil 2.22) (Sun and Bell 1991, Robino and Inal 1983). Düşük sıcaklıklarda yapılan iyon nitrürleme işlemlerinde, yayılan azot miktarının azalması nedeniyle oluşan nitrür yoğunluğu yeterli olmayarak, yüzey sertliğinin düşük olmasına yol açacaktır. Bu nedenle, her malzemenin kimyasal bileşimine bağlı olarak optimum bir sıcaklık aralığı olup, yüksek yüzey sertliğinin elde edilmesi için bu sıcaklık aralığında çalışılması gerekir. Hem yüksek yayılım tabaka kalınlığının hem de yüksek sertlik değerinin istendiği uygulamalarda, yüksek yüzey sertliğinin sağlayacak optimum sıcaklıkta uzun süreli nitrürleme işlemlerinin yapılması uygundur. Nitrürleme ısıl işlemi ve dolayısı ile nitrür tabaka kalınlığının gelişimi yayılım kontrollü bir işlem olduğundan, yayılım tabaka kalınlığı nitrürleme işlem süresinin karekökü ile doğrusal olarak gelişir (Sun and Bell 1991, Robino and Inal 1983). Şekil 2.23 'de, 500 °C 'de yapılan nitrürleme işleminde, yayılım tabaka kalınlığının gelişimi işlem süresinin karekökünün bir fonksiyonu olarak verilmiştir.



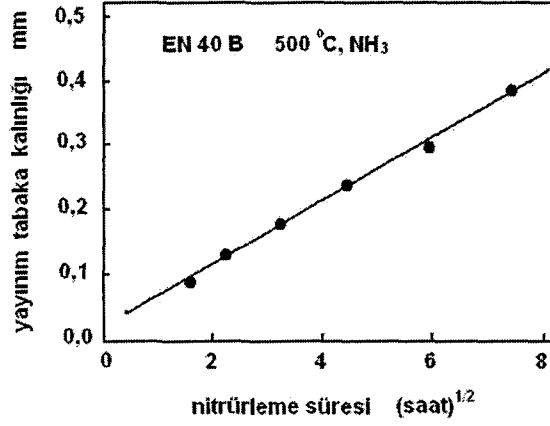
Şekil 2.20. Yayının tabaka kalınlığının sıcaklık ve süreye bağlı olarak değişimi (Probhudev 1992).



Şekil 2.21. Nitrüleme sıcaklığının yüzey sertlik değerine etkisi (Sun and Bell 1991).



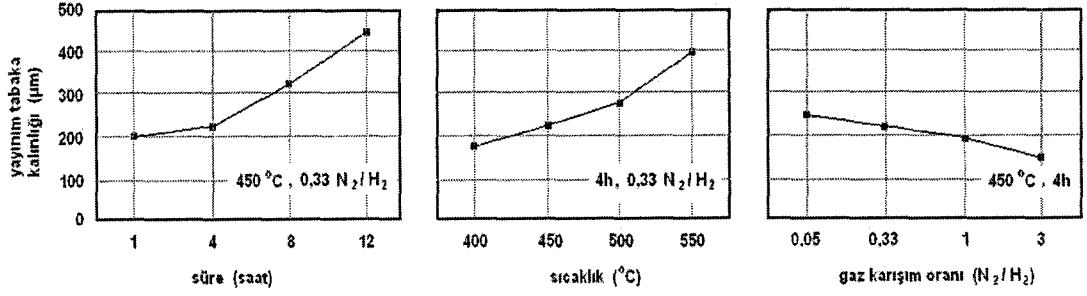
Şekil 2.22. Nitrüleme sıcaklığının sertlik derinliğine etkisi (Robino and Inal 1983).



Şekil 2.23. Yayınım tabaka kalınlığının zamanın karekökü ile doğrusal artışı (Sun and Bell 1991).

İyon nitritleme işlem sıcaklığının, malzemenin görmüş olduğu ıslah koşullarındaki temperleme sıcaklığına yakın ya da daha yüksek olması durumunda, özellikle uzun süreli nitritleme işlemlerinde, yayınım tabaka kalınlığının gelişimi nitritleme süresinin karekökü ile lineer bir ilişki göstermez. Bunun nedeni nitritleme sırasında oluşan aşırı temperlemenin sadece ana malzemenin yumuşamasına ve oluşan nitritlerin irileşmesine neden olmakla kalmayıp, aynı zamanda nitritlerin çözünmesinde yol açmasıdır. Bu nedenle, temperleme sıcaklığının nitritleme sıcaklığından en az 20 °C daha düşük olması gerekir (Sun and Bell 1991, Anichkina et al 1989).

Yayınım tabakası özellikleri işlem sıcaklığına, süresine, ana malzemenin alaşım içeriğine ve gaz karışımına bağlıdır. İyon nitritleme işlemindeki amaç, yüzeye azot yayılımını sağlayarak malzemenin mekanik, tribolojik ve korozyon özelliklerini iyileştirmek olduğu için, N⁺ iyonları işlemin ana elemanıdır. Şekil 2.24 'de, AISI 5140 çeliği için yayınım tabakası kalınlığının gaz karışımındaki N₂:H₂ oranına, nitritleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişimi verilmiştir. Genel olarak, işlem sıcaklığının ve süresinin artması ile birlikte yayınım tabaka kalınlığı artarken, N₂:H₂ oranındaki artış ile yayınım tabaka kalınlığındaki düşüşün nedeni uygulanan gerilimin etkisi olarak açıklanabilir. N₂:H₂ gaz karışım oranının artması durumunda daha düşük gerilimlere gereksinim duyulur. Bu durumda iyonize olan gaz miktarı ve iyonların kinetik enerjileri azalır. Nitritleme hızı, dolayısı ile yayınım tabakasının gelişim hızı, artan N₂:H₂ oranı ile azalma eğilimi gösterir (Alsaran and Çelik 2001).

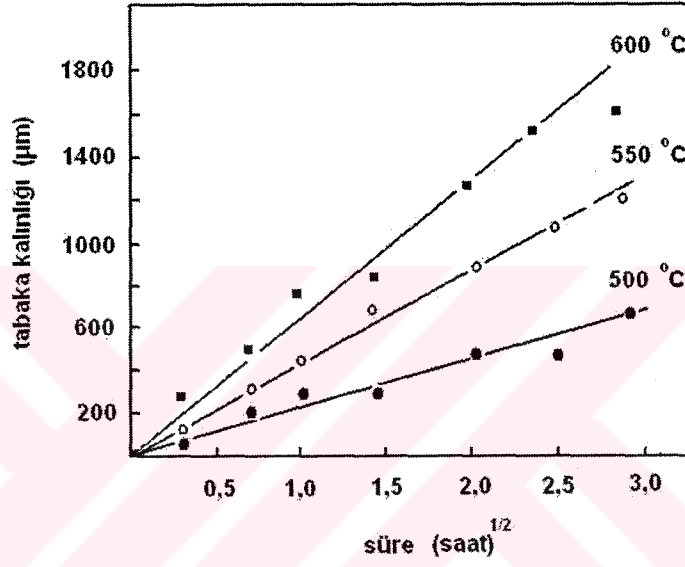


Şekil 2.24. İyon nitrülenmiş AISI 5140 çeliğinde yayınım tabakasının gelişimi (Alsaran and Çelik 2001).

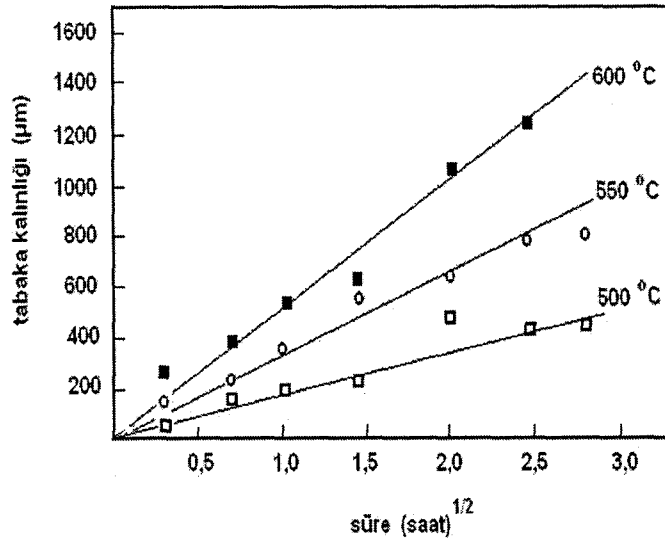
Bunun yanında $N_2:H_2$ oranının belirli bir değerin altında olması durumunda, görece daha az azot yayınım bölgesine geçeceğinden sertlik değerinde belirli bir düşüş gözlenir. $>99.88\%$ Fe saflığındaki demirin saf N_2 ve N_2+H_2 gazları ile iyon nitrülmesi sonucunda elde edilen yayınım tabaka kalınlıklarının gelişimi, zamanın karekökü ile doğru orantılı olurken, bu artış N_2+H_2 gaz karışımında daha büyük olmuştur (Şekil 2.25) (Metin and Inal 1987). Bununla birlikte, aynı koşullarda iyon nitrülme işlemi uygulanan D2, D3, H13 ve M2 çeliklerinde, yayınım tabaka kalınlığı ve yüzey sertliği karışım gaz içindeki N_2 ($5-25\%$ hacimsel) kısmı basıncından D2, D3, H13 için bağımsız gelişirken, durum M2 için farklı olmuştur. M2 dışındaki tüm çeliklerde, tüm nitrülleme sıcaklıklarında nitrüllemenin başlangıcında yayınım tabakasının oluştuğu varsayılır. Bu nedenle farklı N_2 basınçlarında elde edilen yüzey sertlik ve yayınım tabaka kalınlıkları benzerdir. M2 çeliğinde, N_2 kısmi basıncına bağlı olarak yüzey sertlik ve yayınım tabaka kalınlığındaki farklılığın nedeni, bu çeliğin bünyesinde yer alan çok sayıda nitrit yapıcı elementin varlığıdır. Bu da azot tüketim hızını artırır, yayınım tabaka kalınlığının N_2 kısmi basıncındaki artış ile artmasını sağlar (Ozbaysal et al 1986).

İyon nitrülleme işleminde kullanılan gaz bileşiminin nitrülenmiş malzemenin yüzey özelliklerine doğrudan etkisi olup, N_2+H_2 gaz karışımı durumunda maksimum yayınım tabaka kalınlığı ile birlikte maksimum yüzey sertlik değeri elde edilmektedir. AISI 4340 çeliğinde yapılan bir çalışmada, karışım gazında N_2 kısmi basıncının sabit tutulup, H_2 yerine aynı basınçta Ar ya da başka bir asal gaz kullanılması durumunda, yayınım tabaka kalınlığında ve yüzey sertliğinde düşüş olduğu gözlenmiştir (Şekil 2.26) (Hudis 1973).

N_2+H_2 gaz karışımına ilave edilen propan gazı yardımıyla, gaz ortamında oluşturulan farklı % C gazı içeriğinin yüzey sertlik değerine etkisi Şekil 2.27 'de verilmiştir. Yüzey sertlik değeri, artan % C içeriği ile 0,5 değerine kadar artış göstermiş daha sonra düşmüştür. Şekil 2.28 'de ise, %0,5 C içeren ve içermeyen gaz karışımlarında, sertlik ile iyon nitrürleme sıcaklığı arasındaki ilişki verilmiştir. Tüm iyon nitrürleme sıcaklıklarında elde edilen sertlik değerleri, gaz bileşiminde %0,5 C içeren koşullarda daha yüksektir (Cho and Lee 1980).



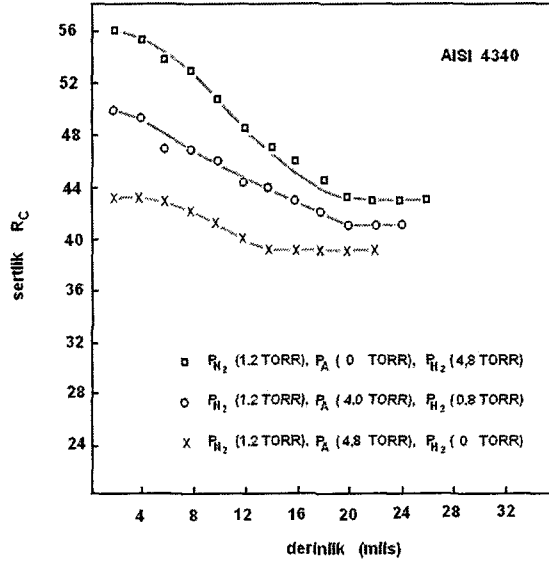
(a)



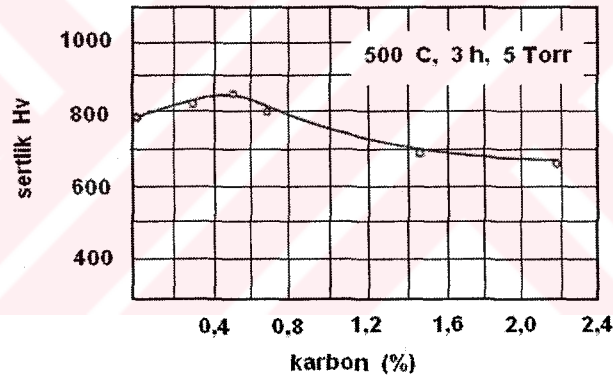
(b)

Şekil 2.25. a)Yayınım tabaka kalınlığının zamanla değişimi (N_2+H_2),

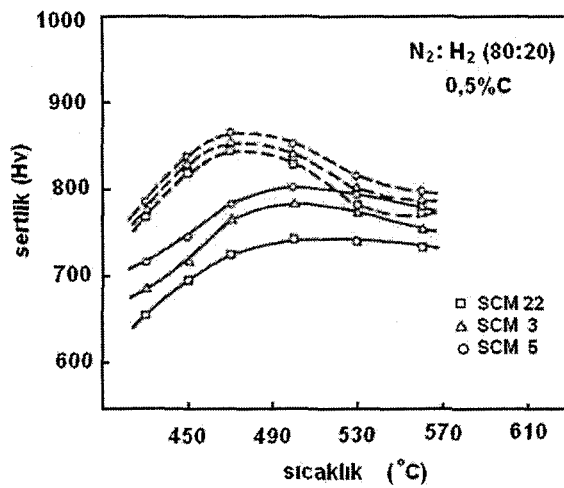
b)Yayınım tabaka kalınlığının zamanla değişimi (N_2) (Metin and Inal 1978).



Şekil 2.26. Aynı koşullarda, farklı gaz karışımlarında iyon nitrülenmiş AISI 4340 çeliğinde sertlik dağılımı (Hudis 1973).



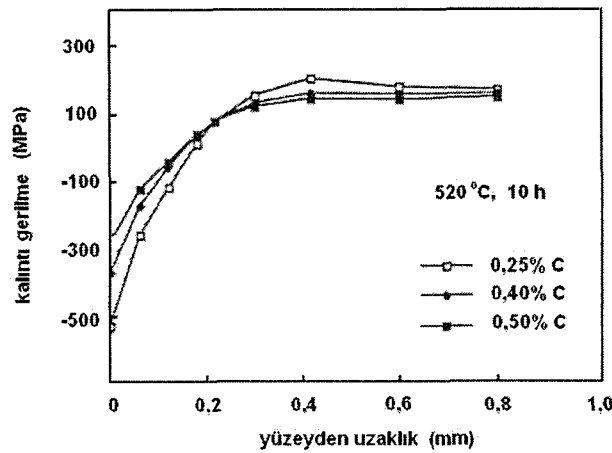
Şekil 2.27. Karışım gazdaki %C oranının sertlik değerine etkisi (Cho and Lee 1980).



Şekil 2.28. İşlem sıcaklığının yüzey sertliğine etkisi (Cho and Lee 1980).

Azot atomları kafes yapıda oktahedral arayerlere yerleşmekte olup, yayının bölgesinde α -Fe nin azota doyması ve nitrür çökmesinin bir sonucu olarak yayının tabakası çekirdeğe göre genişlemeye çalışmakta, fakat bu genişlemenin çekirdek tarafından engellenmesi, yüzey ve yüzeye yakın kısımlarda artık basma gerilmelerinin oluşumuna neden olmaktadır (Sun and Bell 1991). Yüzeye yakın kısımlarda oluşan basma gerilmelerini dengelemek amacıyla ana malzemede de çekme artık gerilmeleri oluşur. Oluşan artık gerilmelerin derecesi sadece iyon nitrürleme işlem koşullarına bağlı olmayıp, aynı zamanda ana malzemenin kimyasal bileşimine de bağlıdır. Nitrürleme sonrası alaşımsız çeliklerde daha küçük gerilmeler gelişirken, alaşımlı çeliklerde oluşan basma artık gerilmeleri oldukça büyüktür.

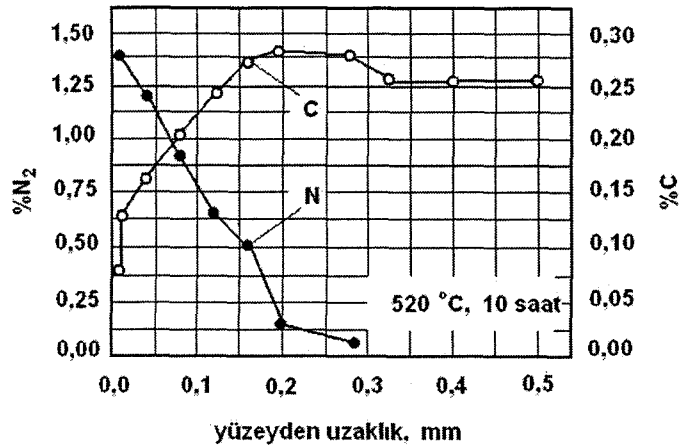
Hole-drilling tekniği ile elde edilen artık gerilme profilleri Şekil 2.29 'da verilmiş olup, çeliğin kimyasal bileşimindeki %C miktarının artması ile sertlikte ve nitrür tabakasındaki basma artık gerilmelerinde azalma olduğu görülmektedir. Bununla birlikte, artık gerilme oluşumu ve sertlik artışının kaynağı benzer olmasına rağmen mikrosertlik ile artık gerilme arasında doğrudan bir ilişki yoktur (Hekker et al 1985). Nitrürleme sıcaklığının 450 °C 'den 520 °C 'ye çıkması durumunda maksimum sertlik değeri 780 Hv 'den 940 Hv 'ye çıkarken, basma artık gerilmesi değeri 2300 Mpa 'dan 520 Mpa 'a düşmektedir. Sertlik artışı daha çok azotun yayını ve nitrür çökeltilerinin oluşumu ile ilişkili iken artık gerilme oluşumu sadece bunlarla ilişkili olmayıp aynı zamanda karbonun yeniden dağılımı, karbürlerin çözünmesi ve nitrür tabakasında tane sınırı fazının oluşumu ile de ilişkilidir (Sun and Bell 1991).



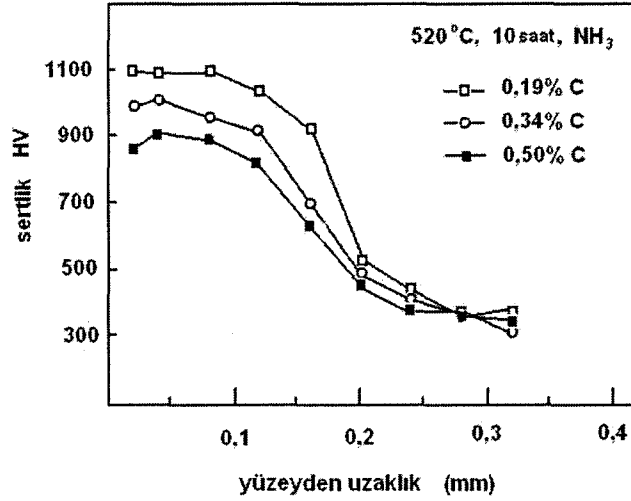
Şekil 2.29. Artık gerilme dağılımı (Sun and Bell 1991).

Azotun α -Fe kafesine girmesi ve CrN gibi metal nitürlerinin çökmesi ile nitür tabakasında oluşan basma artık gerilmesi ve azotun nitür tabakasına geçişi karbonun yeniden dağılımına neden olur. Başlangıçta çeliğin kimyasal bileşiminde bulunan karbon atomları, yüzey ve nitür tabakasının önü gibi gerilimsiz bölgelere yayılarak nitür tabakalarının karbonsuzlaşmasına neden olurlar. Karbonsuzlaşma sonunda, nitür tabakasının önünde oluşan karbonca zengin bölge ve tane sınırı fazı yüzeye paraleldir. Nitürleme sıcaklık ve süresinin artması ve karışım gazındaki N_2 miktarının azalması, karbonsuzlaşma eğilimini artırır (Sun and Bell 1991).

Şekil 2.30 'da iyon nitürlenmiş EN40B çeliğinin azot ve karbon içeriği profilleri verilmiştir. Bu olay hem gaz nitürlenmiş çelikte hem de iyon nitürlenmiş çelikte incelenmiş olup, iyon nitürleme yönteminde katot saçılımı olmasından dolayı karbonsuzlaşmanın daha belirgin olduğu gözlenmiştir (Mridha and Jack 1982). Ana malzemenin kimyasal bileşiminde bulunan % C miktarının yaygın tabakasının sertlik dağılımına etkisi Şekil 2.31 'de verilmiştir. Çeliğin bünyesinde bulunan alaşım elementlerinin bazıları (V, Cr, Mo, N) hem nitür hem de karbür yapıcı elementler olup, karbon içeriğinin artması durumunda, karbür oluşturmak için C tarafından bağlanacaklardır. Bu ise oluşturabilecekleri nitür miktarının azalmasına ve sonuçta sertlik düşüşüne neden olacaktır (Sun and Bell 1991). Ayrıca, ana malzemedeki C miktarının artması ile azotun yayılım katsayısı azalır. Sıcaklığın artması ile azot yayılımındaki değişim, düşük karbonlu çeliklerde, yüksek karbonlu çeliklere göre daha belirgin olur.



Şekil 2.30. İyon nitürlenmiş EN 40B çeliğinde N ve C 'nun dağılımı (Sun and Bell 1991).



Şekil 2.31. Çelikteki %C miktarının sertlik dağılımına etkisi (Sun and Bell 1991).

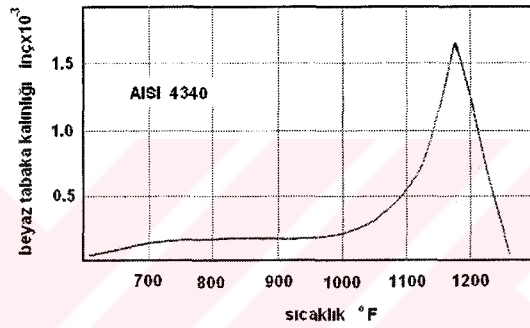
2.2.5. İyon Nitrürleme İşleminin Temel Değişkenleri

İyon nitrürleme yüzey sertleştirme işlemi, yayılım kontrollü, ferritik termo kimyasal bir yüzey sertleştirme yöntemi olup, işlemin etkinliği seçilen işlem parametrelerine bağlı olarak gelişir. Bunlar; sıcaklık, süre, gaz bileşimi, gaz basıncı ve uygulanan gerilimdir.

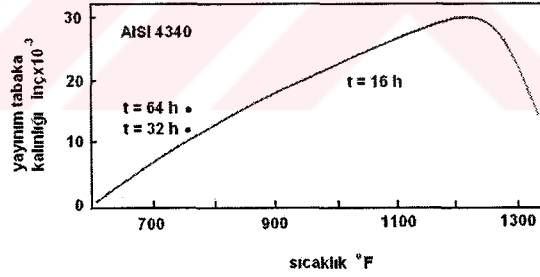
2.2.5.1. İşlem Sıcaklığı

Yüksek gerilim altında iyonize edilen işlem gazının pozitif yüklü hale gelerek, katot konumundaki iş parçası yüzeyine bombardımanı sırasında, kinetik enerjilerini parça yüzeyine bırakmaları, iş parçasını ısıtır ve parçanın işlem sıcaklığına ulaşmasını sağlar. İyon nitrürleme yayılım kontrollü bir işlem olup, işlem sıcaklığının artması ile beyaz tabaka ve yayılım tabaka kalınlığı artar. Beyaz tabakadaki artış ağırlıklı olarak sıcaklıkla ilişkili iken yayılım tabakasının gelişimi sıcaklıkla birlikte süre ile de birincil dereceden ilişkilidir (Sun and Bell 1991, Inal et al 1989). Jones ve arkadaşları (1975), farklı sıcaklık ve sürelerde iyon nitrürlenmiş AISI 4340 çeliğinde beyaz tabaka kalınlığının, yayılım tabaka kalınlığının ve yüzey sertlik değerinin gelişimi incelenmiştir (Şekil 2.32), (Jones 1975). 1100 °F (550 °C) sıcaklık değerine kadar beyaz tabakanın kalınlığı $0,1-0,2 \times 10^{-3}$ inç (2.5-5.0 μm) arasında kalırken, 1200 °F (590 °C) gibi daha yüksek sıcaklıklarda ani bir artış göstermiştir (Şekil 2.32.a). 750 °F (400 °C) sıcaklığında yapılan iyon nitrürleme işleminde, işlem süresinin 32

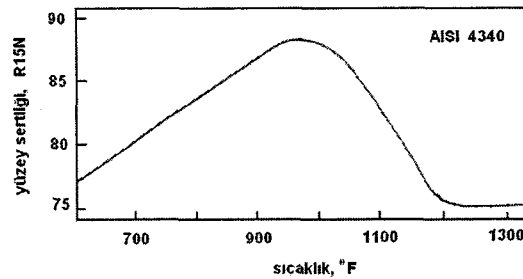
saat veya 64 saat olması durumunda elde edilen beyaz tabaka kalınlığının aynı olması, beyaz tabakanın gelişimi üzerinde sürenin pek önemli olmadığını göstermektedir (Taylor and Tookey 1981). Şekil 2.32.b ve Şekil 2.32.c incelendiğinde, iyon nitürleme sıcaklığındaki artış ile yüzey sertlik ve yayınım tabaka kalınlığındaki değişimin beraber hareket etmediği görülmektedir. İyon nitürleme sıcaklığının artması ile yayınım tabaka kalınlığı artarken, yüzey sertlik değeri, belirli bir sıcaklık değerinden sonra düşüş gösterir. Bu nedenle yüksek yüzey sertliğinin elde edilmesi için her malzemenin kimyasal bileşimine bağlı olarak optimum bir sıcaklık aralığı mevcut olup bunun aşılması gerekir.



(a)



(b)



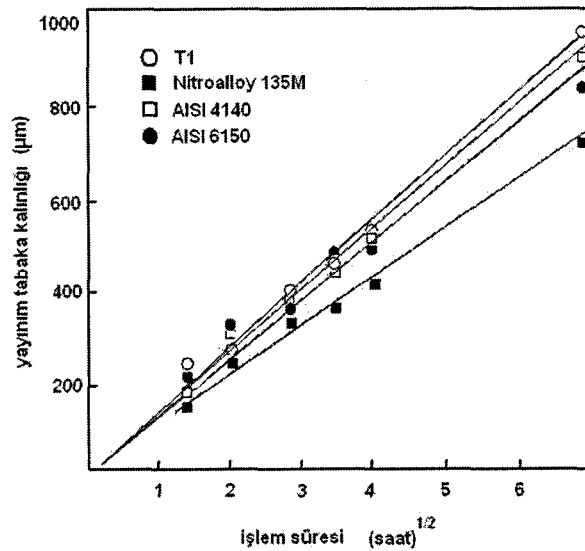
(c)

Şekil 2.32. a) Beyaz tabaka kalınlığının nitürleme sıcaklığı ile değişimi, b) Yayınım tabaka kalınlığının nitürleme sıcaklığı ile değişimi, c) Yüzey sertliğinin nitürleme sıcaklığı ile değişimi (Jones 1975).

Demir-azot denge sisteminde ötektoid sıcaklığı 592 °C olduğundan, yapısal değişime neden olmamak için iyon nitrürleme sıcaklığının 580 °C nin üstünde olmaması istenir (Probhudev 1992). Nitrürleme sıcaklığı, çeliğin iyon nitrürleme öncesi görmüş olduğu ıslah koşulları dikkate alınarak, temperleme sıcaklığının minimum 20 °C altında seçilmelidir. Ayrıca, yüksek sıcaklıklarda yapılan iyon nitrürleme işlemlerinde, beyaz tabaka ile yayınım tabakası arasında braunite adı verilen gevrek bir yapı oluşmakta olup, kalınlığı artan işlem süresi ile azalmaktadır (Probhudev 1992, Çelik ve diğ. 2001).

2.2.5.2. İşlem Süresi

İş parçasının, belirlenen iyon nitrürleme işlem sıcaklığına ulaştıktan sonra bu sıcaklıkta tutma süresi olup, iyonize olmuş azot atomunun malzemeye geçişi yayınım kontrollü olarak geliştiği için, yayınım tabaka kalınlığı zamanın karekökü ile doğru orantılı olarak artarken, her bir malzemenin kimyasal bileşimine bağlı olarak elde edilen eğimler farklıdır (Şekil 2.33) (Robino and Inal 1983, Ozbaysal et al 1986). Yayınım tabaka kalınlığı ile iyon nitrürleme süresi arasında parabolik bir ilişkinin varlığı pek çok araştırmacı tarafından vurgulanmış olup, belirli bir nitrürleme sıcaklığı için yüzey sertliğinin en büyük değerini aldığı optimum bir süre söz konusudur (Miyamura et al 1986, Kembaiyon et al 1989).



Şekil 2.33. Yayınım tabaka kalınlığının zamanın karekökü ile doğrusal artışı (Robino and Inal 1983)

Sürenin aşırı uzaması durumunda, özellikle yüksek sıcaklıklarda yüzey sertliğinde önemli azalmalar oluşur. Bunun nedeni ana malzemenin temperlenmesi ve oluşan nitrürlerin aşırı büyümesi, hatta çözünmesidir (Karamis and Staines 1989). Uygulanan nitrürleme süresi yayınım tabaka kalınlığının gelişimini ve dolayısı ile yorulma dayanımını birincil dereceden etkileyen bir değişkendir (Alsaran and Çelik 2002).

2.2.5.2.1. İyon nitrürleme süresinin şekil değişimine etkisi

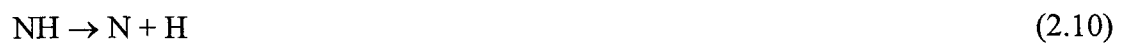
Yayınma tabakasında makro ve mikro şekil değişimi olmak üzere iki tür şekil değişimi (çarpılma) söz konusudur. Makro şekil değişimi, kafesin genişlemesi ile makro ölçekte, yayınım tabakasında basma gerilmesine yol açan şekil değiştirmedir. Mikroşekil değiştirme ise çökeltilerin kafesde neden oldukları yerel şekil değiştirmelerdir (Genel 1999). Makroşekil değişimi kafes parametresinin ortalama olarak şekil değişimi ile ilişkili iken, mikro şekil değişimi ise kafes parametrelerinin yerel olarak kısalıp uzaması ile ilişkilidir. Mikroşekil değişimi ile sertlik arasında doğrusal bir ilişki varken, makro şekil değişimi için böyle bir yaklaşım yoktur.

Yayınma bölgesi, azota doyma noktasına gelinceye kadar makroşekil değişimi artmaktadır. Azota doymuş demir katı eriyiminden α -Fe₁₆N₂ ve γ -Fe₄N in çökelmiş olması makro şekil değişimini pek fazla etkilemese de tek başına γ çökeltisi, α 'ya göre makroşekil değişimi üzerinde daha fazla etkilidir. Ayrıca CrN çökeltileri Cr₂N göre daha fazla şekil değişimine neden olurlar (Mittemeijer et al 1980). Cr alaşımlı malzemelerin, uzun sürelerde iyon nitrürlenmesi durumunda, nitrürleme süresinin artması ile makro şekil değişimi azalır. Nitürleme süresinin artması ile yayınım tabaka kalınlığı artmakta, fakat uzun işlem sürelerinde yüzeyde basma yerine çekme arttı gerilmeleri dahi oluşabilmektedir. Süreksiz çökeltilerin oluşması ve var olanların irileşmesi durumunda mikro şekil değişimleri de azalır. Mikroşekil değişimleri ile sertlik arasında doğrusal bir ilişki olduğundan, işlem süresinin aşırı olması durumunda artık gerilmelerin türü değişirken, sertlik değeri de azalır (Wiggen et al 1985, Mittemeijer 1985).

2.2.5.3. Gaz Bileşimi

Elektriksel-boşalım (glow-discharge) tekniği yardımıyla, atomik azotun metal yüzeyine yayınımla ile gerçekleştirilen bir yüzey sertleştirme yöntemi olan iyon nitrürlemede, işlem atmosferini oluşturmak için NH_3 , N_2 ya da N_2 nin H_2 , Ar, Ne, vb. karışımından oluşmuş gazlar kullanılır. Bazı uygulamalarda hidrokarbonların da (CH_3 , C_3H_8) kullanımı söz konusudur. İyon nitrürleme işlemi, saf azot ya da azotun kaliteli bir gazla karışımıyla yapılabilir de, en iyi yayınımla tabaka kalınlığı ve sertlik değeri N_2+H_2 karışımında elde edilmiştir (Hullett and Taylor 1985). Gaz nitrürleme ile iyon nitrürleme arasındaki farklılığın temel nedeni, iş parçası yüzeyinde oluşturulan elementel azotun oluşum mekanizmasıdır. Genellikle, 1-10 mbar basıncına sahip NH_3 ya da $\text{N}_2:\text{H}_2$ karışımlarından oluşturulmuş olan gaz atmosferleri yardımıyla herhangi bir çarpılmaya neden olmaksızın son derece temiz ve sert yüzeylerin elde edilebilir (Karamış 1992). Metastabil amonyak gazının kullanılması durumunda, amonyağın metalik yüzeylerde ayrışması ile azot ve hidrojen atomlarının yayınımla tek bir reaksiyonda oluşmayıp, bir seri reaksiyonu gerektirmektedir. Reaksiyonun hızı, amonyağın gaz moleküllerine ayrışması ile ilişkili olup aşağıdaki reaksiyonlar tarafından belirlenir (Karamış 1991, Hullett and Taylor 1985, Hudis 1973).

İyon nitrürleme işleminde, kullanılan gaz genellikle N_2 ve H_2 'nin çeşitli oranlardaki karışımı olup, bu gazların birbirine oranı işlem sonunda elde edilecek beyaz tabaka kalınlık ve türü ile yayınımla tabakası kalınlığını ve sertlik değerini belirler. $\text{N}_2:\text{H}_2$ karışım gazlarının kullanılması durumunda, oluşan atomik hidrojen ve azot yüzeye gönderildiğinde, atomik hidrojen malzeme yüzeyinde bulunan oksit ve pislikleri temizleyerek, azotun metal bünyesine daha hızlı ve etkin geçişini sağlar. İyon nitrürlemede işlem koruyucu gazı olarak genellikle $\text{N}_2:\text{H}_2$ nin çeşitli oranlardaki karışımları kullanılmakla birlikte buna alternatif olarak N_2+Ar , $\text{N}_2+\text{H}_2+\text{Ar}$ ve N_2+Ne gaz karışımları da kullanılmaktadır (Karakan et al 2003, Fancey et al 1995).



2.2.5.4. Ortam Basıncı ve Uygulanan Gerilim

İyon nitrürleme işleminde güç gereksinimi 215-600 V ve yaklaşık olarak 0,23 mA/m²Pa² değerine sahip olan doğru akım kaynağından sağlanır. Uygulama için gerekli olan güç gereksinimi, malzeme yüzey alanının, basıncının ve gaz karışımının bir fonksiyonudur (Hulett and Taylor 1985). İyon nitrürleme işleminin etkinliğini belirleyen sıcaklık, süre, gaz karışımı ve gaz basıncına ek olarak, akımda (güç yoğunluğu) beşinci işlem değişkeni olarak yerini almıştır. Akım yoğunluğu, işlem sıcaklığından bağımsız olarak plazma akım yoğunluğu dedektörü yardımıyla ayarlanır. İyon nitrürleme işleminde, akım yoğunluğunun kontrolü ile beyaz tabakanın kalınlığı ve bileşimi hassas olarak belirlenebilir (Spalvins 1989). Akım yoğunluğunun yayılım tabaka kalınlığına etkisini araştırmak amacıyla AISI 6150 çeliği üzerinde yapılan bir çalışmada, sabit sıcaklık ve sürelerde akım yoğunluğunun değiştirilmesinin yayılım tabaka kalınlığının gelişimi üzerinde herhangi bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir (Robino and Inal 1983). Tibbets ise iyon nitrürleme işleminin atomik azot tarafından kontrol edildiğini savunmakla birlikte, azotun yayılımının azot yoğunluğundan çok uygulanan akım yoğunluğundan etkilendiğini belirtmiştir. Azot yayılımının, atomik azot yoğunluğundan çok uygulanan akım yoğunluğundan etkilenmekte olduğu ve sabit bir süre için atomik azot yoğunluğunu kontrol eden E/P oranının (elektriksel alan/gaz basıncı) sabit tutulması durumunda, yayılım tabaka kalınlığının, akım yoğunluğunun bir fonksiyonu olarak değişmekte olduğu vurgulanmıştır. Bu ise, Tibbets 'in modelinin tersine, iyon nitrürleme işleminin atomik azot yoğunluğundan çok iyon akışı ile kontrol edildiğini göstermektedir (Brokman and Tuler 1981).

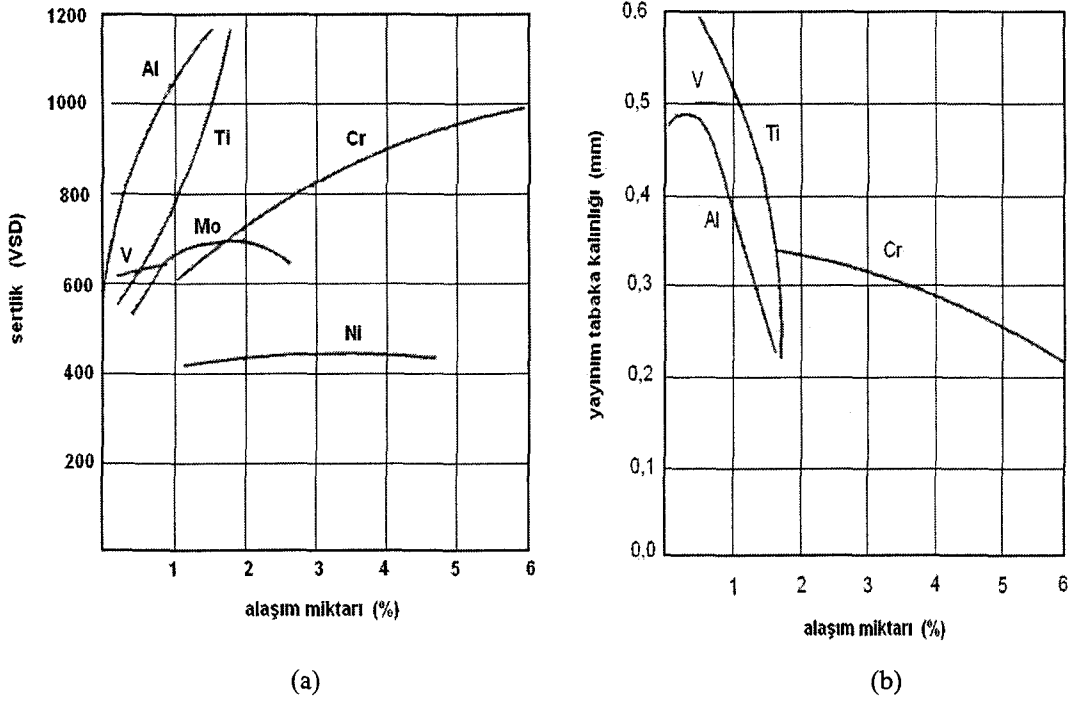
2.2.6. Malzemenin İyon Nitrürleme Performansına Etkisi

İyon nitrürleme işlemi sonucu elde edilen sertlik ve yayılım tabaka kalınlığı değeri, işlem parametreleri yanında, malzemenin kimyasal bileşimine bağlı olarak gelişir. Sertlik değerini önemli ölçüde arttıran elementler, çeliğin bünyesinde bulunan nitrür yapıcı elementler olup bunlar; Al, Cr, Mo, V, Ti 'dur. Alaşım elementinin türü ve miktarının yanısıra, malzemenin nitrürleme öncesi başlangıç mikroyapısı da nitrürleme işleminin etkinliğini belirleyen bir diğer önemli etkidir (Hodgsan 1956).

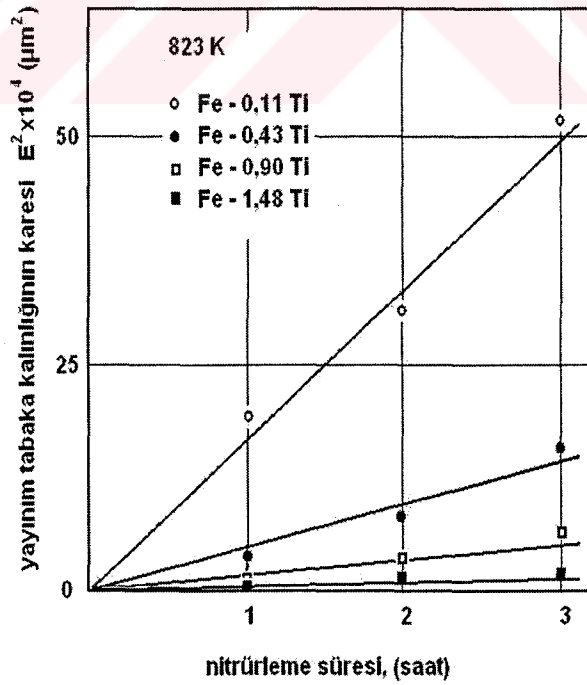
2.2.6.1. Alaşım Elementlerinin Etkisi.

Azotun yüzeyden malzemenin merkezine doğru yayılımı sonucunda, α -Fe nin azot ile doyması ve metalin içerdiği alaşım elementine bağlı olarak oluşturacağı nitürler yüzey sertlik değerini ve yayılım tabaka kalınlığını belirlemektedir. Al, Cr, Mo, V, Ti, Ni gibi nitür oluşturan alaşım elementleri, yüzey sertliği ve yayılım tabaka kalınlığına etki eden elementler olup bunların katkıları Şekil 2.34 'de verilmiştir. Yüzey sertliğini artıran alaşım elementleri sırası ile Al, Ti, Cr, Mo ve V olup, bu elementlerin miktarındaki artış aynı zaman da yayılım tabaka kalınlığını sınırlayıcı etkiye sahiptir. Zira, alaşım nitürleri azotun yayılımını önemli ölçüde engellerler. Al ve Cr sığ sertleşme etkisine sahipken, Ti ve V ile alaşımlandırılmış çelikler de, nitürleme işlemi ile kalın yayılım tabaka kalınlıkları oluşturulabilir. Çeliğin içeriğindeki Ti miktarının artması, onun nitürleme özeliğini arttırarak daha yüksek yüzey sertliklerinin elde edilmesine olanak sağlar. Oluşan TiN ler son derece kararlı olup, yüksek sıcaklıklarda dahi ana yapı ile uyumlarını kaybetmemektedir. Bu nedenle titanyum içeriğinin yüksek olması, yüksek sıcaklıklarda dahi nitürleme süresince yüksek yüzey sertliğinin korunacağı anlamını taşımaktadır (Seybolt 1969, Ozbaysal and Inal 1986).

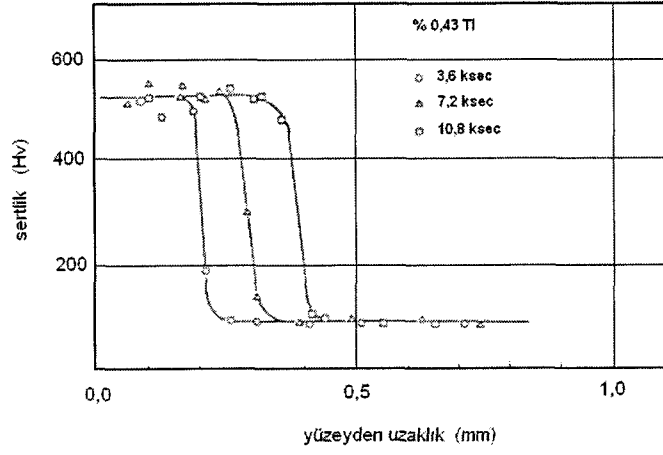
Fe-Ti alaşımlarında yayılım tabaka kalınlığı zamanın karekökü ile orantılı olarak artarken, bu artış %Ti içeriğinin artması ile daha belirgin bir hal almaktadır (Şekil 2.35). Nitürleme süresindeki artış kaplama kalınlığının artışına neden olurken yüzey sertliğinde herhangi bir değişime neden olmamaktadır (Şekil 2.36.a). Bunun nedeni elde edilen yüzey sertlik değerinin sadece %Ti miktarı ile ilişkili olmasıdır. %Ti miktarının artması ile yüzey sertlik değeri artarken, oluşan nitürlerin azotun yayılımını engellemesinden dolayı yayılım tabaka kalınlığı azalır (Şekil 2.36.b) (Miyamura et al 1986). Nitürleme sonucu, Fe-Ti alaşımında oluşan sertlik artışı %Ti içeriği ile doğrusal bir ilişkiye sahip olsa da, %3 Ti değerinden sonra sertlik değeri sabit kalmaktadır (Şekil 2.37). Bunun nedeni olarak, optimum katı çökelti ya da çökelti hacminin %3 Ti değerinde elde edilebildiği düşünülmüştür (Kirkwood et al 1974). Benzer davranışın Al içeriği için de geçerli olduğu gözlenmiş ve bunların ışığında optimum çökelti içeriği ya da hacimsel çökelti oranının olduğu varsayılmıştır.



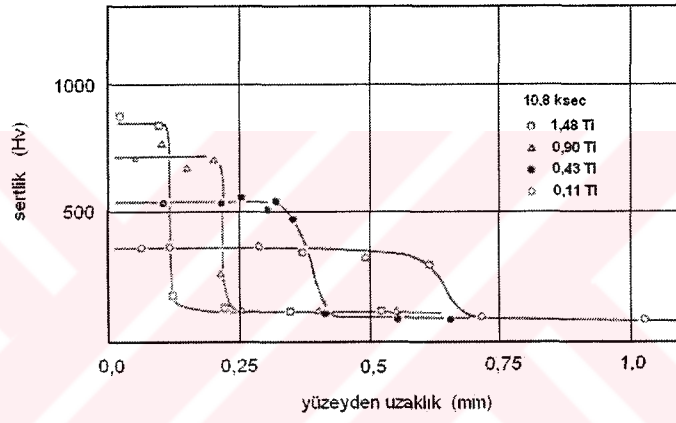
Şekil 2.34. a) Alaşım elementlerinin yüzey sertliğine etkisi (Thelning 1987),
b) Alaşım elementlerinin yayınım tabaka kalınlığına etkisi.



Şekil 2.35. Yayınım tabaka kalınlığının nitrürleme süresine bağlı olarak gelişimi (Miyamura et al 1986).



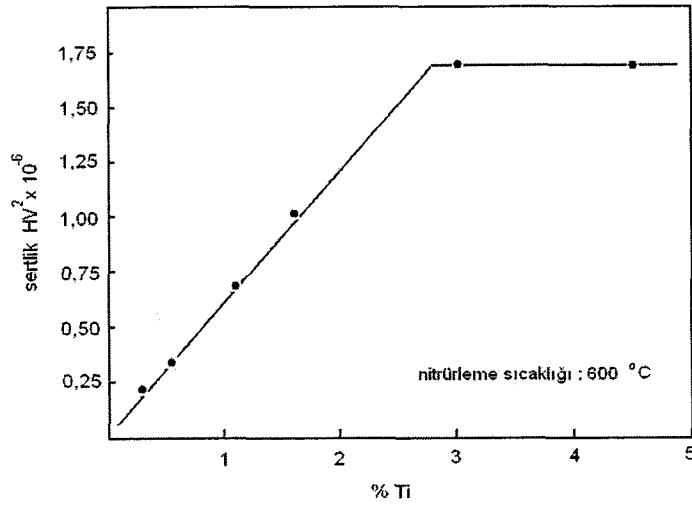
(a)



(b)

Şekil 2.36. a) Nitrürleme süresinin sertlik dağılımına etkisi,

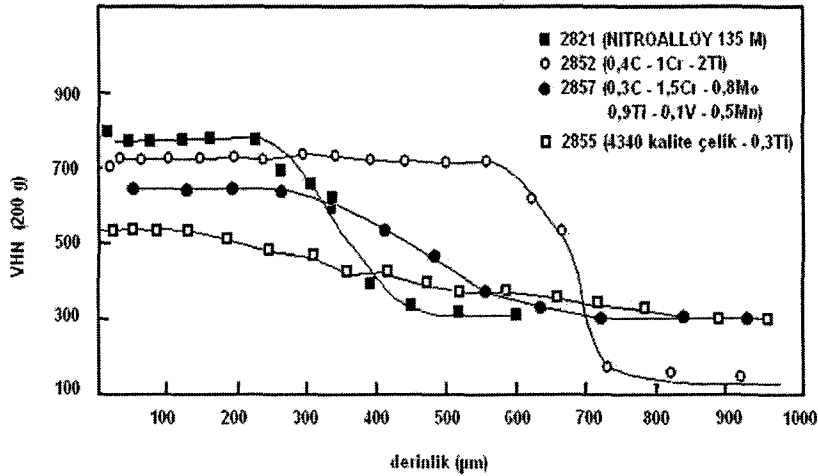
b) %Ti miktarının sertlik dağılımına etkisi (Miyamura et al 1986).



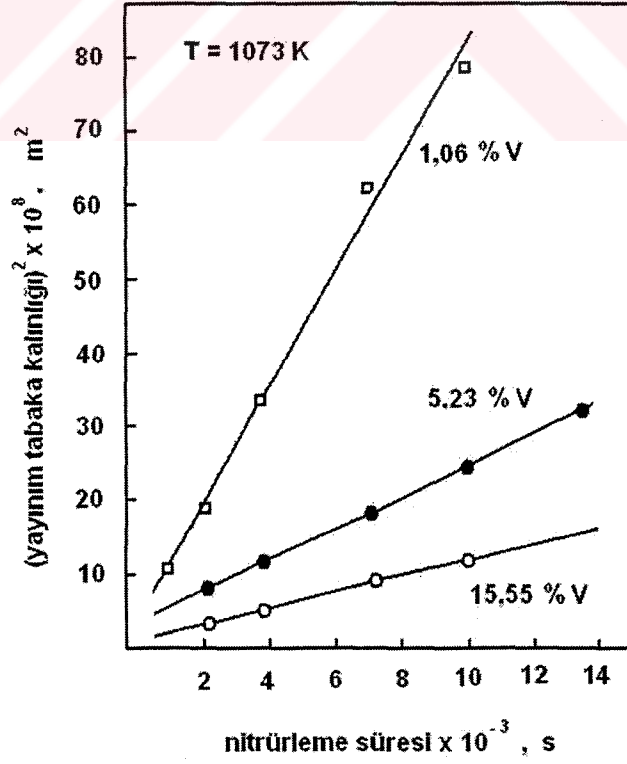
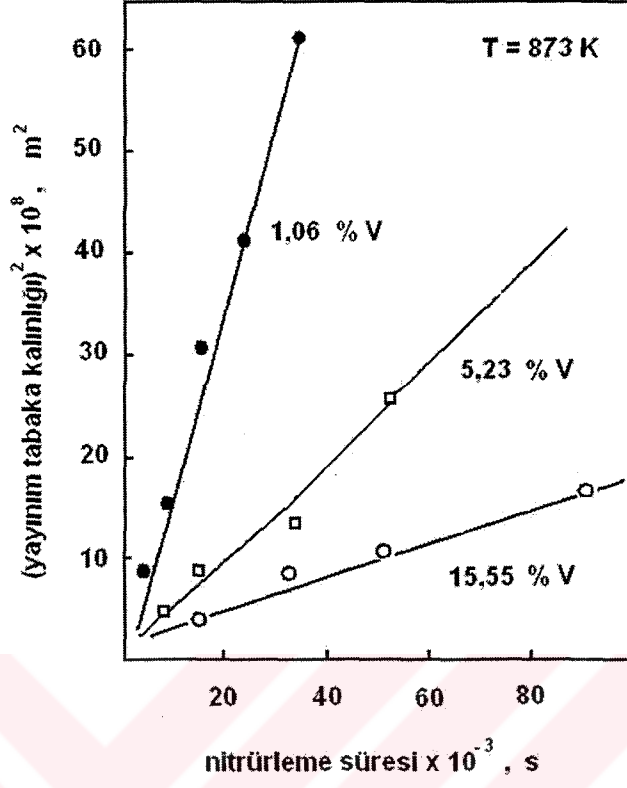
Şekil 2.37. Fe-Ti alaşımında Ti içeriğinin sertliğe etkisi (Kirkwood et al 1974).

Kimyasal bileşimlerinde Vanadyum içeren çeliklerin nitrürleme karakteristiği, Ti içeren çeliklerle benzer olup, ferrit yapıda VN çökeltilerinin çekirdeklenmesi TiN çökeltilerinin çekirdeklenmesine benzerdir (Atasoy 1976). Vanadyumun da titanyum gibi hem karbür hem de nitrür oluşturma özelliği vardır. Ancak, vanadyum karbürün (VC) yapısı titanyum karbürün yapısı (TiC) kadar kararlı değildir. Bu nedenle, VC 'lerin çözünmesi sonucunda, nitrürlemede Vanadyum Titanyuma göre daha etkindir. Ayrıca, V içeren çelikler Al içeren çeliklere göre daha yüksek yayınım tabaka kalınlığına (sertleşme derinliğine) sahiptirler (Şekil 2.38) (Seybolt 1969).

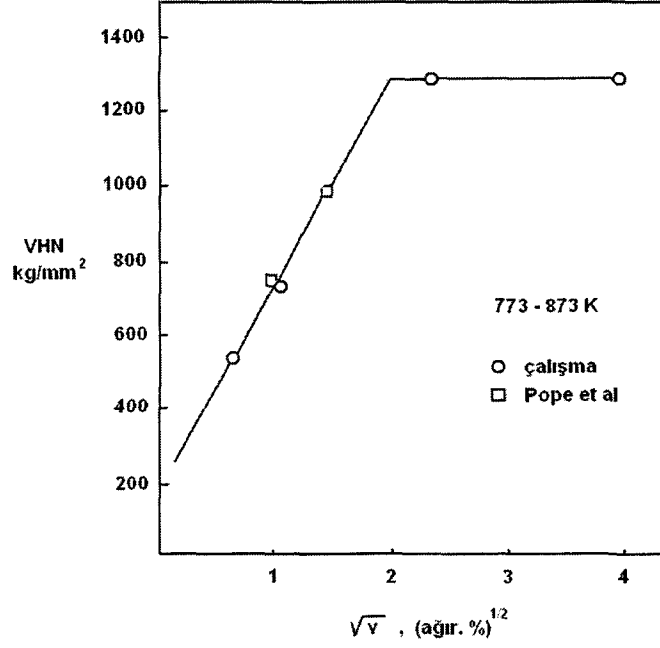
Yayınım tabaka kalınlığı zamanın karekökü ile orantılı olarak artarken, bu artış hızı %V miktarının artması ile azalmaktadır (Şekil 2.39). Benzer şekilde, nitrür tabakasının sertliği de vanadyum içeriğinin karekökü ile orantılı olarak artarken %4 V değerinden sonra sabit kalmaktadır (Şekil 2.40). Ancak, bu durum 773-873 °K sıcaklık aralığı için geçerli olup, vanadyumun Fe içindeki çözünürlüğü yüksek sıcaklıklarda ağırlıkça %20 'li değerlere ulaşabilmektedir. Bu durumda, yüksek sıcaklıklarda nitrürleme sonucunda sertlik değerlerinde oluşan düşüş nedeni ile istenmeyen durumlar gündeme gelmektedir (Şekil 2.41) (Bor and Atasoy 1977). Azotun, krom ile etkileşimi alüminyum ile etkileşiminden daha zayıf olduğundan sertleşme hızı, nitrür fazı oluşturma reaksiyon hızı yanında, azotun bütün kesit boyunca hacimsel yayınımla yardımcıyla kontrol edilebilir. Bu nedenle, düşük alaşımlı Cr içeren çeliklerde yayınım tabakası ile ana malzeme geçiş ara yüzeyi belirgin değildir (Robino and Inal 1983).



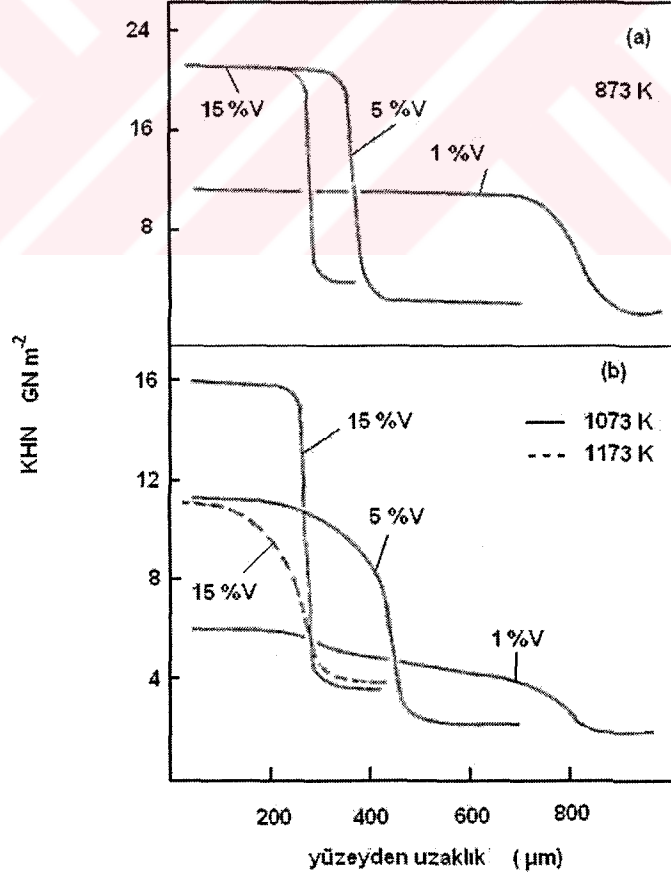
Şekil 2.38. Farklı bileşime sahip çeliklerin sertlik dağılımı (Seybolt 1969).



Şekil 2.39. Yayınım tabakasının %V 'a bağlı olarak gelişimi (Bor and Atasoy 1977).



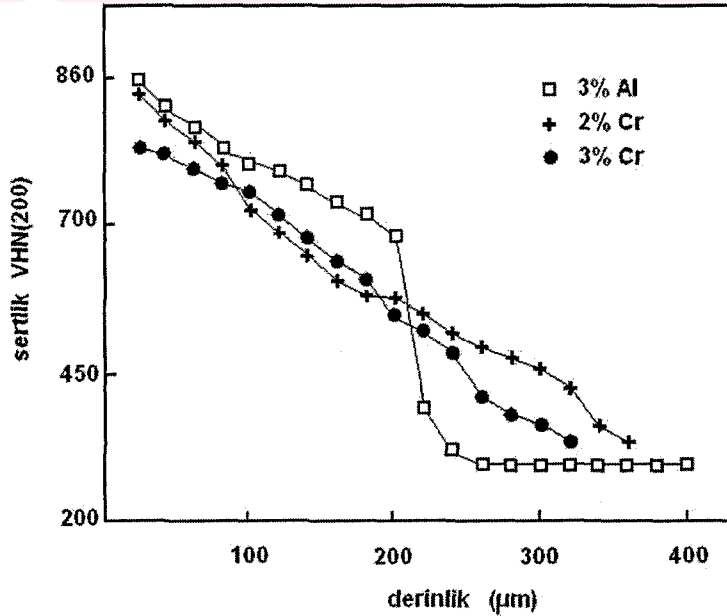
Şekil 2.40. %V içeriği ile yüzey sertliğinin değişimi (Bor and Atasoy 1977).



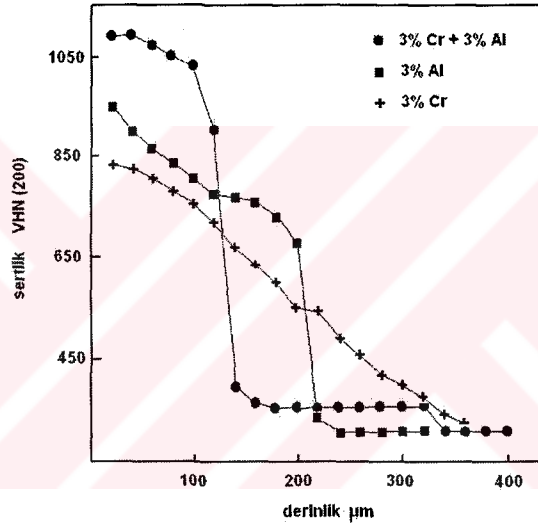
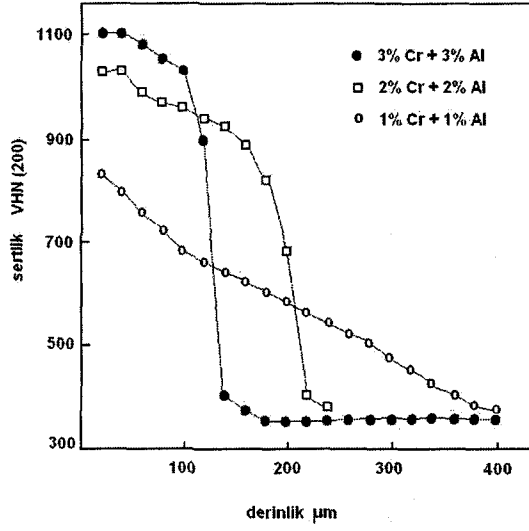
Şekil 2.41. Nitürleme sıcaklığı ve %V içeriğinin yüzey sertliğine etkisi (Bor and Atasoy 1977).

Sertlik dağılımı ve yayınım tabaka kalınlığı bakımından Al ve Cr un katkılarını karşılaştırmak bakımından Şekil 2.42 oldukça açıklayıcıdır. Güçlü bir nitrür yapıcı olan Al, yüksek yüzey sertliğinin oluşumuna yardımcı olurken, kaplama kalınlığının sığ kalmasına neden olmaktadır. %3 Cr içeren malzeme, %3 Al içeren malzemeye göre daha düşük yüzey sertliği verirken, daha yüksek bir yayınım tabaka kalınlığı elde edilmiştir. Al ve Cr 'un birarada bulunması durumunda, yüzey sertlik ve yayınım tabaka kalınlığındaki değişim Şekil 2.43.a ve b 'de ki gibi olup, toplam içeriğin artması yüzey sertliğini arttırırken yayınım tabaka kalınlığını azaltmaktadır (Inal and Ozbaysal 1986).

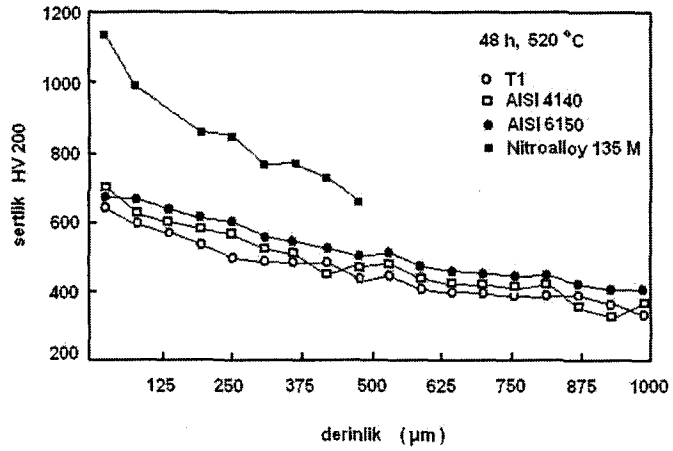
%0.4 C ve %1 Cr içeren bir çeliğin iyon nitrüleme sonrası elektron mikroskobu ile yapılan bir çalışmada, CrN çökeltilerinin {001} düzleminde yönelmiş ve yaklaşık olarak 250 Å kalınlığında levha şeklinde oluştukları gözlenmiştir (Phillips and Seybolt 1968). Farklı kimyasal bileşimlere sahip olan düşük alaşımlı çeliklerin iyon nitrülenmesi sonucu kaplama kalınlıkları ve sertlik dağılımlarındaki değişim Şekil 2.44 ve Şekil 2.45 'de verilmiş olup, alaşım elementi içeriğinin artması ile yüzey sertliği artarken yayınım tabaka kalınlığı azalmaktadır (Inal and Robino 1982).



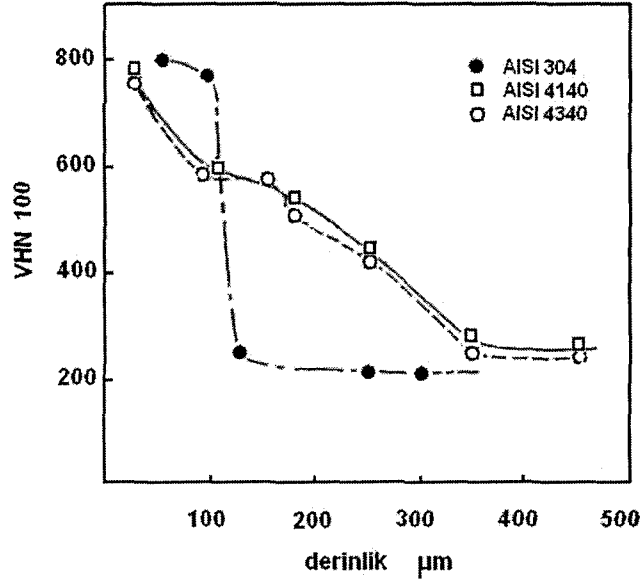
Şekil 2.42. Farklı oranlarda Al ve Cr içeren AISI 1040 çeliğinin sertlik dağılımı (Inal and Ozbaysal 1986).



Şekil 2.43. Farklı bileşime sahip AISI 1040 çeliğinin sertlik dağılımı (Inal and Ozbaysal 1986).



Şekil 2.44. Aynı koşullarda iyon nitrülenmiş farklı bileşimdeki çeliklerin sertlik dağılımı (Robino and Inal 1983).



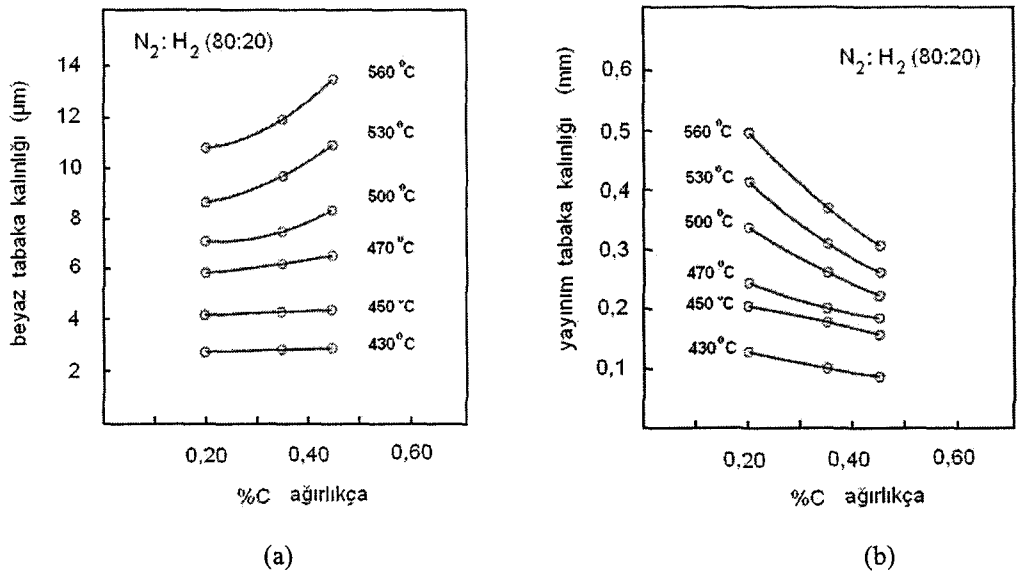
Şekil 2.45. Aynı koşullarda iyon nitrürlenmiş farklı bileşimdeki çeliklerin sertlik dağılımı ($N_2/H_2:25/75$, 6 saat, $500\text{ }^\circ\text{C}$) (Spalvins 1983).

Al alaşım elementinin sağladığı yüksek yüzey sertlik değerinin, Cr ve Mo içeren çeliklerde elde edilmesi olanaksızdır (Pellizzari et al 2003). Cr, Mo ve V içeren çelikler üzerinde yapılan bir çalışmada, yapıda Al bulunmaması durumunda, nitrürleme davranışının ağırlıklı olarak kroma bağlı olarak geliştiği gözlenmiştir (Hodgsan and Boran 1956). Düşük krom içerikli çeliklerin iyon nitrürlenmesi sonucu elde edilen yayınım tabakası oldukça kalın iken, Cr içeriğinin artması ile yayınım tabaka kalınlığı azalır ve yayınım tabakası ile ana malzeme ara yüzeyinde ani bir geçiş oluşur (Şekil 2.45) (Spalvins 1983). Ti ve V 'lu demir alaşımları gibi Cr ve Mo 'li alaşımlarda da kaplama kalınlığı zamanın karekökü ile doğru orantılı olarak artmaktadır (Hayes and Grievesan 1975).

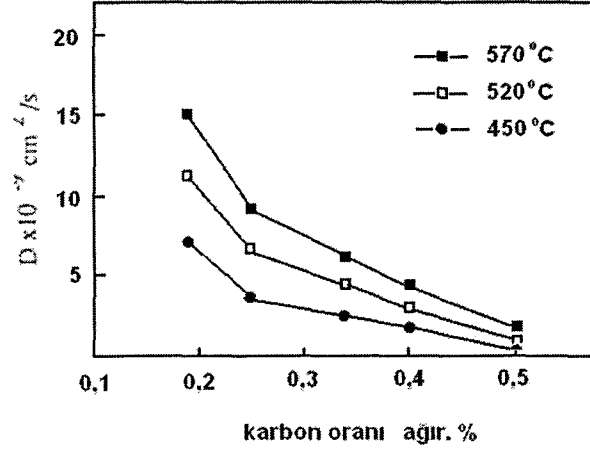
Malzemenin içeriğindeki %C miktarının artması ile, özellikle $450\text{ }^\circ\text{C}$ nin üzerinde yapılan iyon nitrürleme işlemlerinde beyaz tabaka kalınlığı artarken (Şekil 2.45-a), yayınım tabaka kalınlığı azalır (Şekil 2.46-b). Beyaz tabaka bir dizi reaksiyon ($Fe_3C \rightarrow Fe_3CFe_4N \rightarrow Fe_3CFe_3N \rightarrow Fe_{2-3}N$) sonucunda oluşup, metal içeriğindeki karbon miktarının artması ile beyaz tabaka kalınlığı artarken, azot yayınımlı engellendiği için yayınım tabaka kalınlığı azalır. Şekil 2.46.a ve b 'de görüldüğü gibi, karbon oranının beyaz tabaka ve yayınım tabakasına etkisi yüksek sıcaklıklarda daha belirgin olmaktadır. Malzemenin %C miktarı, beyaz tabaka ve yayınım tabaka

kalınlığı yanında iyon nitrüleme sonrası elde edilecek sertliği de etkilemektedir (Cho and Lee 1980). Malzemede bulunan, Al dışındaki Cr, Mo, V, Ti gibi tüm nitrür oluşturuvcu elementler, aynı zamanda karbür oluşturma özelliğine de sahiptir. Söz konusu bu elementlerin karbür oluşturma eğilimi, artan karbon miktarı ile artar. Hem nitrür hem karbür oluşturan elementlerin, yüksek karbon içeriği nedeni ile karbür oluşturmaları durumunda, yapıdaki serbest miktarlarında önemli azalmalar oluşur. Alaşım nitrürlerindeki bu azalma sonucunda sertlik değerlerinde düşüş oluşur (Sun and Bell 1991). Karbon miktarının düşmesi de nitrür tabakasındaki basma artık gerilmesinin azalmasına neden olur. Mikrosertlik ile artık gerilme değeri arasında doğrudan bir ilişki olmasa da artık gerilmenin oluşumunun ve sertlikteki artışın kaynağı, azotun yayınımlı ve nitrür çökeltilerinin oluşumudur (Heinz 1993).

Kaplama kalınlığının zamanla değişimi yardımıyla hesaplanan aktivasyon enerjisi de %C içeriğinden etkilenmektedir. Karbon içeriğinin artması ile azotun yayınımlı zorlaştığı için nitrüleme reaksiyonu azalır. Örneğin, aktivasyon enerjisi H13 sıcak iş takım çeliği için 19.5 kcal/mol iken, yüksek C içeriğine sahip olan D3 soğuk iş takım çeliğinde 28.5 kcal/mol'dur (Ozbaysal et al 1986). %C miktarındaki artış, aktivasyon enerjisini artırırken azotun yayınımlı azaltarak yayınımlı tabaka kalınlığının, yüzey sertliğinin ve oluşan basma artık gerilmelerinin değerini düşürür (Şekil 2.47).



Şekil 2.46. a) % C miktarının beyaz tabaka kalınlığına etkisi (Cho and Lee 1980),
b) % C miktarının yayınımlı tabaka kalınlığı üzerindeki etkisi.



Şekil 2.47. Malzemedeki %C miktarının azotun yayılım katsayısına etkisi (Sun and Bell 1991).

Nitrüleme işlemi sırasında, sıcaklığın etkisi ile CrC gibi karbürler çözünürler ve nitrür yapıcı elementler yapı içinde serbest kalırlar. Daha sonra, serbest kalan bu elementler azotla birleşerek çeşitli alaşım nitrürlerini oluştururlar. Ancak, bu olay son derece kararlı olan TiC için geçerli değildir (Phillips and Seybolt 1968). Oluşan küçük nitrür çökeltilerinin çekirdeklenmesi ve büyümesi {001} matrix düzleminde olup karbürlerle uyumlu olarak gelişir. Uzun süreli iyon nitrüleme işlemlerinde de malzemenin menevişlenmesi söz konusudur ve menevişlenme sırasında nitrür yapıcı elementler karbür oluştururlar. Bor, silisyum ve nikel ilavesi nitrüleme hızını azaltıp, azot çözünürlüğünü düşürür (Kindlimann et al 1970).

2.2.6.2. Malzeme Ön Isıl İşlem Koşulları ve Mikroyapının Etkisi

Malzeme yüzeyinde oluşan yayılım tabakası sert ve ince olduğundan, bunun sertlik ve tokluk özellikleri iyi olan bir çekirdek tarafından desteklenmesi gerekmektedir. Bu nedenle, oluşan yayılım tabakasının özellikleri başlangıç mikroyapısına bağlı olarak gelişir. İyon nitrüleme işlemi uygulanacak malzemenin metalografik yapısının nitrülemeye uygun olup olmadığının nitrüleme öncesi incelenmesi gerekmektedir (Çelik 1993). Nitrüleme sonrası oluşan yüzey sertliği çeliğin kimyasal bileşimine ve nitrüleme öncesi görmüş olduğu sertleştirme ve temperleme koşullarına bağlı olarak gelişir. Çelikler için en iyi nitrüleme koşulunun, üniform sorbit yapısında elde edildiği gözlenmiştir. Bu yapı, yağda ya da suda soğutma sonrası uygun bir sıcaklıkta

yapılan temperleme işlemi ile elde edilebilir. Nitrürleme öncesi çeliğe tavlama ya da normalizasyon ısıl işlemin uygulanması durumunda ise gevrek ve sertlik değeri düşük bir nitrür tabakası oluşur. Ferrit-perlit mikroyapısına sahip tavllanmış ve normalize edilmiş çeliklerde nitrürleme sonrası elde edilen yayınım tabaka kalınlığı ve sertlik değerleri, sorbit yapısına sahip soğutulmuş ve temperlenmiş yapıya göre daha düşüktür .

İnce taneli sorbit yapısından oluşmuş, uygun çekirdek özelliklerinin eldesinde, ostenitleme için seçilen sıcaklığın sertleşme sıcaklık aralığının altında olması gerekir. Sıcaklığın çok yüksek olması durumunda iri taneli bir yapı oluşur ki; bu da, sadece ana malzeme özelliklerini değil aynı zamanda nitrür kalitesini de etkiler. Tane boyutunun çok büyük olması durumunda, nitrürleme sırasında tane sınırında kaba nitrürler oluşur. Ayrıca, nitrürlenmiş çeliğin bünyesinde bulunan alaşım elementlerinin de bu özellikler üzerinde önemli etkileri söz konusudur. Herhangi bir çeliğin çekirdek özellikleri kendisine uygulanan temperleme sıcaklığına bağlı olarak gelişirken, aşırı yüksek nitrürleme sıcaklığının seçilmesi durumunda yayınım tabakasının sertliğinde düşüşler oluşur. Bu ise, iyon nitrürleme sonucu elde edilen yüzey sertliğinin düşmesi anlamını taşımaktadır (Hodgsan and Boran 1956).

Uygulanan ısıl işlemler ve talaşlı şekillendirmelerden dolayı oluşan iç gerilmeleri gidermek amacıyla, iyon nitrürleme öncesi uygulanan ısıl işlemler, çarpılmasız bir yapının istenmesi durumunda son derece önemlidir. Uygulanan gerilim giderme ısıl işlemi, parçaların 550-570 °C sıcaklık aralığında 2-4 saat süre ile ısıtılması ve ardından havada soğutulmasından ibarettir. Uygulanan sıcaklık, temperleme sıcaklığının altında olacağı için ana malzemenin mekanik özellikleri ve mikroyapısı etkilenmez. Uygulanan gerilim giderme, nitrürleme sırasında çarpılmaya eğilimli olan büyük parçalar için önemli olup, küçük parçalar için gereksinim duyulmaz (Probhudev 1992).

Fe-N denge sisteminde 592 °C ötektoid sıcaklığında, yapısal değişime neden olmaması için iyon nitrürleme sıcaklığının 580 °C 'nin üstünde olmaması istenir (Probhudev 1992). İyon nitrürleme öncesi, çeliğin görmüş olduğu ıslah ve temperleme koşulları da son derece önemlidir. Özellikle uzun süreli nitrürleme

işlemlerinde, nitrüleme işlem sıcaklığının temperleme sıcaklığına yakın ya da daha yüksek olması hem yayılım tabakasının gelişimini engeller hem de altlık malzemesinin aşırı temperleme nedeniyle yumuşamasına ve nitrürlerin çözünmesine neden olur. Bu nedenle, nitrüleme sıcaklığının temperleme sıcaklığının en az 20 °C altında seçilmesi gerekir (Probhudev 1992, Anichkina et al 1989). İyon nitrüleme işleminde, yüksek sıcaklıkların seçilmesi durumunda ana malzemede temperleme sonucu oluşan tane büyümesini gidermek amacı ile, nitrüleme sonrası argon gazı ortamında 900 °C sıcaklıkta 30 dakika süre ile ısıtım uygulanması ile ısıtım işlem sonrası tane boyutunu küçültme olanağı vardır (Çelik ve diğ. 1999).

2.2.7. İyon Nitrüleme Yönteminin Malzemenin Fiziksel Özelliklerine Etkisi

İyon nitrüleme işlemi, azot yayılımı ile gerçekleştiğinden, azot yoğunluğu malzemenin merkezinden yüzeye doğru artmakta ve çözünürlük sınırı aşıldığında nitrür çökeltileri oluşmaktadır. Azotun çeşitli alaşım elementleri ile reaksiyonu sonucu oluşan nitrür çökeltileri fiziksel özelliklerdeki değişimi gündeme getirirler. Bunlar; kafes yapısının çarpılması, hacimsel boyuttaki değişim, yüzey koşullarındaki değişim şeklinde sıralanabilir.

2.2.7.1. Çarpılma

İyon nitrüleme işlemi, vakum altında ve işlem değişkenlerinin son derece etkin kontrolü ile yapıldığı için, oluşabilecek çarpılmalar minimum seviyede olup nitrüleme işlemi sonrası herhangi bir son mekanik işleme gereksinim yoktur (Jones et al 1973). İyon nitrüleme öncesi uygulanan mekanik işlemler ve ısıtım işlemler iş parçasında oluşabilecek çarpılma tehlikesini artırır. İyon nitrüleme öncesi, gerilim giderme amacıyla uygulanan ısıtım işlem sıcaklığının nitrüleme sıcaklığının en az 50 °C üzerinde olması durumunda, nitrüleme işleminden dolayı herhangi bir çarpılma oluşmaz. Ayrıca, bu sıcaklıkta tutma süresinin, işlem parçasının biçim ve boyutlarına uygun olarak seçilmeside oldukça önemlidir. Nitrüleme sonrası, soğutmanın da vakum fırını ortamında yapılması çarpılma tehlikesini azaltır. Dökme demirden yapılmış iş parçalarında, nitrüleme sonrası çarpılmanın engellenmesi için, ilk ısıtım işlem döküm sonrası, ikinci ısıtım işlem ise parça şekillendirildikten sonra

uygulanmalıdır (PTM 1978). 5 mm 'den daha ince iş parçalarında, bazen parça biçim ve boyutlarından bağımsız olarak, azotun parça yüzeyinde oluşturduğu basınç nedeni ile çarpılmalar oluşabilir. Bunu engellemek için ya ince yayınım tabaka kalınlıkları seçilmeli ya da yerel nitrüleme yapılmalıdır.

2.2.7.2. Hacimsel değişim

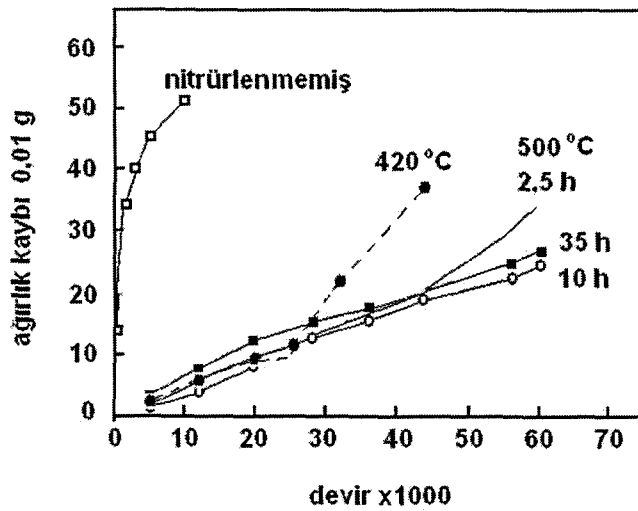
Oluşan hacimsel artış iş parçasına yayınan azot miktarı ile ilişkilidir. Yüksek alaşımli çeliklerin yapısına aldığı azot miktarı düşük alaşımli çeliklere kıyasla daha fazla olduğundan, hacimsel artış tehlikesi de daha fazladır. İş parçasının nitrüleme öncesi yeteri kadar temperlenmemesi durumunda, iyon nitrüleme sırasındaki temperlemenin etkisi ile hacimsel bir artış oluşacaktır. Bu olumsuz etki, nitrüleme öncesi temperlemenin etkin bir şekilde yapılması ile önlenebilir (PTM 1978). İyon nitrüleme sonrası hacimsel artış, parçanın her iki yüzünde maksimum 5 µm düzeyindedir (Jones et al 1973). İyon nitrüleme sonrası hacimsel azalma ise sadece maraging türü çeliklerde oluşur. Karmaşık biçimli parçalarda ise iyon nitrüleme işlemi sonrasında çarpılma olmaksızın hacimsel bir azalma oluşabilir. Ancak, parçanın tolerans aralıkları büyük ise herhangi bir soruna neden olmaz.

2.2.7.3. Yüzey Pürüzlülüğü

İyon nitrüleme sonrası parçaların yüzey pürüzlülük değerleri yaklaşık olarak aynı kabul edilse de bir miktar değişim gözlenir. Azotun iş parçası yüzeyine yayınımı nedeniyle oluşan pürüzlülük, uygulanan işlem süresine ve sıcaklığa bağlı olarak değişir (Blower et al 1998). AISI 5140 çeliği ile yapılan bir çalışmada, iyon nitrüleme sonrası pürüzlülük değerinin 0.06 µm 'dan 0.22 µm değerine çıktığı, yapılan SEM incelemelerinde küçük konik parçacıklarının oluştuğu ve beyaz tabaka kalınlığının artması ile oluşan konik parçacıklarının sayısı azalırken, büyüklüğünün arttığı gözlenmiştir (Aksaran 2003). 0.1-0.6 µm aralığında oluşabilen pürüzlülük aynı zaman da malzemeye de bağlıdır. Diğer geleneksel nitrüleme yöntemlerine göre daha hassas yüzeylerin elde edilebilmesi yöntemin avantajıdır (Tosic and Gligarijevic 1991). Çok hassas yüzeylerin istendiği uygulamalarda, iyon nitrüleme sonrası uygulanan basit parlatma yardımıyla pürüzlülük giderilebilir (PTM 1978).

2.2.8. Aşınma ve Sürtünme Katsayısındaki Değişim

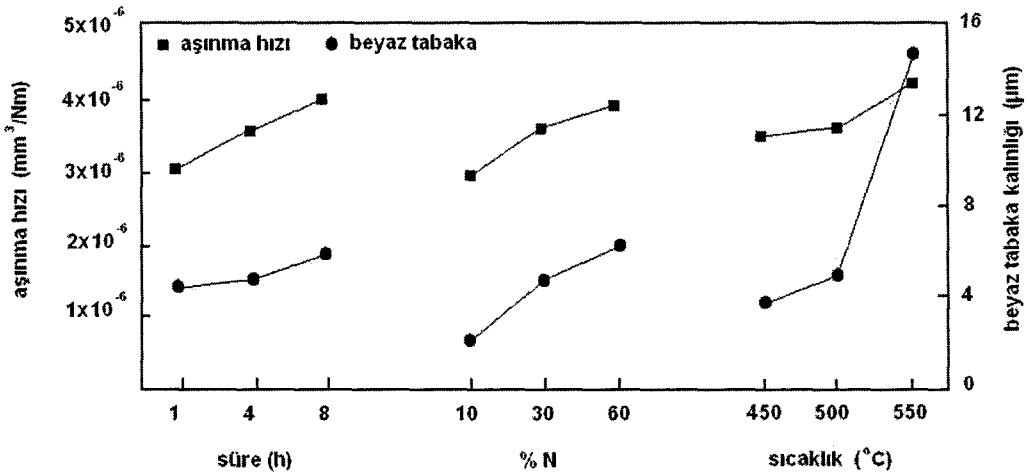
İyon nitrürlenmiş parçaların aşınma davranışı, başlangıçta beyaz tabaka kalınlığına bağlı olarak gelişse de, daha sonra yayınım tabakası tarafından belirlenir (Şekil 2.48) (Sun and Bell 1991, Karamış 1991). Yüzey sertlik değeri ve yayınım tabaka kalınlığının uygun kombinasyonu aşınma mekanizması bakımından oldukça önemli olup, yüzey sertlik değeri yağlanmış abrasiv koşullarda aşınma karakteristiğini daha baskın olarak etkilemektedir. Aşınma dayanımı bakımından en iyi sonuçlar yüksek yüzey sertlik değeri ve düşük yayınım tabaka kalınlığı ile elde edilmiş olsa da, sert tabakayı destekleyen belirli bir kalınlıkta yayınım tabakasının bulunması oldukça önemlidir (Karamış 1993). Yüksek sıcaklık ve uzun sürelerde yapılan iyon nitrüleme sonrası elde edilen yayınım tabaka kalınlığı değeri yüksek olurken, yüzey sertlik değerinde oluşan düşüş, aşınma hızını arttıracaktır. Bu nedenle etkili bir aşınma direncinin elde edilebilmesi için, optimum yüzey sertlik değeri ve yayınım tabaka kalınlığını veren iyon nitrüleme parametrelerinde çalışılması uygundur. Aşınma hızı bakımından en etkin faktör yüzey sertlik değeri olup, uygulanan yükün artırılması ile aşınma hızı her koşulda artar (Karamış 1993). İyon nitrürlenmiş yapıda beyaz tabakanın bulunması kazınma (scuffing), sürtünerek ısınma (galling) ve tutukluluk (seizure) direncini artırır. Bu özellikle yağlama yapılmış durumda, beyaz tabakanın dış kısmının bir miktar yağı emmiş olması durumunda daha da belirgindir.



Şekil 2.48. Farklı iyon nitrüleme koşullarındaki aşınma davranışı eğrileri (Sun and Bell 1991).

Beyaz tabakanın içerdiği gözenek miktarı, artan tabaka kalınlığı ile artmakta olup, en iyi aşınma direnci kalın beyaz tabaka kalınlıklarında ve yüksek yüzey sertliklerinde elde edilmiş olsa da aşınma hızı ile gözenek arasında doğrusal bir ilişki yoktur (Karamış 1991). Sonuç olarak beyaz tabakanın bulunması, yağlı ortamlarda çalışan parçaların sürtünme katsayılarını azaltır. Bununla birlikte kuru şartlarda aşınmanın olduğu durumlarda, beyaz tabakanın olması istenmeyen sonuçlara neden olabilir. Son derece sert ve gevrek olan beyaz tabaka, aşınma mekanizmasının hemen başında malzeme yüzeyinde ayrılarak aşındırıcı eleman konumuna geçer. Bu durumda aşınma modeli, adhesive aşınmadan abrasiv aşınmaya dönüşür (Karamış 1991, Karamış 1993).

Beyaz tabakanın yağlı ortamlarda ve düşük yüklerde dahi yüzeyden ayrışması ve aşındırıcı parça konumuna geçmesi nedeniyle, beyaz tabaka kalınlığındaki artış ile aşınma hızının artması oldukça ilginçtir (Şekil 2.49). Beyaz tabaka kalınlığının artması ile toplam ağırlık kaybı artarken, bu kayıp miktarı kuru şartlarda yapılan aşınmada, abrasiv yağlı koşullara göre daha fazladır. Aşınma davranışı üzerinde neden olabileceği olumsuz etkileri gidermek amacıyla nitrürleme sonrası beyaz tabakanın giderilmesi durumunda aşınma hızı önemli ölçüde azalmış olup, bunun nedeni olarak aşınma hızının yüzey sertliğinin bir fonksiyonunun olması gösterilmiştir (Karamış and Gerçekcioglu 2000, Aksaran 2003).



Şekil 2.49. İyon nitrürleme işlem değişkenlerinin beyaz tabaka gelişimine ve aşınma hızına etkisi (Aksaran 2003).

Sürtünme katsayısı, iyon nitrürleme koşullarına bağlı olmayıp, uygulanan yükteki artış ile artar. İyon nitrürleme sonucunda sürtünme katsayısı, ana malzemeye kıyasla %10 kadar bir azalma gösterir. Ayrıca, iyi sürtünme özelliklerine sahip olan beyaz tabaka nedeniyle sürtünme katsayısında %10 'a varan ek bir azalma daha oluşur (Podgornik et al 1998). Aynı sertlik ve yayınım tabaka kalınlıklarına sahip, beyaz tabakası giderilmiş ve beyaz tabakanın olduğu yapılar karşılaştırıldığında, beyaz tabakanın daha düşük sürtünme katsayısına yol açtığı gözlenmiştir (Aksaran 2003).

Kuru ve yağlı ortamlarda yapılan aşınma testlerinde, ağırlık kaybının yağlanmış ortamın sağladığı avantajla daha düşük olduğu belirtilmiştir. Ayrıca, kullanılan yağın türü de oldukça önemlidir. Yüksek yüklerin ve yüksek kayma hızlarının geçerli olduğu durumlarda, sentetik yağlar mineral yağlara göre daha iyi özelliklere sahiptir. İyon nitrürlenmiş yapılarda sentetik yağların kullanılması ile minimum aşınma hızı elde edilebilir (Fu et al 1998).

Aşınma davranışı bakımından iyon nitrürleme yöntemi gaz nitrürleme ve gaz nitrokarbürleme gibi diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine kıyasla daha iyi sonuçlar vermektedir (Straffelini et al 2002, Peng 1989). İyon nitrürlenmiş parçaların, yüksek oranda aşınmaya maruz kaldıkları ortamlardaki davranışlarını iyileştirmek amacıyla "Duplex İşlemler" adı verilen ve iyon nitrürleme sonrası yüzeye PVD (Spies et al 1993, Liang et al 2000, Lee et al 1995), CVD (Stacia et al 2000) ya da iyon kaplama yöntemleri ile TiN, CrN kaplama yapılabilir. İyon nitrürleme sonrası oluşan beyaz tabakanın giderilmesi ya da başlangıcında oluşumunun engellenmesi, sonrasında uygulanan TiN kaplamanın aşınma davranışına katkısını daha da arttırılmaktadır (Hock et al 1996). Yüzeyin sadece TiN ile kaplanması durumunda ise aşınma davranışı, hiçbir işlem görmemiş ana malzeme ile benzer özellikler göstermektedir. Bunun nedeni, yüksek yüzey sertliğine sahip olsa dahi sert bir altlık tarafından desteklenmeyen TiN kaplanmış parçalarda çatlak TiN film tabakasında oluşmasıdır (Yasamura et al 1993). Benzer durum CrN kaplama içinde geçerli olup, iyon nitrürlenmiş ve CrN kaplanmış parçaların aşınma davranışı sadece CrN kaplanmış yapılara kıyasla daha iyidir. Hiçbir işlem görmemiş ana malzemenin ya da iyon nitrürlenmiş malzemenin TiN ile kaplanmasının yorulma dayanımına herhangi bir etkisi yoktur (Hock et al 1996).

2.2.9. İyon Nitrürleme İşleminin Malzemenin Korozyon Davranışına Etkisi

Nitrürleme ve nitrokarbürleme ile yapılan yüzey sertleştirme işlemleri sonucunda yüzeyde oluşan beyaz tabakanın, korozif ortamda ve asidik olmayan klorlu çözeltilerde sahip olduğu yüksek korozyon direnci nedeniyle nitrürleme diğer yüzey sertleştirme işlemlerine göre büyük bir üstünlüğe sahiptir. Nitrürleme ile yüzeyde oluşan beyaz tabakanın korozyon direnci %13 Cr 'lu martenzitik çeliğin korozyon direncine eş değerdir (Thelning 1987). Beyaz tabakanın korozyon direncini arttırmak için fırın atmosferine oksijen eklenir ya da parçanın nitrürleme sonrası havada hızlı soğuması ile metal yüzeyinde oksit tabakası oluşturulur (Ovako Steel 1999). İyon nitrürleme yüzey sertleştirme yöntemi ile düşük alaşımlı çeliklerin, yapı çeliklerinin ve sıcak iş takım çeliklerinin korozyon karşı direnci artarken, soğuk iş takım çelikleri ile ve paslanmaz çeliklerde azalır (Dingremont et al 1995). Paslanmaz çeliğin korozyon dayanımındaki düşüşün nedeni, nitrürleme sırasında içeriğindeki kromun nitrür oluşturacak şekilde azot ile bağlanması ve yapıdaki serbest krom miktarının azalmasıdır. Bu olumsuzluğu gidermek amacıyla, iyon nitrürleme sonrası yüzeyin TiN kaplanması (duplex işlem) ile korozyon davranışı iyileştirilir. Aşınma dayanımının tersine, duplex işlemlerde (iyon nitrürleme+TiN) beyaz tabakanın varlığı korozyona karşı mukavemetini artırmaktadır.

İyon nitrürleme yöntemi ile yüzey sertleştirilmiş çeliklerin korozyon davranışı etkin bir şekilde değişmektedir. Çözeltide klor bulunması durumunda yüzeyde yer alan pasif filmin delinmesi ile oyuklanma türü korozyon baskın duruma gelmektedir. İyon nitrürlenmiş parçaların korozyonlu yorulma dayanımları incelendiğinde, yorulma dayanımı artan beyaz tabaka ve yayılım tabaka kalınlığı ile artmaktadır. İyon nitrürlenmiş parçanın yüzeyinde beyaz tabakanın bulunmaması durumunda korozyon yorulma çatlağı yüzeyden başlarken, beyaz tabakanın olması durumunda beyaz tabakanın altında ve ağırlıklı olarak galvanik hücre şeklinde oluşur (Genel et al 2000). Korozyonlu yorulma dayanımına etkileyen bir diğer değişken de, yorulma deney frekansıdır. Uygulanan frekans süre ile ilişkili olup, frekansın düşük olması parçanın daha uzun süre korozif ortama maruz kalacağı anlamını taşımaktadır. Bu nedenle uygulanan frekansın artması ile korozyonlu yorulma dayanımı artar (Tauscher 1983, Bernstein and Zaimovsky 1983).

2.2.10. Endüstriyel Uygulamalar ve Maliyet Analizi

İyon nitürleme ferritik termo-kimyasal yüzey sertleştirme işleminde, herhangi bir çarpılmaya ve yapısal değişime neden olmaksızın yüzey özelliklerinin değiştirilmesi olanaklı olup, sahip olduğu bir dizi üstünlükler nedeni ile diğer nitürleme yöntemlerinin yerini hızla almaktadır. İyon nitürleme yöntemi ilk olarak, plastik endüstrisinde kullanılan makine parçalarında ve döner piston parçalarında oluşan ve diğer yöntemlerle giderilemeyen aşınma problemlerinin çözümünde kullanılmış, daha sonra savunma, uçak, makine sanayiinde yerini hızla alarak başta Almanya, Fransa, Avusturya ve Japonya olmak üzere tüm dünyada yaygınlaşmıştır (Edenhofer 1976).

Elektriksel boşalım altında üniform ve yavaş ısıtılması, parça yüzeyine sabit akım yoğunluğu uygulayarak işlem sırasında üniform sıcaklık dağılımının sağlanması ve daha sonra vakum ortamında yavaş soğutulması nedeni ile iyon nitürlenmiş parçalardaki boyut değişimi minimum düzeydedir (maks. 20 μm). Çarpılmaların minimum düzeyde tutulması nedeni ile, iyon nitürleme yöntemi otomotiv, kalıp ve uçak sanayi gibi dar toleranslarla çalışılan sektörlerde diğer yüzey sertleştirme yöntemlerinin yerini almıştır. İyon nitürleme işleminin uygulanabileceği malzeme yelpazesi çok geniş olup, aşınma ve sürtünme problemlerinin belirgin olduğu yüksek hız çeliklerinde, sıcak ve soğuk iş takım çeliklerinde, kalıp malzemelerinde, alaşımlı ve alaşımsız çeliklerde, yapı çeliklerinde, dökme demirlerde, sementasyon çeliklerinde, ısıtım işlem çeliklerinde ve nitür çeliklerinde yüzey özelliklerini iyileştirmek için yaygın olarak kullanılır (Hutchings 1992, Rembges 1986). Sağladığı yüksek boyut toleransı maliyetinin düşük olması nedeniyle otomotiv endüstrisinde yaygın olarak kullanılan toz metalürjisi ile elde edilen metallerin (PM), diğer yöntemlerle yüzeylerinin sertleştirilmesi tolerans sınırlarını aşan çarpımalara neden olurken iyon nitürlemede kabul edilebilir boyutlarda kalmaktadır (Rembges 1988).

Malzemenin nitürleme işlemine karşı gösterdiği etkileşim, bünyesinde bulunan güçlü nitür yapıcı alaşım elementleri ile ilişkili olup bunlar, krom, alüminyum, molibden, vanadyum ve titanyumdur. Düz karbonlu çeliğin nitürlenmesi sonucu elde edilen yüzey sertlik değeri ana malzemenin çok az üzerinde iken, içeriğinde

yaklaşık olarak %1 Al ve %1.5 Cr içeren Nitroalloy serisi alaşımlı çeliklerin nitrüleme davranışı etkin olup yüzeyde 1100 Hv sertlik değerinin elde edilmesi olanaklıdır. Kimyasal bileşiminde %2,5-3,5 Cr içeren Cr-Mo 'li ve Cr-Mo-V 'lu çeliklerin iyon nitrülenmesi ile elde edilecek yüzey sertlik değeri 900-950 Hv değerine ulaşırken, geleneksel alaşımlı çelikler olarak adlandırılan 4100, 4300, 5100, 8600, 8700, 9300, 9800 serilerinde elde edilen maksimum sertlik değeri 600-700 Hv aralığında kalmaktadır (Metals Handbook 1991).

Düz karbonlu ve düşük alaşımlı çeliklerin iyon nitrülenmesi sonucu yorulma dayanımında sağlanan yüksek performans artımı, iyon nitrülemenin otomotiv sektöründe üretim bandına dahil olmasını sağlamıştır. Örneğin Ford Motor Co. üretim bandına dahil edilen iyon nitrüleme tesisiyle, aynı şarjda toplam 4500 kg ağırlığında, 3500 adet ayar dişlisinin 24 saat iyon nitrülenmesi ile 0,3 mm yayınım tabaka kalınlığında ve γ -fazından oluşmuş 4 μ m kalınlığında beyaz tabakanın oluşturduğu yapı elde edilmiştir. Yüzey sertleştirme işleminin iyon nitrüleme ile yapılması sonucunda temperleme, son mekanik işlemler gibi basamakların kaldırılması ile her bir dişli için yaklaşık 2\$ 'lık bir avantaj elde edildiği vurgulanmıştır (Karaoğlu 1998). Bunun dışında otomotiv endüstrisinde kullanılan pek çok parça, gerek üretim hattında gerekse de üretim hattının dışında iyon nitrülenerek yapıya dahil edilmektedir (Rembges 1988).

Bir iyon nitrüleme tesisi başlıca dört ana kısımdan oluşmakta olup, bunlar; vakum fırını, vakum ve gaz ünitesi, DC güç ünitesi ve kontrol ünitesidir. Vakum ortamında, DC akımı ve elektriksel boşalım altında yapılan bir yöntem olduğundan, kuruluş maliyeti diğer nitrüleme yöntemlerine göre daha yüksektir. Buna karşın, vakum ortamında yapılan bir işlem olduğu için gaz tüketimi 30-100 litre/saat gibi düşük düzeyde olup, ısı kaybının sadece radyasyon yoluyla olmasından dolayı işletme maliyetleri oldukça düşüktür. Isı doğrudan iş parçası yüzeyinin iyon bombardımanı ile gerçekleşir. Bu nedenle, elektrik enerjisi gereksinimi iş parçası yüzey alanına bağlıdır. Fırın duvarlarının nitrülenmesi ve aşınması söz konusu olmayıp, ısıl şoka neden olacak ısıtma elemanının ve standart döner vakum pompası dışında hareketli elemanın bulunmaması bakım maliyetini düşürmektedir. Kullanılan işlem gazının korozif özeliğinin olmaması korozyon problemini de ortadan kaldırmıştır.

2.2.11. İyon Nitrürleme İşleminin Üstünlükleri ve Kısıtları

İyon nitrürleme işleminin geleneksel nitrürleme yöntemlerine göre üstünlükleri aşağıda verildiği gibi sıralanabilir.

1. İyon nitrürleme yüzey sertleştirme işleminde, sıcaklık, gaz bileşimi, ortam basıncı, ısıtma hızı ve işlem süresi kolaylıkla kontrol edilmektedir (Taylor and Tookey 1981).
2. İşlem değişkenlerinin ayarlanması ile, yayılım tabakasının ve beyaz tabakanın oluşumu, yapısı ve özellikleri etkin bir şekilde kontrol edilebilir. İyon nitrürleme yönteminde, beyaz tabakanın gelişimi iyon bombardımanının etkisi ile daha yavaş olup, 550 °C nin altındaki sıcaklıklarda 2.5-5 µm düzeyinde kalmaktadır. İşlem değişkenlerinin ayarlanması ile beyaz tabaka oluşmaksızın yayılım tabakasının oluşturulması olanaklıdır (Taylor and Tookey 1981).
3. İyon nitrürleme için gerekli olan işlem süresinin, özellikle gaz nitrürleme için gerekli olan işlem süresinin sadece 1/3 'ü kadar olması, birim zamanda nitrürleme işlemi yapılan parça sayısını artırarak, işlemi daha ekonomik hale getirmektedir (Anichkina et al 1989, Brokman and Tuler 1981).
4. İyon nitrürleme daha düşük sıcaklıklarda yapılabildiğinden, diğer yöntemlere göre daha yüksek yüzey sertliği elde edilebilmektedir.
5. Elektriksel boşalım altında, üniform ve yavaş ısıtılması, parça yüzeyine sabit akım yoğunluğu uygulayarak işlem sırasında homojen bir sıcaklık dağılımının sağlanması ve daha sonra vakum ortamında yavaş soğutulması nedeni ile iyon nitrürlenmiş parçalardaki boyut değişimi minimum düzeyde olup ihmal edilebilir (PTM 1978). İyon nitrürleme sonrası oluşan hacimsel değişim de ihmal edilebilecek düzeyde olup, hacimsel artışın istenmemesi durumunda malzemenin iyon nitrürleme öncesi temperlenmesi ile bu olumsuzluk giderilebilir (Jones et al 1973).
6. Uzun işlem sürelerinde yüzey pürüzlülüğü artarken, bu artış malzeme türüne ve işlem koşullarına bağlı olarak 0,1-0,6 µm aralığında kalmaktadır (PTM 1978).

7. Büyük parçalar tek başına nitrürlenebilecekleri gibi, benzer çok sayıda ufak parçanın gruplar halinde iyon nitrürlenmesinde başarılı bir şekilde yapılabilir (PTM 1978). Basit maskeleme yöntemleri yardımıyla parçanın belirli bölgelerinin iyon nitrülenmesi olanaklıdır (Bewley 1974). Ayrıca, karışık biçimli parçalar her hangi bir problem oluşturmadan kolaylıkla nitrürlenebilirler (Genel 1999).

8. İşlem sırasında fırının bütünü değil sadece iş parçasının işlem sıcaklığına kadar ısıtılması ve işlem süresinin kısa olması nedeni ile elektrik enerjisi tüketimi düşüktür. Aynı zamanda, düşük basınçlarda çalışıldığından gaz tüketimi azdır ve patlama tehlikesi yoktur. Bakım maliyetleri oldukça düşüktür (Edenhofer 1976).

9. Yorulma dayanımında, diğer geleneksel nitrüleme yöntemlerine göre %25-40 'a varan artışların sağlanması olanaklıdır.

10. Yalın karbonlu çelikler, düşük alaşımlı çelikler, takım çelikleri, nitrür çelikleri, yüksek hız çelikleri, paslanmaz çelikler, toz metalurjisi ile elde edilmiş malzemeler gibi farklı tipteki malzemeler etkin bir şekilde iyon nitrürlenebilirler.

11. Sıvı ve gaz nitrüleme yöntemleri sonucunda açığa çıkan atıkların zehirli olması çevre sağlığı açısından sorun yaratırken, iyon nitrüleme işlemi sonrası açığa çıkan herhangi bir zehirli atık yoktur.

İyon nitrüleme işleminin sahip olduğu bir dizi üstünlüğün yanı sıra, aşağıda verilmiş olan bazı kısıtları da vardır, bunlar;

1. İyon nitrüleme ünitesinin ilk yatırım maliyeti yüksektir ve ekipmanlar görece daha karmaşıktır.

2. Aynı şarjda nitrürlenecek parçaların boyutlarının birbirine yakın olması ve homojen olarak yerleştirmeleri gerekir (Prodhudev 1992).

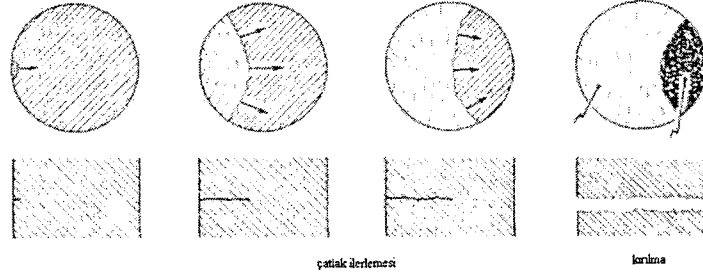
3. Yayınım tabakası kalınlığının gelişim hızı tuz nitrülemeye göre daha yavaştır. Akımın ve basıncın uygun seçilmesi işlemin etkinliği açısından oldukça önemlidir.

BÖLÜM 3. YORULMA DAYANIMI

3.1. Yorulma Kırılması

Kırılmaları, bir kez aşırı zorlanma ile oluşan “zorunlu kırılma” ve zorlanmanın tekrarlanması ile oluşan “yorulma kırılması” olmak üzere iki ana gruba ayırma olanağı vardır. Zorunlu kırılmalar, şekil değişiminin olmadığı ya da çok az olduğu “gevrek kırılma” ve şekil değişimi sonucunda oluşan “sünek kırılma” olmak üzere ikiye ayrılır. Sünek malzemelere, statik mukavemetten daha düşük tekrarlı gerilmelerin uygulanması durumunda yorulma nedeni ile oluşan kırılmaya ise “yorulma kırılması” adı verilir. Yorulma kırılması gevrek türde olduğundan, malzemenin neresinde ve ne zaman oluşacağını önceden kestirmek zordur. Geçmişte birçok kazalara neden olan malzeme yorulması konusu üzerinde yoğun çalışmalar yapılmış olup, halen de bu tür çalışmalar devam etmektedir.

Tekrarlanan ya da çevrimsel yük uygulamaları ile zorlanan malzemelerin dayanımı azalarak, çekme ve akma dayanımlarının çok altındaki gerilme değerlerinde bile malzemede kırılma meydana gelebilir. Bu kırılmanın nedeni yorulma olayıdır. Statik şartlar altında gerçekleştirilen çekme deneyinde, büyük ölçüde plastik şekil değiştirerek ve büzülerek (kesiti daralarak) kopan bir metal deney parçası, tekrarlı zorlanmalar (dinamik zorlanmalar) altında, belirgin bir plastik şekil değiştirmeksizin çatlak ve bu çatlak zamanla yayılarak, parça içinde hızla ilerler, sonuçta parça aniden kırılır. Yorulma, ya yüzey düzgünlüğünü bozan çentik, keskin köşe, girinti, çıkıntı ve de benzeri gibi yüzey kusurlarından ya da iç yapı içinde eş dağılımlılığı bozan katışkı, kalıntı, kılcal çatlak, keskin uçlu çökelti ve parçacıklardan kaynaklanabilir. Yorulma zorlanmaları altında oluşan malzeme hasarlarında, çatlak oluşumu ve çatlak ilerlemesi olmak üzere iki ayrı aşama vardır. Bu iki aşama arasındaki sınırı belirlemek, yani hangi boyuttaki ayrılmanın çatlak olarak kabul edileceğini tanımlamak oldukça zordur. Yorulma ömrü içindeki çatlak başlangıcı ve ilerlemesinin payları büyük farklılıklar gösterebilmektedir.



Şekil 3.1. Yorulma kırılmasının oluşumu.

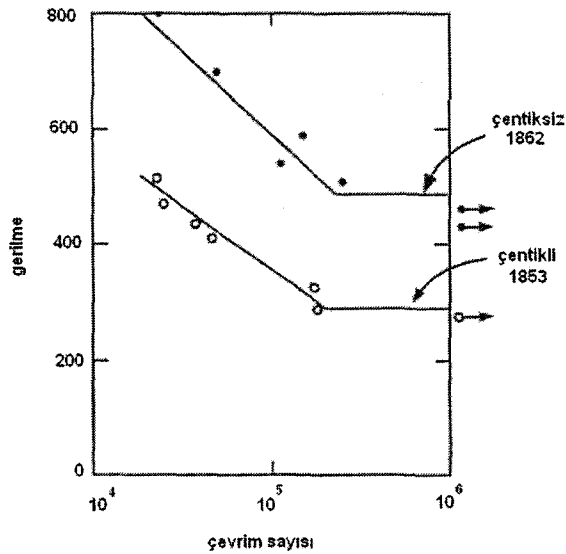
Tokluk özeliği yüksek olan malzemelerde, çatlak oluşumu malzeme ömrünün yaklaşık %10 'unu çatlak ilerlemesi ise yaklaşık %90 'nı kapsamaktadır. Tipik bir yorulma kırılması yüzeyinin iki ayrı bölgesi vardır. Bunlar; midye kabuğunu andıran aynı merkezli halkalardan oluşmuş oldukça düzgün yüzeyli bölge ile oldukça pürüzlü bir yüzeye sahip olan taneli kırılma bölgesidir. Düzgün yüzeyli izler çatlakın yavaş yayıldığı bölgeye aittir. Bu bölgedeki midye kabuğunu andıran izler, çatlakın en sonda hızla yayılarak taneli görünüştaki kırılmayı oluşturmadan önce durduğunu gösterir (Şekil 3.1). Yapılan gözlemler, parça içinde oluşan bir yorulma çatlakının gerçekte bir miktar plastik şekil değişimi ile başladığını göstermiştir. Önce bir kılcal çatlak oluşur. Kılcal çatlak hemen kırılmaya yol açmayıp uygulanan çevrimsel gerilimin her çevrimiyle birlikte çelik içinde çok yavaş olarak ilerler. Gerilim ne denli yüksek ise, çatlak ilerlemesi o kadar büyük ve hızlı olacaktır. Çatlakın bu tür ilerlemesi, sürtünmeye neden olacağından, yorulma kırılması gösteren yüzeyin bu bölümü düzgündür. Sonunda çatlak öyle bir noktaya gelir ki, malzemenin kesit alanının geri kalan bölümü uygulanan gerilimi taşıyamaz ve çekme dayanımı aşıldığında ani kırılma oluşarak malzeme kopar.

3.2. Yorulma Dayanımı

Bir malzemenin statik yüklemeye dayanabildiği gerilmelere tekrarlı yük altında dayanmadığı bilinmektedir. Yorulma deneyi malzemenin belirli bir tekrar sayısı için güvenle taşıyabileceği gerilmeyi yani yorulma dayanımını belirler. Yaygın olarak uygulanan yorulma deneylerinde, deney parçası basit döner eğmeye zorlanır. Parça döndürüldüğü zaman çevresindeki her noktada gerilmeler, bir devir süresince basma halinden çekme haline geçer. Her devirde, gerilme tam bir çevrim durumunda tersinir

ve bu deney süresince binlerce kez tekrarlanır. Deney parçaları değişik yük düzeylerinde yorulmaya tabi tutularak kırılır ve her yük için kırılmadan önce geçen çevrim sayısı belirlenir. Daha sonra, deney sonuçları gerilme-çevrim sayısının logaritması cinsinden bir diyagram halinde gösterilir (S-N eğrisi).

Yorulma dayanımı, sonsuz sayıda tekrarlanmasına rağmen kırılmaya neden olmayan en yüksek gerilme değeri olup (Tauscher 1983), ilk olarak 1829 yılında Alman maden Mühendisi W.A.S.Albert tarafından gündeme getirilmiş ve 1839 yılında J.V.Pancelet yorulmayı tanımlayarak çelik yapılarının dayanımının çevrimsel yükler altında düştüğünü göstermiştir. Yorulma olayı sistematik olarak ilk kez 1852-1870 yılları arasında Alman demir yolu Mühendisi A.Wöhler tarafından incelenmiştir. Wöhler, aks çeliğinde verilen bir yüke karşılık oluşan yorulma kırılmasının hangi çevrimde oluştuğunu gösteren S-N eğrileri elde etmiş (Şekil 3.2) ve bunlar günümüze değin yorulma ömrünü açıkça gösteren S-N diyagramları olarak gelmiştir (Bernstein and Zaimovsky 1983). Çevrimsel yüke maruz kalan malzemede yorulma çatlakları oluşur. Uygulanan gerilmenin artırılması, çatlakların oluştuğu çevrim sayısını azaltacaktır. Uygulanan bir dizi farklı yüklerde elde edilen çevrim sayısı, S-N adı verilen Wöhler diyagramında kolaylıkla gösterilebilir. Uygulanan yükteki küçük bir değişim, elde edilen çevrim sayısında büyük farklılıklara neden olduğundan yatay ekseninde gösterilen çevrim sayısının logaritmik olarak verilmesi daha uygundur (Dowling 1999).

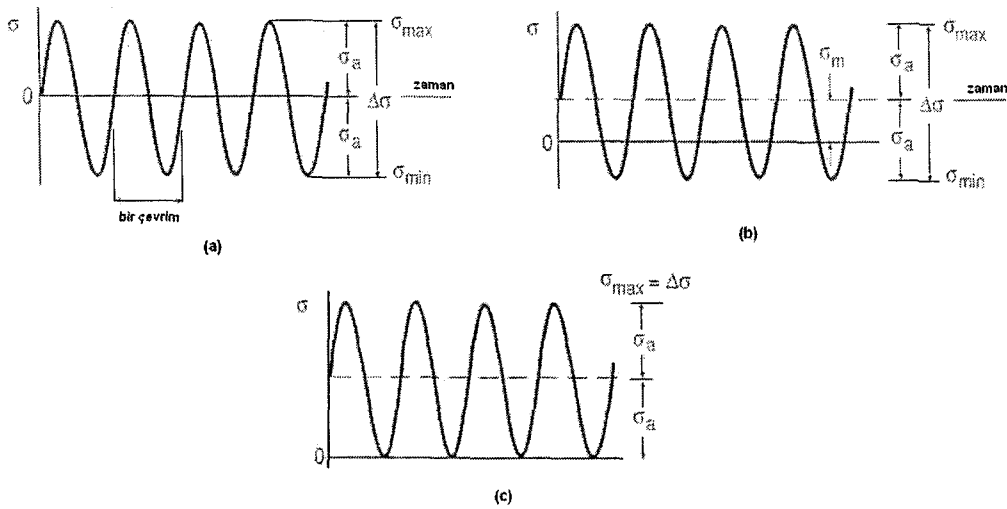


Şekil 3.2. A.Wöhler tarafından çizilen S-N eğrisi.

Yorulma kırılması, uygulanan yüke bağlı olarak iki farklı fiziksel mekanizmada oluşur. Uygulanan gerilme sonucu elde edilen yorulma kırılmasının, hangi çevrimde elde edildiği kırılmanın oluşum mekanizması açısından oldukça önemli olup ikiye ayrılır; düşük-çevrimli yorulma kırılması ve yüksek-çevrimli yorulma kırılması.

Düşük çevrimli yorulmada, daha yüksek çevrim yükünde, daha düşük çevrim ömrü gerçekleşir ve önemli derecede plastik gerilme oluşur. Düşük çevrimli yorulmada, yorulma ömrü yaklaşık olarak $10-10^5$ çevrim aralığındadır. Düşük çevrimli yorulmada malzemenin, süneklik ve plastik şekil verme dayanımı önemli olup, kırılma yüzeyinde plastik şekil değişimi oluşur. Düşük yüklenme durumunda uzun çevrim ömrü söz konusu olup, buna yüksek-çevrimli yorulma denir. Düşük-çevrimli yorulmadan yüksek çevrimli yorulma dayanımına geçiş 10^4-10^5 aralığında gerçekleşir. Yorulma dayanımı, yüksek-çevrimli yorulma bölgelerinde, yüzey sertleştirme yöntemleri ile iyileştirilebilirken, düşük çevrimli yorulma bölgesinde sadece daha sünek ve plastik şekil verme dayanımı daha yüksek malzemenin seçimi ile arttırılabilir (Bernstein and Zaimovsky 1983).

Malzemenin yorulma dayanımını belirlemek için yapılan testlerde, sabit olan gerilme değeri bir maksimum ve minimum arasında çevrimsel olarak değişmektedir. Bunlara sabit büyüklükteki gerilme durumları adı verilmekte olup Şekil 3.3 'de gösterilmiştir (Dowling 1999).



Şekil 3.3. Sabit büyüklükte gerilme durumları (Dowling 1999).

$$\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min} \quad (3.1)$$

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{2} \quad (3.2)$$

$$\sigma_a = \Delta\sigma/2 \quad (3.3)$$

$$\sigma_{\max} = \sigma_m + \sigma_a ; \quad \sigma_{\min} = \sigma_m - \sigma_a \quad (3.4)$$

$$R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max} ; \quad A = \sigma_a/\sigma_m \quad (3.5)$$

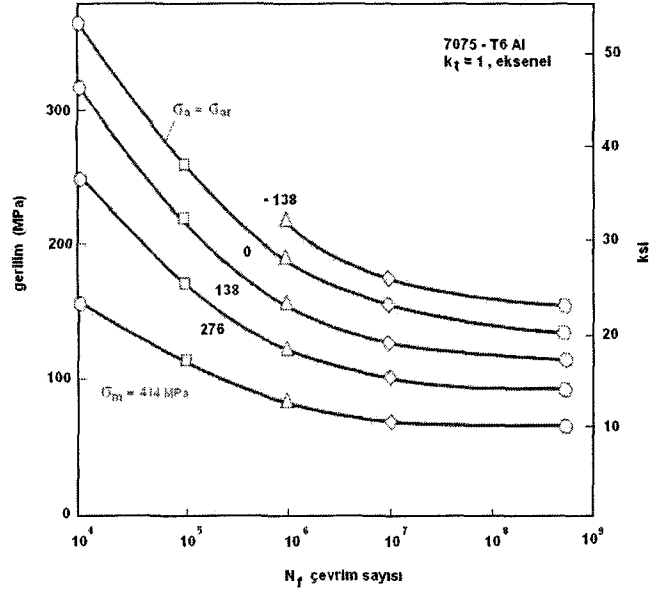
Burada; $\Delta\sigma$ gerilme alanı, σ_m ortalama gerilme, σ_a gerilme genliği, σ_{\max} maksimum gerilme, σ_{\min} minimum gerilme, R gerilme oranı ve A büyüklük oranıdır. Bu denklemlere ek olarak, birbiriyle ilişkili olarak aşağıdaki denklemler geliştirilmiştir;

$$\Delta\sigma = 2\sigma_a = \sigma_{\max}(1 - R) \quad (3.6)$$

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{\max}}{2} \cdot (1 + R) \quad (3.7)$$

$$R = 1 - \frac{A}{1 + A} ; \quad A = 1 - \frac{R}{1 + R} \quad (3.8)$$

Şekil 3.5.a ortalama gerilme değerinin sıfır ($\sigma_m=0$) olduğu değişken yorulma dayanımı bölgesini göstermektedir. Uygulanan gerilme eşit ancak ters işaretli iki sınır değer arasında değişmektedir. Gerilme oranı $R=-1$ 'dir. Şekil 3.5.b değişken çekme bölgesinde yorulma dayanımı için zorlanma durumunu göstermekte olup, ortalama gerilme sıfırdan farklı ve gerilme genliğinden daha küçüktür ($\sigma_m < \sigma_a$). σ_{\max} ve σ_{\min} ters işaretli olup, gerilme oranı $-1 < R < 0$ aralığındadır. Şekil 3.5.c dalgalı yorulma dayanımı için zorlanma durumu göstermektedir. Gerilme genliği ortalama gerilmeye eşit ($\sigma_a = \sigma_m$) olup, $\sigma_{\min} = 0$ ve dolayısıyla $R=0$ olur. Uygulanan zorlanma durumuna, dolayısıyla elde edilen ortalama gerilme (σ_m) ya da gerilme oranı R 'ye bağlı olarak, elde edilen S-N eğrileri farklılık gösterir (Şekil 3.4) (Dowling 1999, Cowling 1981). Ortalama gerilme değeri arttıkça yorulma dayanımı azalır.



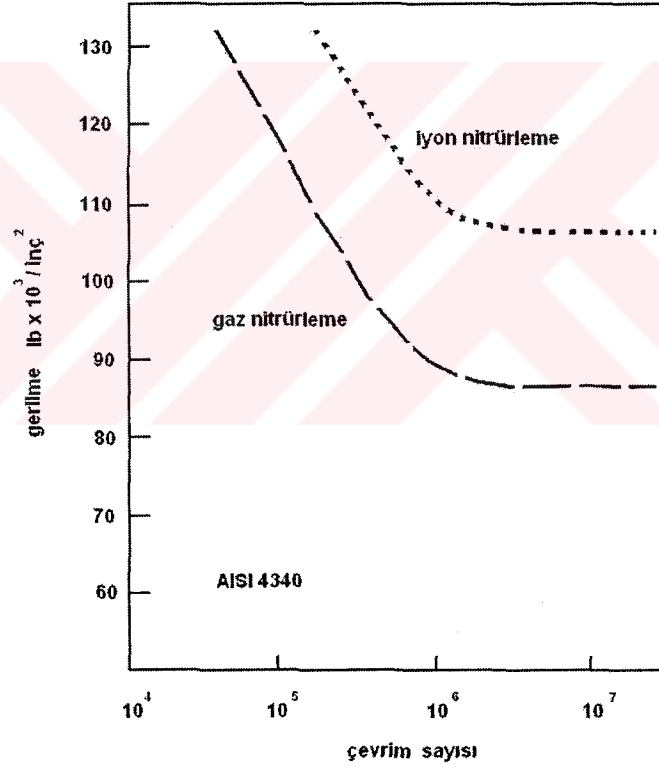
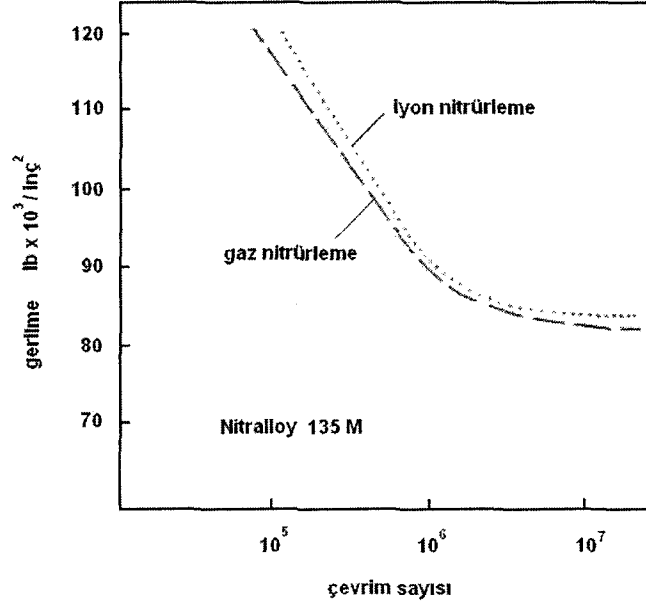
Şekil 3.4. Çentiksiz numunelerde, farklı ortalama gerilmelerde uygulanan aksenal yükleme sonucunda elde edilen S-N eğrileri (Dowling 1999).

3.3. İyon Nitrürlemenin Yorulma Dayanımına Etkisi

Diğer yüzey sertleştirme yöntemlerinde de olduğu gibi iyon nitrürleme yöntemi ile malzemenin yorulma dayanımı artar. Yorulma davranışı, yüzey özelliklerinin değiştirilmesi ve yayınma bölgesinde oluşan bir dizi olayla ilişkilidir. Oluşan çökelti parçacıkları dislokasyon hareketini engeller ve bu nedenle kayma bantları, nitrür tabakalarına doğru penetre olur. İyon nitrürleme işlemi sırasında, oluşan yayınım tabakası nedeniyle yüzeyde basma artık gerilmeleri oluşur. Kuvvet dengesinden ana malzemede de çekme artık gerilmeleri oluşur. Artık gerilme ve yüzey sertliğinin her ikisinin artması yorulma ömrünü artırır. Zira oluşan ince, sert tabaka plastik akışı yani şekil değişimini engeller. Bu bölgede kayma bantları sadece çok yüksek gerilmelerle harekete geçirilebildiğinden, çatlak başlangıcının kaynağı olan plastik şekil değişimi yüzey altında oluşur. Kayma bantlarının yüzeyde oluşumunun engellenmesi, çatlak başlangıcını ve ilerlemesini geciktirdiğinden yorulma dayanımı artar (Çelik and Karadeniz 1995, Tauscher 1983, Dowling 1999). Nitrürlenmiş parçalara uygulanan yüke bağlı olarak elde edilen çevrim, kırılmanın nereden başlayacağını belirler. Kırılmanın elde edildiği çevrim, $<5 \times 10^3$ çevrim ise kırılma nitrür tabakasında, $10^4 - 5 \times 10^5$ çevrim ise yüzey altında ve pek çok noktada, $>10^6$ çevrim ise yüzey altında tek bir noktadan kırılma gerçekleşir (Cowling 1981).

İyon nitrürlenme sonrası, malzemenin yorulma dayanımı yüksek çevrimli yorulma bölgesinde, nitrürlenmemiş malzemeye göre artarken, düşük çevrimli yorulma bölgesinde azalma göstermektedir. Bu farklılığın nedeni, yorulma dayanımında artışın gözlemlendiği yüksek çevrimli yorulma bölgesinde, kırılmanın yüzey altından başlamasıdır (Qian and Fatemi 1995, Jones and Martin 1978). Düşük çevrimli yorulma bölgesinde çalışıldığı zaman, nitrürlenme işlemi uygulanmış parçadaki yorulma dayanımı, nitrürlenme işlem süresinin dolayısı ile kaplama kalınlığının artması ile belirgin olarak azalır. Benzer durum karbürlenmiş parçalar için de geçerlidir (Guagliano and Vergani 1997, Jones and Martin 1978). Bu nedenle yüzey sertleştirme yöntemlerinin söz konusu olduğu uygulamalarda, yorulma dayanımı, yüksek çevrimli yorulma bölgesi için belirlenir. Nitrürlenme sonunda yorulma dayanımında elde edilen artış, sıcaklık, süre, gaz türü gibi işlem değişkenleri yanında nitrürlenmiş çelik tipine bağlı olarak gelişir. Yorulma dayanımındaki artış yalnız karbonlu ve düşük alaşımlı çelikler için çok yüksek iken (~%100), alaşımlı çeliklerde (~%50) daha azdır (Tauscher 1983).

Yorulma dayanımındaki artış uygulanan nitrürlenme yöntemine de bağlıdır. Gaz nitrürlenme sonucu elde edilen yorulma dayanımındaki artış, tuz nitrürlenme sonucu elde edilene göre daha yüksek iken, iyon nitrürlenme sonucu elde edilenden daha düşüktür. Nitrürlenmiş parçalarda yorulmanın neden olduğu kırılma, ana malzeme-yayınım tabakası geçiş bölgesinde oluşur. Bu temel alındığında yorulma dayanımının iyon nitrürlenmiş ya da gaz nitrürlenmiş parçalarda benzer olması beklenebilir. Ancak, bu durum sadece Nitralloy 135M için geçerli olup, AISI 4140 ve 4340 'ın yorulma dayanımı, iyon nitrürlenmiş parçalarda, gaz nitrürlenmiş parçalara göre yaklaşık %25 daha fazladır (Şekil 3.5) (Taylor and Tookey 1981, Tech.Note 1972). Gaz ve iyon nitrürlenme işlemi uygulanmış dökme demirden üretilmiş krank millerindeki (Tosic 1991) ve Ck 45 (Ashrafizadeh 2003) malzemesindeki yorulma dayanımındaki artış da benzerdir. Gaz ve iyon nitrürlenmiş parçaların yorulma dayanımındaki farklılık, yüzey durumu ve oluşan nitrür çökeltilerinin konumu ile ilişkilidir. İyon nitrürlenmede elde edilen beyaz tabakanın gözeneksiz γ -Fe₄N tek gazından oluşmuş olması ve nitrür tabakasının altında, tane sınırlarında, alaşım nitrürlerinin oluşması, yorulma dayanımını arttırdığı gibi pullanma dayanımının da, iyon nitrürlenmede gaz nitrürlenmeye göre daha iyi olmasını sağlar (Nowill 1989).



Şekil 3.5. Gaz ve iyon nitrüleme yöntemlerinin yorulma dayanımına etkisi (Jones 1975).

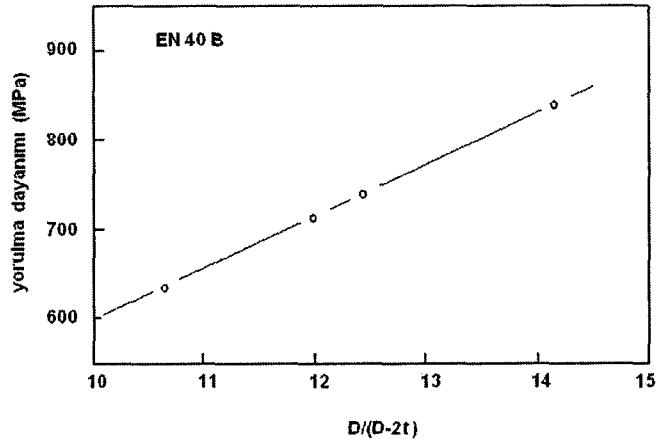
Nitrüleme yüzey işleminin sonrası, parçanın yorulma dayanımındaki artış, birden fazla değişkene bağlı olarak gelişmekte olup bunlar; yayılım tabaka kalınlığı, oluşan artık gerilmeler, yüzey sertliği ve ana malzemenin özellikleridir.

3.3.1. Yayınım Tabaka Kalınlığının Yorulma Dayanımına Etkisi

İyon nitrüleme işleminde, yüzeye gönderilen elementel azotun uzun mesafelere yayılımı sonucunda; yüzeyde ince ve sert demir nitrür şeklinde gelişen beyaz tabaka ile birlikte, daha kalın ve azot dağılımı parçanın merkezine doğru azalan, sert yayınım tabakası oluşur. Yorulma dayanımının öncelikli olduğu uygulamalarda beyaz tabakanın oluşmaması, ya da oluşması durumunda düşük değerlerde ve tek fazdan oluşması istenmekteyse de, nitrülenmiş numunelerde yorulma çatlak başlangıcı yüzey altında oluştuğu için beyaz tabakanın yorulma dayanımına herhangi bir etkisi yoktur (Bell and Loh 1982, Tosic et al 1994, Alsaran et al 2002).

Yayınım tabaka kalınlığının artması ile malzemenin yorulma dayanımı artar (Heinz 1993, Genel et al 2000, Jones and Martin 1978). Bununla birlikte yorulma dayanımındaki artış sadece yayınım tabaka kalınlığı ile ilişkili olmayıp aynı zamanda artık gerilme, sertlik dağılımı, mikroyapı gibi değişkenlere de bağımlıdır (Costa et al 2001). Yayınım tabaka kalınlığı, uygulanan işlem süresi ile doğru orantılı olarak artarken, sürenin aşırı uzun olması durumunda, yorulma dayanımı açısından istenmeyen bazı değişimler oluşur. Bunlar artık gerilmelerde değişim, yüzey sertliğinde düşme, iç yapıda değişiklik ve çekirdeğin aşırı temperlenmesidir. Bu nedenle, tüm yüzey sertleşme yöntemlerinde olduğu gibi iyon nitrüleme yönteminde de optimum yayınım tabaka kalınlığını veren optimum nitrüleme süresi vardır.

Nitrüleme işlemi uygulanan bir malzeme için en yüksek yorulma dayanımını veren yayınım tabaka kalınlığı, parçanın kalınlığına ve şekline bağlı olarak değişir. 6,5 mm çapında, Cr-MoN çeliğinde hazırlanmış deney parçalarında gaz nitrüleme ile burulma-yorulma dayanımı maksimum değerini 0,4 mm yayınım tabaka kalınlığında alırken, yayınım tabaka kalınlığının daha da artması yorulma dayanımını azaltmıştır. Maksimum yorulma dayanımını veren optimum yayınım tabaka kalınlığı değeri her parça boyutu için farklıdır. Bu nedenle maksimum yorulma dayanımı, yayınım tabaka kalınlığı ile parça boyutu arasında kurulacak bir ilişki ile yaklaşık olarak belirlenebilir. Genel bir yaklaşımla, yüzey sertleştirme yöntemlerinde elde edilen tabaka kalınlığının parça kalınlığına oranının 0,10-0,15 olması durumunda, yorulma dayanımında belirgin bir iyileşme gözlenmektedir (Tauscher 1983).



Şekil 3.6. Yorulma dayanımının $D/(D-2t)$ ile değişimi (Bell and Loh 1982)

Farklı gaz karışımlarında iyon nitrüleme işlemi uygulanan %3 Cr 'lu EN 40B çeliğinin döner-eğmeli yorulma deney sonuçlarından, parça çapının çekirdek çapına oranı şeklinde tanımlanan $D/(D-2t)$ boyutsuz parametresinin artması ile yorulma dayanımının arttığı gözlenmiştir (Şekil 3.6). Bununla birlikte, yayınım tabakasının çok kalın olması durumunda yorulma dayanımında düşüş olur. Bunun nedeni ise, oluşan yayınım tabakasında gelişen basma artık gerilmelerine karşılık, kuvvet dengesini sağlamak amacıyla ana malzemede oluşan çekme artık gerilmeleridir. Kaplama kalınlığının artması durumundaki, ana malzemedeki çekme artık gerilme değeri de artarak hızlı çatlak başlangıcına neden olur ki bu da yorulma dayanımında düşüş anlamını taşımaktadır (Bell and Loh 1982). Cowling and Martin (1981) tarafından yapılan çalışmada, 3mm kritik çapına sahip olan numune 0,5 mm yayınım tabakası verecek şekilde iyon nitrülendiğinde yorulma dayanımının düştüğü gözlenmiştir. Bu durumda kritik yarı çapı alanının %56 'sı nitrürlenmiş ve $D/(D-2t)$ değeri 1,5 mm olmuştur. Bu nedenle, yayınım tabaka kalınlığının belirli bir değerin altında tutulması gerekir.

$$D / (D-2t) \leq 1,4 \quad (3.9)$$

İyon nitrürlenmiş parçanın yorulma dayanımı, yayınım tabaka kalınlığı yanında, ana malzeme ile yayınım tabakası ara geçiş bölgesinin dayanımının da etkileneceği düşünülmüştür (Denklem 3.10). Burada, σ_y yorulma dayanımı, σ_h yayınım tabakası ile ana malzeme ara yüzeyinin yorulma dayanımını, D parça çapını ve t ise yayınım tabaka kalınlığını ifade etmektedir.

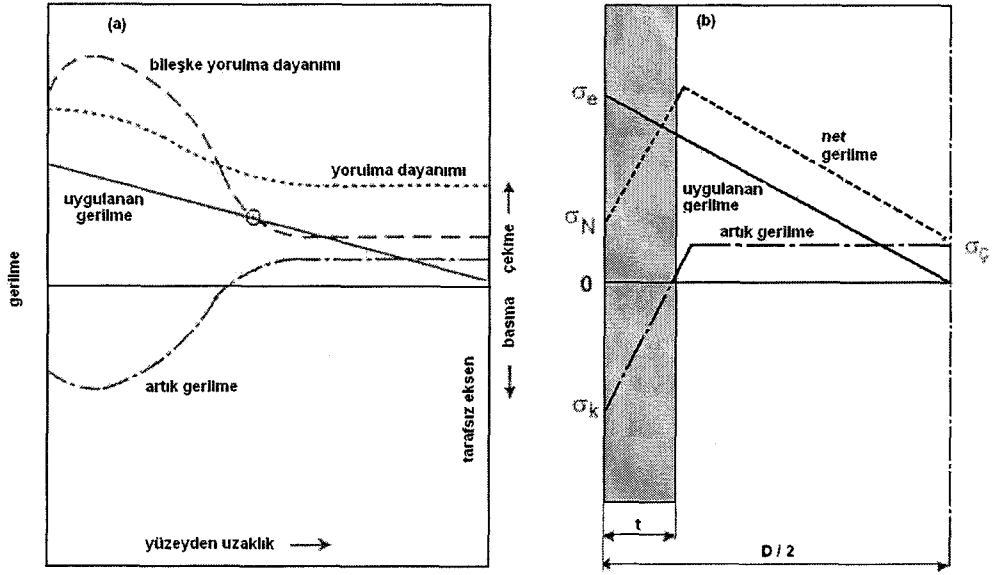
$$\sigma_y = \left(\frac{D}{D - 2t} \right) \cdot \sigma_h \quad (3.10)$$

Benzer şekilde, iyon nitrülenmiş AISI 4140 ve EN 41B çeliklerinde, parça çapı ve yayınım tabaka kalınlığını içeren boyutsuz parametrenin artan değeri ile parçaların yorulma dayanımının arttığı gözlenmiştir. Benzeri saptamalar, yüzeyi sertleştirilmiş parçaların yorulma dayanımı üzerinde yapılan teorik ve deneysel çalışmalarda da elde edilmiştir (Genel et al 2000, Jones and Martin 1978, Nevaz 1985).

3.3.2. Ana Malzeme Sertlik Değerinin Yorulma Dayanımına Etkisi

İyon nitrürlenme işlemi uygulanmış parçalarda, yorulma hasarı yüzey altında, yayınım tabakası-ana malzeme geçiş ara yüzeyinde başlar. Zira, maksimum gerilme değeri bu ara yüzeyde oluşur. Nitrürlenme sonrası yayınım tabakasında basma türünde, ana malzemede ise çekme türünde oluşan artık gerilme profiline, yüzeyden tarafsız eksene doğru doğrusal bir şekilde azalan eğme gerilmesi eklendiğinde elde edilen net gerilme profili şematik olarak Şekil 3.7 'de verilmiştir. Burada; D parça çapını, t yayınım tabaka kalınlığını, σ_e uygulanan eğme gerilmesini, σ_c ana malzemede oluşan çekme artık gerilmesini, σ_k yayınım tabakasında oluşan basma artık gerilmesini, σ_N etkiyen gerilmelerin bileşimi sonucunda oluşan net gerilmeyi ifade etmektedir. Burada net gerilme en büyük değerini yayınım tabakası-ana malzeme ara yüzeyi bölgesinde almıştır. Bell and Lok iyon nitrülenmiş, eğmeye zorlanan bir parçada, yorulma dayanımını boyutsuz şekilde tanımlanan yayınım tabaka kalınlığına bağlı olarak ifade ederken, artık gerilmenin yayınım tabakasının yüzeyinden çekirdeğe doğru doğrusal olarak azaldığı varsayımı ile Şekil 3.7.b 'de gerilme dağılımı şematik olarak verilmiştir (Genel 1999).

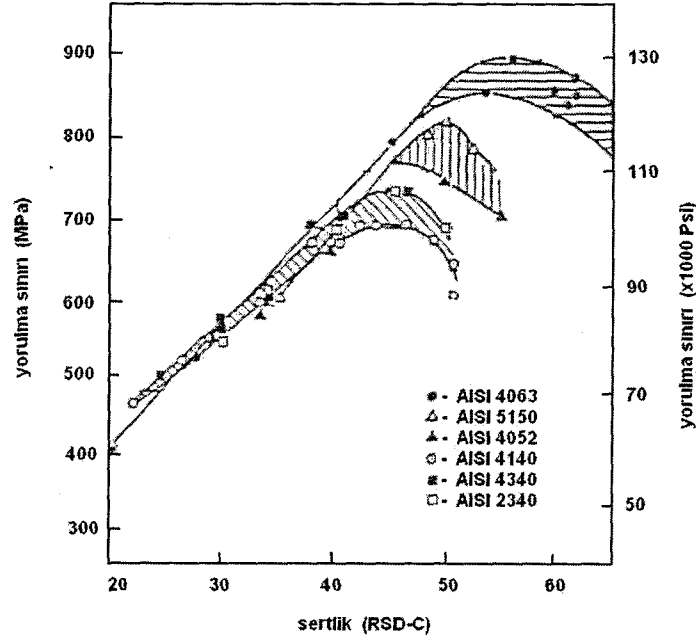
İyon nitrürlenme işlemi uygulanmış parçalarda, yüksek çevrimli yorulma bölgelerinde çalışması durumunda yorulma çatlak başlangıcı yüzey altında oluşur. Kırılma yüzeyleri incelendiğinde, çatlak oluşumunun yayınım tabakası ana malzeme ara yüzeyindeki metalik olmayan katışkılarından başladığı görülmüştür. Bu tip kırılmalara "Balık gözü" (fish eye) tipi yorulma çatlak adı verilip, oluşan çatlak, uygulanan döner eğmeli çevrimsel gerilme nedeniyle dairesel biçimde olur (Tosic et al 1994).



Şekil 3.7. a) Yorulma dayanımının sertlik ve artık gerilme ile değişimi (Genel 1999),
b) Kesit içersinde sadece gerilme durumunu alan basitleştirilmiş yaklaşım.

Beyaz tabakanın yorulma dayanımı üzerinde hiç bir etkisi olmayıp, yorulma dayanımı artan yayınım tabaka kalınlığı ile artar. Yayınım tabaka kalınlığının artması, yorulma çatlak başlangıcı noktasını malzemenin merkezine doğru taşıyacak ve bu durumda çatlak oluşumunu sağlamak için yüzeye daha büyük gerilmelerin uygulanması gerekecektir. İyon nitrürleme yöntemiyle ana malzeme bölgesine kaydırılan çatlak başlangıcı nedeniyle, yorulma dayanımı tamamen ana malzeme tarafından kontrol edilmekte olup malzeme de bulunan katışkılarının çatlak başlangıcında oldukça önemli bir etkisi vardır (Bell and Loh 1982).

Bu nedenle, nitrürlenmiş malzemenin daha yüksek dayanıma sahip olması yorulma dayanımının da artması anlamına gelmektedir. Zira nitrürlenmiş malzemeler ana malzeme ve yayınım tabakasının bileşiminden oluşmuş kompozit malzemeler olarak düşünülebilir (Guagliano and Vergani 1997). Malzemenin yorulma dayanımı, sahip olduğu sertlik değerine bağlıdır (Şekil 3.8). Maksimum yorulma dayanımını veren ana malzeme sertlik değerine, çeliğin türüne bağlı olarak 45-55 RSD değerleri arasında değiştiği görülmektedir (Topbaş 1998). Benzer durum semantasyonla yüzey sertleştirilmiş malzemeler içinde geçerli olup, optimum ana malzeme sertlik değeri vardır (Genel 1999).



Şekil 3.8. Düşük alaşımlı çeliklerde yorulma dayanımının malzeme sertliği ile değişimi (Genel 1999).

3.3.3. Artık Gerilmenin Yorulma Dayanımına Etkisi

Nitrürleme işleminde, azotun yüzeyden çekirdeğin merkezine doğru yayılımı ile oluşan yayılım tabakası genişlemeye çalışır, ancak bu ana malzeme tarafından engellenir. Bunun sonucunda yüzeye yakın kısımlarda basma artık gerilmeleri oluşurken, kuvvet dengesinden ana malzemedede de çekme artık gerilmeleri oluşur. Yüzeyde oluşan basma artık gerilmesi artan yayılım tabaka kalınlığı ile azalan bir hızla artar. Çekme artık gerilmesinin değeri basma artık gerilmesinden daha küçük olsa da, artan yayılım tabaka kalınlığı ile sürekli olarak artar. Yayılım tabakasında oluşan basma artık gerilmesi σ_k , çekirdekte oluşan çekme artık gerilmesi σ_c , yayılım tabaka alanı A_k ve çekirdek alanı A_c ile gösterilirse aralarındaki kuvvet dengesi Denklem 3.11 'deki gibi olur ve bu ilişki tüm yüzey sertleştirme yöntemleri için geçerli sayılabilir (Genel 1999).

$$\sigma_k \cdot A_k = \sigma_c \cdot A_c \quad (3.11)$$

Elde edilen artık gerilme değerleri, sadece iyon nitrürleme işlem koşullarına bağlı olmayıp aynı zamanda ana malzemenin kimyasal bileşimine bağlı olarak gelişir.

Nitrürleme sonrası alaşımsız karbonlu çeliklerde elde edilen gerilme değerleri daha küçük iken, Cr 'lu çeliklerde elde edilen basma artık gerilmeleri daha yüksektir (Mittemeijer 1983, Cruz and Erison 1998, Jones and Martin). Yayınım tabakasında oluşan basma artık gerilmesi, çeliğin içerisindeki % C oranının artması ile artar. Ayrıca karbon içeriğinin artması, karbonun nitrür yapıcı elementleri bağlamasından dolayı sertlikte düşüğe neden olur. Bununla birlikte, artık gerilmenin ve sertlik artışının nedeni aynı olmasına rağmen mikrosertlik ve artık gerilme düzeyi arasında doğrudan bir ilişki yoktur. Sertlikteki artış daha çok azotun yayınımı ve nitrür çökeltilerinin oluşumu ile ilişkili iken, artık gerilmenin oluşumu sadece bunlara bağlı olmayıp aynı zamanda yayınım tabakasındaki karbonun yeniden yayınımına, karbürlerin çözünmesine ve tane sınırı fazının oluşumuna bağlıdır (Sun and Bell 1991). İyon nitrürleme süresinin çok uzun olması durumunda, yüzeyde basma artık gerilmesi yerine çekme artık gerilmesi de oluşabilir. Bunun nedeni, oluşan kalın yayınım tabakası ve çökeltilerin gerilmelerde düşüğe neden olmasıdır (Hekker et al 1985).

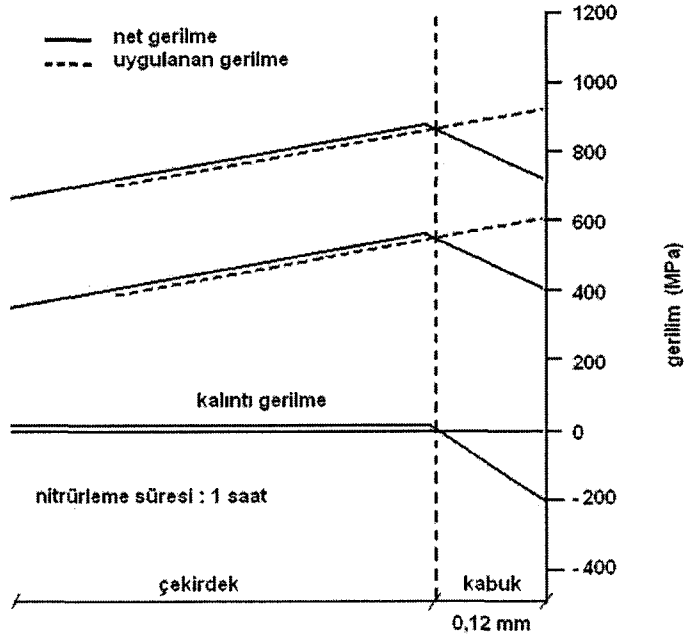
Yüzey sertleştirme işlemi uygulanmış çeliklerin yorulma davranışı üzerinde artık gerilmelerin büyük etkisi olup, özellikle nitrürlenmiş çeliklerin yüzeyinde oluşan basma artık gerilmeleri yorulma dayanımını arttırır. Sertlik dağılımının, dolayısı ile mikroşekil değişiminin de yorulma dayanımı üzerinde büyük etkisi vardır.

Nitrürleme sırasında mikroşekil değişiminin gelişimini incelemek amacıyla, EN 40B çeliğine 580 °C 'de farklı sürelerde sıvı nitrürleme işlemi yapılmıştır. Nitrürleme süresinin artması ile makroşekil değişimi artmış ve aynı zamanda artan süre ile nitrürlerin etrafındaki bağdaşlıklar bozularak yapıda neden olduğu uyumsuzluklar azalmıştır. Böylece, mikroşekil değişimi değeri düşmüştür. Mikroşekil değişiminde ki düşüş sertlikteki düşüğe neden olacağından çentikli, döner eğmeli zorlanma uygulanan deney parçalarında yorulma dayanımı, belirli bir nitrürleme süresine kadar artarken sürenin daha da uzaması durumunda azalma göstermiştir. Nitrürleme süresinin aşırı uzun olması durumunda sadece mikroşekil değişimindeki azalma nedeni ile sertlikte düşüş oluşmaz, aynı zamanda makroşekil değişimlerinin de azalması sonucu yüzey ve yüzeye yakın kısımlarda oluşan basma artık gerilme değerinde düştüğü hatta çekme artık gerilmelerinin oluştuğu gözlenmiştir.

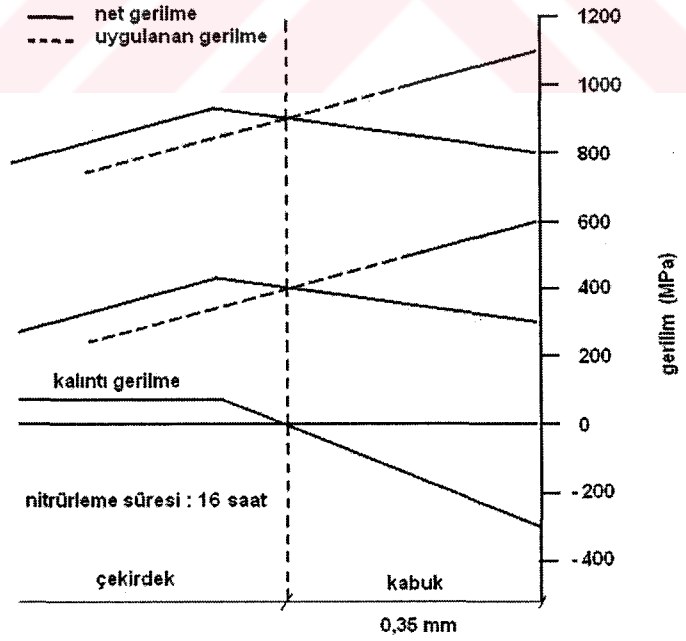
Bu nedenle, yorulma dayanımının en büyük değerini aldığı optimum bir nitrürleme süresi mevcut olup, nitrürleme ile yorulma dayanımı arasında kurulacak bir yaklaşımda hem artık gerilmelerin hem de sertlikteki değişimlere neden olan mikrogerilmelerin dikkate alınması gerekir (Mittemeijer et al 1980, Mittemeijer 1985, Mittemeijer 1983).

1 ve 16 saat iyon nitrürlenmiş parçalardaki net gerilme dağılımı Şekil 3.9 ve 3.10 'da verilmiş olup, yorulma ömrünün gerilme dağılımından önemli bir ölçüde etkilendiği görülmektedir. Uygulanan gerilme değeri farklı olmasına rağmen net gerilme dağılımı benzer olup, gerilme dağılımındaki farklılığın başlıca nedeni yayınım tabaka kalınlığı ve artık gerilme çiftlerindeki farklılıktan kaynaklanmaktadır. Sığ yayınım tabaka kalınlığına sahip parçalarda (Şekil 3.9), net gerilmenin maksimum değeri yayınım tabakası/ana malzeme ara yüzeyine çok yakın olabilir. Yüzey ve yayınım tabakası/ana malzeme arayüzeyi arasındaki net gerilme dağılımının eğimi, yayınım tabakası/ana malzeme ara yüzeyi ile malzemenin merkezi arasındaki eğimden daha diktir. Parça yüzeyine etkiyen net gerilme değerine, ana malzeme bölgesinde, yayınım tabakası/ana malzeme ara yüzeyinden itibaren, yayınım tabaka kalınlığının üç katı kadar mesafede ulaşılır. Bu nedenle çatlak başlangıcının yeri yayınım tabakası-ana malzeme ara yüzeyinden içeriye doğru kayar ve bu yüksek gerilim bölgesinde çatlak başlangıç noktasının belirlenmesinde katışkı boyutu önemli rol oynar (Genel et al 2000).

Uzun süreli nitrürleme işlemi sonucu elde edilen kalın yayınım tabaka kalınlığına sahip parçalarda, net gerilmenin maksimum değeri yayınım tabakası-ana malzeme arayüzeyinden parçanın merkezine doğru kayar (Şekil 3.10). Yayınım tabakasındaki net gerilmenin eğimi, ana malzemedeki eğimden daha düşüktür ve yayınım tabakası yüksek gerilmeler altındadır. Bu tür net gerilme dağılımının sonucunda çatlak başlangıcı, yayınım tabakası-ana malzeme ara yüzeyine yakınlaşarak ana malzemedeki oluşur (Genel et al 2000).



Şekil 3.9. 1 saat süre ile iyon nitrülenmiş parçalarda net gerilmenin dağılımı (Genel et al 2000)



Şekil 3.10. 16 saat süre ile iyon nitrülenmiş parçalarda net gerilmenin dağılımı (Genel et al 2000)

3.3.4. Katışkuların Yorulma Dayanımına Etkisi

Metalik olmayan katışkular ve korozyon çukurcukları gibi yapısal süreksizliklerin varlığı malzemenin yorulma ve kırılma dayanımını azaltır. Malzemenin yüzeyinde bulunan katışkuların yarattığı olumsuz etki, iç kısımda bulunanlardan daha fazladır. Çeliğin içerdiği katışkı miktarı ve boyutu yanında türü, şekli, dağılımı ve yönlenmiş olması metalin yorulma davranışına birinci derecede etkileyen faktörlerdir (Wang and Akid 1996). Perlitik bir çelikte, yorulma dayanımı artan katışkı yoğunluğu ile doğrusal olarak azalırken, katışkı boyutunun kritik değerden küçük olması durumunda, katışkı yoğunluğu ve dağılımının yorulma dayanımı üzerinde fazla etkili olmadığı görülmüştür. Ayrıca, aynı tür iki katışkının farklı doğrultularda yönlenmiş olması da malzemenin yorulma davranışını etkilemektedir. Eğilme zorlanması altında çalışan parçalarda, katışkının parça eksenine dik olması durumunda, katışkı boyutu küçük olsa dahi neden olduğu gerilme yığılması yüksek olurken, katışkının parça eksenine paralel olması durumunda katışkı boyutu büyük olsa da neden olduğu gerilme yığılmasının düşük olacağı düşünülmektedir (Fowler 1976).

Çeliklerin yorulma davranışı içerdikleri katışkı boyutu yanında, çeliğin sıcak şekillendirilmesi sırasında katışkının söz konusu sıcaklıktaki şekil değiştirme özelliğine bağlıdır. Özellikle, eğme zorlanması altında çalışılan parçalarda kritik katışkı boyutu, yüzeyden olan uzaklıkla değişmektedir. Yüzey ve yüzeye yakın kısımlarda gerilmenin yüksek olması, bu bölgede yorulma çatlağına neden olacak kritik katışkı boyutunun, kesit içerisindeki kritik değerden daha küçük olması sonucunu doğurur (Genel 1999, Wang and Akid 1996). AISI 4340 ve M300 çeliğinde, yorulma çatlağına neden olan kritik katışkı boyutu yüzeyde 10 µm iken, yüzeyden içeriye gidildikçe arttığı ve 250 µm mesafesinde 35 µm değerine ulaştığı gözlenmiştir. Bu nedenle, çatlak başlangıç noktasını parçanın merkezine doğru kaydıran tüm yüzey sertleştirme yöntemleri yardımıyla çeliğin yorulma davranışı iyileştirilir (Lankford 1977). Yorulma dayanımını en etkin şekilde azaltan katışkı, 10 µm 'dan büyük, keskin kenarlı ve tek fazlı Al₂O₃ ve Ca-Alüminatlar olup, en az etkili olanlar ise MnS katışkularıdır. Yapısında Ca-Alüminat ve MnS bulunan çeliğin havada yapılan yorulma deneylerinde, çatlak köşeli yada küresel Ca-Alüminat katışkularından başlamıştır.

Katışkı ile ana malzemenin ısı genleşme katsayılarının farklı olması, ısı işlem sırasında katışkı-ana malzeme ara yüzeyindeki şekil değiştirmelerinin farklı olmasına ve yapıdaki bütün katışkılar çevresinde ek gerilmelerin oluşmasına neden olmaktadır. Mozaik gerilme adı verilen bu gerilmeler, özellikle katışkının ısı genleşme katsayısının ana malzemeninkine göre küçük olması durumunda daha da önemlidir. Bu durumda, ara yüzeyde oluşan çekme gerilmesi malzemenin yorulma çatlak başlangıcını önemli ölçüde etkilemektedir (Brooksbank and Andrews 1969). Parçaya uygulanan gerilme, katışkının oluşturduğu gerilme yığılması (K_t) çarpımı ve buna ek olarak mozaik gerilme kadar etkin gerilmenin değerini arttıracaktır. Çevrimsel yükler altında katışkı-ana malzeme ara yüzeyindeki gerilmenin değeri yerel akma olayında önemlidir. Oluşturdukları yüksek mozaik gerilmeleri nedeniyle alüminat bileşikli katışkılar malzemenin yorulma davranışında önemli bir yer tutmaktadır. Diğer yandan, sülfür katışkılar alüminatlara göre genleşme katsayılarının yüksek olması nedeniyle basma gerilmesi oluşmakta, bunun ise yorulma dayanımına herhangi bir olumsuz etkisi bulunmamaktadır (Genel 1999).

Çatlak başlangıç noktası malzemenin içinde bulunan katışkılardan başlamış ise servis süresi malzeme yüzeyinde bulunan katışkılardan başlayandan daha uzundur (Wang and Akid 1996).

BÖLÜM 4. ÇALIŞMANIN AMACI VE PLANLANMASI

İyon nitrüleme işleminde, yüzeye gönderilen elementel azotun uzun mesafelere yayılımı sonucunda, yüzeyde ince ve sert nitrür tabakası olan beyaz tabaka ile birlikte, daha kalın ve azot dağılımı parçanın merkezine doğru azalan sert bir yayılım tabakası oluşur. Beyaz tabaka ve yayılım tabakasının yapısal özellikleri, iyon nitrülenmiş çeliklerin özelliklerini belirleyen en önemli etkidir. Diğer yüzey sertleştirme yöntemlerinde olduğu gibi iyon nitrüleme işlemi ile de malzemenin yorulma dayanımı artar ve bu artış yüzey özelliklerinin değiştirilmesi ve yayılma bölgesinde oluşan bir dizi olayla ilişkilidir.

Düşük alaşımlı çeliklerin iyon nitrülenmesi ile yorulma dayanımındaki artış, dünyada olduğu gibi ülkemizde de bir çok araştırmacı tarafından incelenmiştir. Tez çalışmasının başlangıç aşamasında yapılan literatür incelemesinde, otomotiv ve uçak sanayilerinde, krank millerinde, vites parçalarında ve güç aktarma organlarında yaygın olarak kullanılan AISI 4340 çeliğinin, ülkemizde böylesi bir akademik araştırma konusu olmadığı, dünyada ise yapılan çalışmaların oldukça sınırlı sayıda olduğu görülmüş ve tez çalışmasının bu malzeme ile yapılmasına karar verilmiştir. Kimyasal bileşimi Tablo 4.1 'de verilmiş olan AISI 4340 çeliği, daha yüksek mukavemet ve tokluk özelliklerinin istendiği uygulamalarda AISI 4140 ve AISI 4150 çeliklerinin yerini almaktadır.

Ni, Cr ve Mo içeren düşük alaşımlı AISI 4340 çeliğinin mukavemet değerlerini, yüksek tokluk özelliklerini kaybetmeksizin ısıtma yolu ile artırma olanağı vardır. Ayrıca, tavlama, normalizasyon ya da sertleştirme gibi ısıtma işlemleri sonrasında bile bilinen tüm geleneksel talaşlı imalat yöntemleri ile işlenebilme özeliğine sahiptir.

Tablo 4.1. AISI 4340 çeliğinin kimyasal bileşimi.

%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Mo	%Ni
0,38-0,43	0,15-0,30	0,60-0,80	maks.0,035	maks.0,04	0,70-0,90	0,20-0,30	1,65-2,60

Bu çalışmada, malzeme başlangıç mikroyapısının, yüzey pürüzlülüğünün ve iyon nitürleme işlem koşullarının yorulma dayanımına etkisinin araştırılması ve AISI 4340 çeliğine maksimum yorulma dayanımı sağlayan optimum iyon nitürleme işlem parametrelerinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

İyon nitürleme işlemi uygulanacak malzemenin başlangıç mikroyapısı, ön ısıtma işlem koşulları, dayanım değerleri ve yapısında içerdiği katışkılar yorulma dayanımını, en az iyon nitürleme işlem parametreleri kadar birincil dereceden etkiler. İyon nitürleme işlemi uygulanacak düşük alaşımlı çeliklerin, nitürleme sonrası sertlik ve yorulma dayanımı gibi mekanik özelliklerini belirlemede, nitürleme öncesi mikroyapının etkisi son derece önemlidir. Bu amaçla, Asil Çelik A.Ş 'den yumuşatılmış koşullarda temin edilecek olan malzemenin bir bölümü, 840 °C 'de 30 dakika süre ile ısıtma işlemine tabi tutulacak ve yağda soğutulduktan sonra 600 °C 'de 2 saat süre ile temperlenerek ıslah edilecektir. Böylelikle, iki farklı ön ısıtma işlem koşuluna sahip malzeme grubu oluşturularak, malzeme mikroyapı özelliklerinin gerek iyon nitürleme öncesi gerekse iyon nitürleme sonrası yorulma dayanımına ve mekanik özelliklerine etkisinin incelenmesine olanak sağlanacaktır.

Yüzey pürüzlülüğünün yorulma dayanımı üzerindeki etkisi çentik etkisine benzerdir. Malzeme yüzeyindeki kalıntılar, küçük çizikler, çentik ve kaba yüzey profili gibi yüzey hataları bu bölgelerde gerilme yığılmasına ve çatlak başlangıç potansiyeli yüksek bölgelerin oluşmasına yol açar. Çeliklerdeki yorulma kırılmasının bir çoğu, bu tür yüzey düzensizliklerinden başlamaktadır. Yüzey ne denli düzgün olursa yorulma dayanımı da o denli yüksek olur. Yüzey hatalarının getireceği olumsuz etkileri kaldırmak için, tüm deney parçaları, yüksek boyut ve yüzey hassasiyetinde işlendikten sonra farklı kademelerde zımparalama ve son aşamada da parlatma işlemine tabi tutulacaktır. Ancak, ıslah edilmiş malzemedan hazırlanmış bir grup yorulma deney parçasına zımparalama ve yüzey parlatma işlemi uygulanmayarak, CNC torna tezgahında talaş kaldırılmış durumdaki pürüzlülüğü korunacaktır. Böylelikle, iki farklı yüzey pürüzlülük koşuluna sahip malzeme grubu oluşturularak, yüzey pürüzlülüğünün iyon nitürleme öncesi ve sonrası yorulma dayanımına olan etkisi incelenecektir.

İyon nitrürleme işlem sıcaklığının, malzemenin nitrürleme öncesi görmüş olduğu ıslah koşullarındaki temperleme sıcaklığına yakın ya da daha yüksek olması durumunda, özellikle uzun süreli nitrürleme işlemlerinde oluşan aşırı temperleme sadece ana malzemesinin yumuşamasına ve oluşan nitrürlerin irileşmesine neden olmayıp aynı zamanda nitrürlerin çözünmesine yol açarak yorulma dayanımını da düşürür. Böylesi bir olumsuzluğa yol açmamak için iyon nitrürleme işlemi, 600 °C olarak seçilen temperleme sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda yapılacaktır.

Yayınım tabaka kalınlığının artması, yorulma çatlak başlangıcı noktasını malzemenin merkezine doğru taşıyacağından yorulma dayanımını artırıcı yönde etki eder. İyon nitrürleme yayınım kontrollü bir yüzey sertleştirme yöntemi olduğundan, elde edilecek olan yayınım tabakasının kalınlığı sıcaklık ve sürenin bir fonksiyonu olarak gelişir. İyon nitrürleme işlem değişkenlerinin yorulma dayanımı üzerindeki etkisini inceleyebilmek için 500 °C, 520 °C ve 540 °C olmak üzere üç farklı işlem sıcaklığı ve 2, 4, 8 ve 16 saat olmak üzere de dört farklı işlem süresi seçilmiştir. Sıcaklık ve süre değişkenleri ile oluşturulan her bir iyon nitrürleme koşulunu (Tablo 4.2) temsil disk deney parçaları üzerinde mikrosertlik ölçümleri yapılarak hem yayınım tabaka kalınlığı hem de yüzey sertlikleri belirlenecektir. Yorulma deneyleri yardımıyla S-N eğrileri çıkartılarak yorulma dayanımları belirlenecektir. Böylelikle, en yüksek yorulma dayanımını veren optimum iyon nitrürleme koşulu belirlenecektir. Ayrıca, yayınım tabaka kalınlığı ile yorulma dayanımı arasındaki ilişki incelenecektir.

İyon nitrürlenmiş yapılarda, düşük gerilmeli-yüksek çevrimli zorlanmalarda çatlak oluşumu yayınım tabakasının altında, yayınım tabakası-ana malzeme ara geçiş yüzeyindeki metalik olmayan katışkılarından başlar.

Tablo 4.2. İyon nitrürleme işlem sıcaklık ve süreleri.

Sıcaklık (°C)	Süre (saat)			
	2	4	8	16
500 °C	x	x	x	x
520 °C		x		
540 °C	x	x	x	x

Yayınım tabakasının altında metalik olmayan katışkılarından başlayan çatlak, uygulanan döner eğmeli çevrimsel gerilme nedeniyle dairesel formda gelişir ve balık gözü (fish eye) yorulma çatlağı olarak adlandırılır. Yorulma deneyleri sonucunda oluşan kırılma yüzeylerinin topografileri SEM yardımı ile incelenecek ve kırılmanın türü belirlenecektir.

Beyaz tabaka, esas olarak bir azot ve demir bileşimi olduğu için, içerdiği fazların türü, sayısı ve birbirlerine oranı malzemenin kimyasal bileşimi ve mikroyapılarından tamamen bağımsız olup, işlem gazı, süre ve sıcaklığa bağlı olarak gelişir. Farklı sıcaklık ve sürelerde gerçekleştirilen iyon nitrürleme işlemi sonucunda oluşan beyaz tabaka kalınlıkları optik mikroskop yardımı ile ölçülecek ve içerdiği fazların türü ve sayısı X-ışınları analizi yardımı ile belirlenecektir.

Termokimyasal bir yüzey sertleştirme yöntemi olan iyon nitrürleme işlemi sonrası, parça yüzeyinin kimyasal bileşimi, dönüşüm kinetiği, sıcaklık karşısında gösterdiği davranış ve uygulanan deformasyona karşı tutumu ana malzemedan farklıdır. İyon nitrürleme sonrası oluşan yapı yüksek dayanımlı ve düşük sünekliğe sahip yüzey bölgesi ile düşük dayanımlı ve yüksek sünekliğe sahip çekirdek bölgesinden oluşan kompozit bir malzeme gibi düşülebilir. Bu bağlamda, nitrürleme sonrası mekanik özelliklerdeki değişimi belirlemek amacıyla, iyon nitrürlenmemiş ve farklı koşullarda iyon nitrürlenmiş deney parçalarına çekme deneyi yapılarak, akma ve kopma mukavemeti ile % kopma büzülmesi bulunacak ve iyon nitrürleme koşullarına bağlı olarak bu değerlerdeki değişim saptanacaktır.

Sonuç olarak, en yüksek yorulma dayanımını veren optimum iyon nitrürleme koşulu belirlenecektir.

BÖLÜM 5. DENEYLERİN YAPILIŞI VE DENEY SONUÇLARI

5.1. DeneY Parçalarının Hazırlanması

DeneYlerde kullanılmak üzere Asil Çelik A.Ş. 'den aynı şarjın ürünü olarak yumuşatılmış koşullarda, $\phi 22$ mm çapında sertifikalı AISI 4340 çeliği alınmıştır. Malzemenin kimyasal bileşimi Tablo 5.1 'de verilmiştir. Malzemenin bir kısmı ostenitleştirildikten sonra yağda soğutularak temperleme işlemine tabi tutulmuştur. Böylelikle, iki farklı ön ısıl işlem koşuluna sahip malzeme grubu oluşturularak (Tablo 5.2), malzeme mikroyapı özelliklerinin iyon nitrürleme öncesi ve sonrasında yorulma davranışına ve mekanik özelliklerine etkisinin incelenmesine olanak sağlanmıştır. Sertleştirme işleminde, malzeme önce $840\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 30 dakika süre ile ısıl işleme tabi tutulmuş ve daha sonra $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklığındaki yağ banyosunda soğutulduktan sonra $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 2 saat süre ile temperlenerek ıslah edilmiştir.

Yorulma deneyi, çekme deneyi ve öngörülen diğer deneYlerin yapılması amacı ile üç farklı grupta deneY parçaları hazırlanmıştır. Deneysel çalışmalarda, deneY parçasının amacına uygun olarak hazırlanması gereklidir. Özellikle yorulma dayanımını belirlemek için yapılan deneysel çalışmalarda, gerek deneY parçasının boyutları gerekse yüzey kalitesi sağlıklı sonuçların elde edilebilmesi için son derece önemlidir.

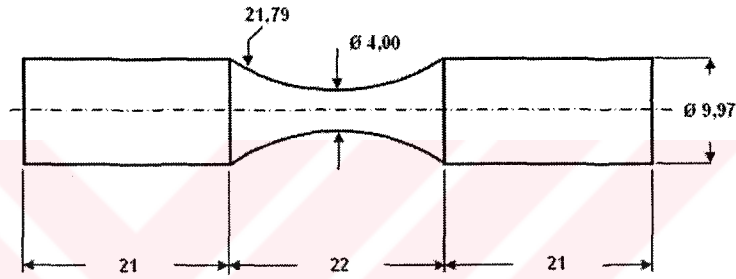
Tablo 5.1. DeneYlerde kullanılan AISI 4340 çeliğinin kimyasal bileşimi.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Cu	N
0,38	0,26	0,69	0,016	0,004	0,80	0,22	1,69	0,023	0,19	0,007

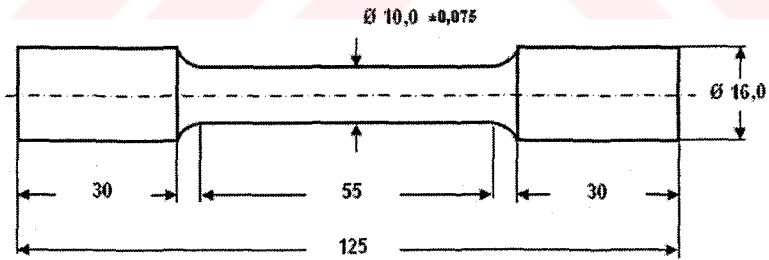
Tablo 5.2. Deneysel çalışmadaki malzeme grupları.

Grup	ısıl işlem	Isıl işlem parametreleri
Y	Yumuşatma Tavı	Asil Çelik koşullarında yumuşatılmış
Q	Sertleştirilmiş	$840\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 30 dak. tutulup yağda soğutulmuş ve $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 2 saat süre ile temperlenmiş

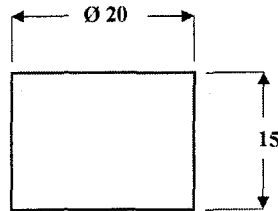
DIN 50113 'e göre hazırlanan yorulma deney parçasının boyutları ile EN 10002 standardına göre hazırlanan çekme deney parçalarının boyutları sırası ile Şekil 5.1 ve Şekil 5.2 'de verilmiştir. Ayrıca, beyaz tabaka ve yayınım tabakası kalınlıklarının ölçümü, sertlik dağılımı ve tabakaların optik mikroskop görüntülerinin elde edilebilmesi için $\phi 20$ mm çapında 15 mm uzunluğunda disk şeklinde deney parçaları hazırlanmıştır (Şekil 5.3). Yüzey hatalarının getireceği olumsuz etkileri kaldırmak için tüm deney parçaları, CNC torna tezgahında yüksek boyut ve yüzey hassasiyetinde işlendikten sonra sırasıyla 200, 400, 600 ve 1200 numaralı zımpara ile zımparalanmış ve daha sonra yüzeyleri parlatılmıştır (Şekil 5.4).



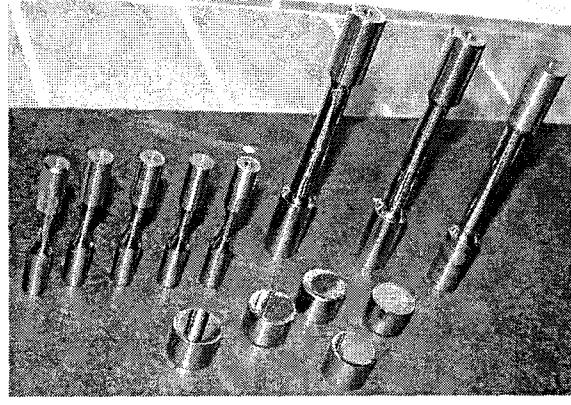
Şekil 5.1. Yorulma deney parçasının boyutları.



Şekil 5.2. Çekme deney parçasının boyutları.



Şekil 5.3. Disk deney parçasının boyutları.

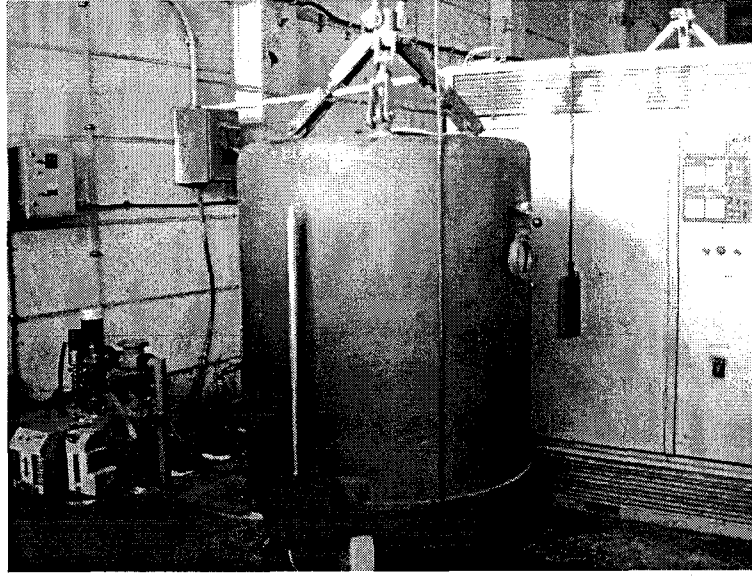


Şekil 5.4. Parlatılmış deney parçalarının görünümü.

Deney parçaları, malzemenin ön ısıl işlem durumunu, yüzey koşullarını, iyon nitrürleme sıcaklığı ve süresini ifade edecek şekilde kodlandırılmıştır. İslah edilmiş koşullardaki deney parçaları Q, ıslah edilmemiş olanlarsa Y ile kodlandırılmıştır. Parlatma işlemi uygulanmamış olan deney parçaları T harfi ile kodlandırılırken, parlatılmış olan deney parçaları içinse herhangi bir kod kullanılmamıştır. Örneğin, QT.500.8 ıslah edilmiş, yüzey parlatma uygulanmamış ve 500 °C 'de 2 saat süre ile iyon nitrürlenmiş deney parçasını, Y.540.16 ise ıslah edilmemiş, yüzeyi parlatılmış ve 540 °C 'de 16 saat süre ile iyon nitrürlenmiş deney parçasını temsil etmektedir.

5.1.1. İyon Nitrürleme İşlemi

Deney parçalarının iyon nitrürleme ile yüzey sertleştirme işlemi İstanbul Isıl İşlem A.Ş. 'de AN-50 Plus marka endüstriyel uygulamalı iyon nitrürleme cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.5). Nitrürleme işlemi, çelik anot ve katot diskler arasında gerçekleştirilen boşalım ile sağlanmaktadır. Gerekli vakumu sağlamak amacıyla 65 m³/h kapasiteli vakum pompası ve 50 KW 'lik doğru akım güç kaynağı kullanılmıştır. Parça sıcaklığı katot diske bağlı olan ısı algılayıcı yardımı ile ölçülmüştür. Deney parçaları %5 'lik Gardoclean A5616 çözeltisi içeren basınçlı sıcak su ile yıkanarak temizlendikten sonra, nitrürleme odasına dik olarak ve birbirine eşit aralıklarla yerleştirilmiştir. Vakum ortamında işlem sıcaklığına ulaşıncaya kadar NH₃ gazı iyonize edilerek, parça yüzeylerinin temizlenmesi sağlanmıştır. İşlem sıcaklığına ulaşıldıktan sonra nitrürleme süresinin başladığı kabul edilmiştir. Sıcaklık, gerilim ve gaz debisi çeşitli regülatör yardımı ile işlem süresince sabit tutulmuştur. İyon nitrürleme işlem parametreleri Tablo 5.3 'de verilmiştir.



Şekil 5.5. Deneilerin gerçekleştirildiği iyon nitürleme fırınının görünümü.

Tablo 5.3. İyon nitürleme koşullarına ait işlem parametreleri

Deneç parçası	Sıcaklık (°C)	Süre (saat)	NH ₃ debisi (lt/dak)	Gerilim (V)	Akım (A)
Y.500.2	500	2	0,26	510	15
Q.500.2					
Y.500.4	500	4	0,39	480	20
Q.500.4					
Y.500.8	500	8	0,23	480	20
Q.500.8					
QT.500.8					
Y.500.16	500	16	0,30	510	27,5
Q.500.16					
Y.520.4	520	4	0,26	490	20
Q.520.4					
Y.540.2	540	2	0,24	530	17,5
Q.540.2					
Y.540.4	540	4	0,23	550	17,5
Q.540.4					
Y.540.8	540	8	0,32	520	20
Q.540.8					
Y.540.16	540	16	0,29	510	27,5
Q.540.16					

5.2. Deneylerin Yapılışı Ve Deney Ekipmanları

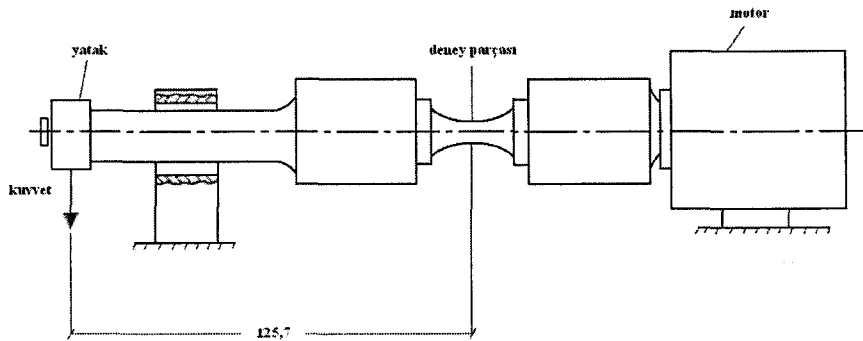
5.2.1. Yorulma Deneyleri

Yorulma deneyleri Kocaeli Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesinde karakteristik değerleri Tablo 5.4 'de verilen yorulma test cihazı yardımı ile yapılmıştır. Yorulma deneyinde, deney parçasının kritik kesitine (en küçük çapına) uzaklığı 125,7 mm olan yükleme koluna asılan ağırlık yardımı ile, dönmekte olan deney parçası aynı zamanda eğmeye zorlanmaktadır (Şekil 5.6). Kritik kesitteki eğilme gerilmesi uygulanan yüke bağlı olarak yükleme koluna asılan ağırlığın 20 katıdır (Denklem 5.1). Yorulma makinasının bağlantı ağzına yerleştirilen deney parçası çevresel 12 adet alien yardımı ile sıkılmış ve eksenden kaçıklıklar bir komprator yardımı ile ölçülerek giderilmiştir. Yüklemenin yapıldığı noktada izin verilen en yüksek eksenden kaçıklık $\pm 0,01$ mm 'dir. Yorulma deneylerinin yapıldığı cihazın görünümü ve deney parçasının cihaza bağlanması Şekil 5.7 'de verilmiştir.

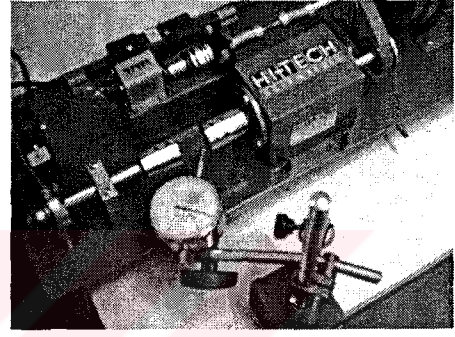
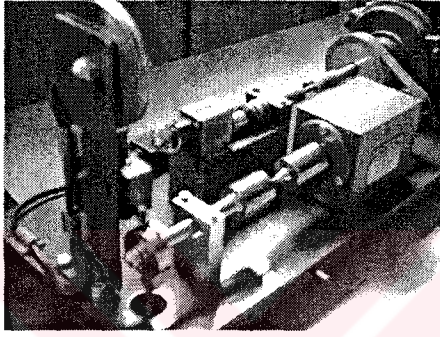
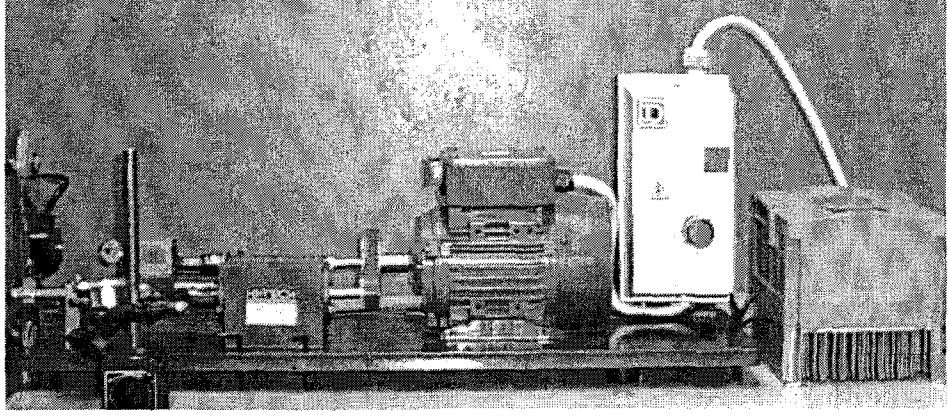
$$\sigma \text{ (N/mm}^2\text{)} = 32.P.L/\pi.d^3 = 32 . 125,7 . P / \pi . 4^3 = 20 P \text{ (N)} \quad (5.1)$$

Tablo 5.4. Yorulma cihazının karakteristik değerleri.

Model	HI-TECH HSM.19
Test hızı	5700 d/d
Yük kapasitesi	1 - 150 N
Kuvvet	20 - 3000 MPa



Şekil 5.6. Yorulma cihazında deney parçasının konumu ve yükleme durumu.



Şekil 5.7. Deneysel çalışmada kullanılan yorulma cihazının görünümü.

Yorulma dayanımı pek çok etkene bağlı olup, aynı gerilme değerinde elde edilen yorulma kırılması çevrim değerleri birbirinden farklılık gösterebilir. Bu nedenle, yorulma dayanımını belirlemek için yapılan deneysel çalışmalarda deney koşulları ve deney planlaması son derece önemlidir. Yorulma ömrü ile gerilme arasındaki ilişkinin belirlenmesine yönelik olarak yapılan istatistiksel çalışmalara ait standart uygulamaları içeren ASTM E 739-91 standardı, deneyin amacına bağlı olarak yorulma deneylerinde kullanılması gereken minimum deney parça sayısı ve uygulanması gereken gerilim sayısı ile ilgili olarak bazı zorunluluklar getirmektedir (Tablo 5.5). Gerilim sayısının belirlenmesi için tekrar sıklığı (% replication) adı verilen bir kavram kullanılmaktadır (Denklemler 5.2). Burada, %R tekrar sıklığı, l uygulanan gerilme sayısı ve k ise deneyde kullanılan toplam deney parça sayısıdır. Deneysel çalışmada, deney parça sayısının ve uygulanacak olan gerilim sayısının belirlenmesinde ASTM E 739-91 standardı dikkate alınmıştır.

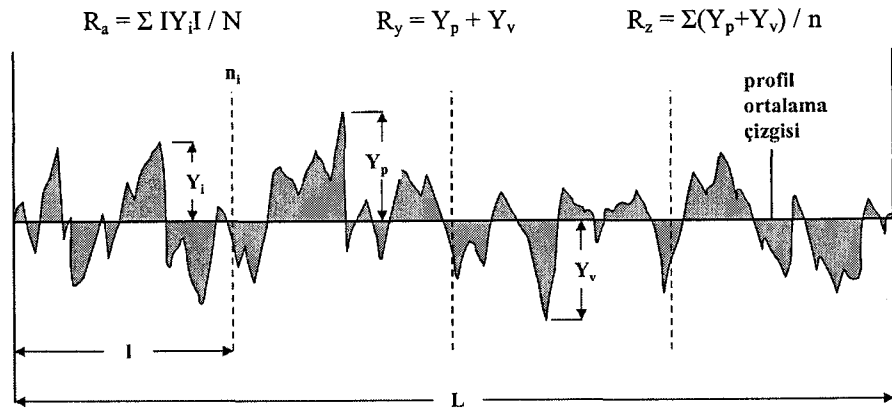
$$\%R = 100.[1-(l/k)] \quad (5.2)$$

Tablo 5.5. ASTM E 739-91 standardına göre yorulma deneylerinde kullanılması gereken deney parça sayısı ve tekrar sıklığı değerleri.

Deney türü	Minimum deney parça sayısı (k)	Tekrar Sıklığı (%R)
Deneyisel çalışmalar	6 – 12	17 – 33
Araştırma ve geliştirme çalışmaları	6 – 12	33 – 50
Tasarım çalışmaları	12 – 24	50 – 75
Dayanıklılık ve güvenilirlik çalışmaları	12 – 24	75 – 88

5.2.2. Yüzey pürüzlülük ölçümleri

Deney parçalarının gerek iyon nitürleme öncesi gerekse iyon nitürleme sonrası, yüzey pürüzlülük değerleri (R_a , R_y ve R_z) Mannesmann Boru Kalite Kontrol Labratuvarında, Mitutoya SJ-201P model yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı ile belirlenmiştir. Yüzey pürüzlülüğün ölçümünde kullanılan geometrik büyüklükler Şekil 5.8 'de verilmiştir. Burada, l ölçüm uzunluğunu (mm), n_i ölçüm tekrar sayısını, L toplam ölçüm uzunluğunu, Y_p en yüksek tepe noktasının uzunluğunu, Y_v en derin çukur noktasının uzunluğunu, Y_i tepe yüksekliği ve N ölçüm sahası içindeki toplam tepe sayısını ifade etmektedir. Yapılan ölçümler sırasında, ölçüm uzunluğu 0,25 mm, ölçüm tekrar sayısı 3 ve buna bağlı olarak toplam ölçüm uzunluğu 0,75 mm olarak seçilmiştir. Deney parçalarının cihaza bağlanması Şekil 5.9 'da gösterilmektedir.



Şekil 5.8. Yüzey pürüzlülüğü ölçümüne ait geometrik büyüklüklerin gösterimi.

5.2.3. Mikro sertlik dağılımının belirlenmesi

Yorulma ve çekme deney parçaları ile aynı nitrürleme işlem şarjına konulan disk deney parçaları yardımı ile mikro sertlik dağılımı belirlenmiştir. Sertlik ölçümleri öncesi, deney parçaları bakalite alınmıştır. Vickers sertlik ölçüm birimi kullanılmıştır. Sertlik ölçümleri, Mannesmann Boru Kalite Labratuvarında Future Tech/Japan model cihaz yardımı ile 200 gr 'lık yük uygulanarak yapılmıştır (Şekil 5.10). Yükün uygulama süresi 5 sn olarak seçilmiştir. Sertlik ölçümleri, beyaz tabakanın neden olabileceği yanılmayı gidermek amacıyla, yüzeyden 20 µm derinlikten başlayarak parçanın merkezine doğru belirli aralıklarla yapılmış ve ana malzeme sertliğinin elde edildiği noktada ölçümler sonlandırılmıştır. Mikrosertlik ölçümü yapılan her bir nokta için, yatay ekseninde üç farklı ölçüm yapılmış olup bunların aritmetik ortalamaları alınmıştır.



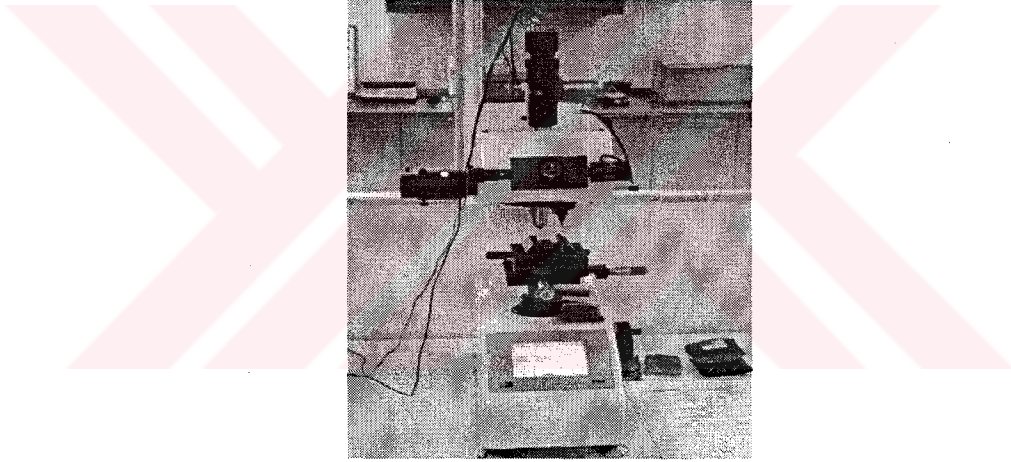
Şekil 5.9. Deney parçalarının yüzey pürüzlülük ölçümüne ait görüntüler.

5.2.4. Optik mikroskop alıřmaları

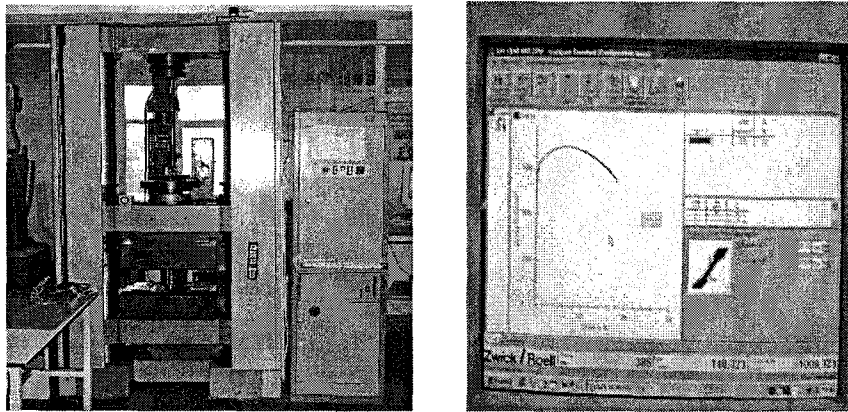
Farklı sıcaklık ve sürelerde uygulanan nitrürleme sonrası oluşan beyaz tabaka kalınlıklarının ölçümü, Mannesmann Boru End. T.A.ř 'de optik mikroskop yardımı ile yapılmıřtır. Bu amaçla, bakalite alınan disk deney paraları parlatma sonrası %3 'lük nital ile dađlanmıř ve mikroskopta görüntüleri alınmıřtır.

5.2.5. ekme deneyi

İyon nitrülenmemiř ve deđiřik sıcaklık ve sürelerde iyon nitrülenmiř deney paralarının ekme deneyleri Mannesmann Boru End. 'de 500 KN kapasiteli Zwick 1498TM tipi ekme cihazında 75 mm/dk ekme hızı ile yapılmıřtır (řekil 5.11).



řekil 5.10. Mikro sertlik cihazının görünümü.



řekil 5.11. ekme deney cihazının görünümü.

5.2.6. Tarama elektron mikroskobu (SEM) çalışması

Yorulma deneyi sonucunda oluşan kırık yüzeyinin genel görünümü, çatlak başlangıcı, çatlak ilerleme özelliklerinin incelenmesi ve çatlağa neden olan katışkı analizi, TÜBİTAK-MAM 'da tarama elektron mikroskobu yardımı ile yapılmıştır.

5.2.7. X-ışınları analizi

İyon nitrürleme işlem sıcaklık ve süresinin oluşan fazlara etkisini görebilmek amacı ile değişik koşullarda iyon nitrürlenmiş deney parçalarının X-ışınları ile analizi TÜBİTAK MAM 'da Shimadzu XRD-6000 cihaz ile Cu X-ışını tüpü ($\lambda=1,5405$ Angstrom) kullanılarak yapılmıştır.

5.3. Deney Sonuçları

CNC-torna tezgahında işlendikten sonra yüzey parlatma işlemi yapılan yorulma deney parçaları ile parlatma işlemi uygulanmayan deney parçalarının 30 'ar adetine ait yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri Tablo 5.6 'da verilmiştir. Disk şeklinde hazırlanmış olan deney parçalarının parlatma işlemi sonrası yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri Tablo 5.7 'de verilirken, 500 ve 540 °C 'de 2 ve 16 saat süre ile uygulanan iyon nitrürleme işlemi sonrası elde edilen yüzey pürüzlülük değerleri Tablo 5.8 ve 5.9 'da verilmiştir. İki farklı ön ısıl işlem koşuluna sahip (ıslah edilmiş ve ıslah edilmemiş) malzeme gruplarına ait disk deney parçalarından alınan 24 'er adet sertlik ölçüm değerleri Tablo 5.10 'da verilmiştir. Yine bu iki malzeme grubuna farklı sıcaklık ve sürelerde uygulanan iyon nitrürleme sonrası, elde edilen mikro sertlik dağılımları ise Tablo 5.11 ve 5.12 'de verilmiştir. İyon nitrürleme sonrası yüzeyde oluşan beyaz tabaka kalınlıklarına ait ölçüm sonuçları Tablo 5.13 'de verilmiştir. Her iki ön ısıl işlem grubuna ait, nitrürleme öncesi ve farklı koşullarda yapılan nitrürleme sonrası mekanik özelliklerdeki değişimleri görebilmek amacı ile yapılan çekme deneyine ait sonuçlar Tablo 5.14 'de, ilgili bazı çekme diyagramları ise Şekil 5.12 'de verilmiştir. Her bir koşul için yapılan yorulma deneylerinde, uygulanan gerilme ve bu gerilmeler sonucunda elde edilen çevrim değerleri Tablo 5.15 ile Tablo 5.32 arasında verilmiştir.

Tablo 5.6. Yorulma deney parçalarının iyon nitrürleme öncesi yüzey pürüzlülük değerleri (μm).

Ölçüm no	Parlatılmış deney parçaları			Parlatılmamış deney parçaları		
	R_a	$R_y=R_t$	R_z	R_a	$R_y=R_t$	R_z
1	0,30	2,14	1,75	0,71	3,52	3,09
2	0,25	1,65	1,11	1,03	5,00	4,34
3	0,35	2,89	1,66	0,78	4,87	4,25
4	0,21	1,12	1,08	1,00	4,69	4,59
5	0,20	1,16	1,00	0,93	5,18	4,66
6	0,27	1,59	1,05	1,00	5,10	4,43
7	0,16	1,05	0,88	0,92	4,53	4,15
8	0,22	1,18	1,15	0,84	4,04	3,89
9	0,18	1,14	1,01	1,00	4,49	4,25
10	0,37	2,67	1,72	0,99	5,53	5,44
11	0,20	0,82	0,78	1,00	4,76	4,28
12	0,21	0,90	0,77	0,81	4,48	4,24
13	0,18	0,92	0,79	1,25	7,49	6,38
14	0,31	3,43	1,75	1,24	7,93	5,85
15	0,37	1,94	1,65	1,13	5,00	4,49
16	0,20	1,21	1,04	1,24	6,53	5,78
17	0,28	1,12	0,93	0,78	4,42	4,10
18	0,38	2,50	1,90	0,76	4,24	3,79
19	0,19	0,87	0,80	0,75	4,22	3,55
20	0,26	2,28	1,25	0,79	4,98	3,98
21	0,21	1,86	0,99	1,17	5,34	4,93
22	0,31	3,43	1,54	0,89	4,56	4,26
23	0,19	0,91	0,82	1,30	5,91	5,69
24	0,29	2,80	1,30	0,92	4,96	4,59
25	0,21	0,87	0,82	1,11	5,85	5,30
26	0,15	0,89	0,76	0,65	4,23	3,16
27	0,21	0,93	0,84	1,34	6,76	5,98
28	0,31	3,40	1,63	0,81	4,56	3,88
29	0,22	0,92	0,81	0,99	5,09	4,57
30	0,20	0,82	0,81	0,72	3,87	3,46

Tablo 5.7. Parlatılmış disk deney parçalarının iyon nitürleme öncesi yüzey pürüzlülük değerleri (μm).

Ölçüm no	Ölçüm değeri (μm)		
	R_a	$R_y=R_t$	R_z
1	0,03	0,18	0,32
2	0,03	0,31	0,19
3	0,05	0,52	0,39
4	0,04	0,89	0,45
5	0,03	0,37	0,22
6	0,04	0,42	0,67
7	0,08	0,88	0,63
8	0,02	0,18	0,15
9	0,07	0,67	0,56
10	0,07	0,64	0,49

Tablo 5.8. Disk deney parçalarının 16 saat süre ile iyon nitürleme sonrası yüzey pürüzlülük değerleri (μm).

Ölçüm no	Nitrürleme sıcaklığı: 500 °C Nitrürleme süresi: 16 saat			Nitrürleme sıcaklığı: 540 °C Nitrürleme süresi: 16 saat		
	R_a	$R_y=R_t$	R_z	R_a	$R_y=R_t$	R_z
1	0,19	2,26	1,68	0,24	1,99	1,77
2	0,19	2,93	1,95	0,26	2,40	1,82
3	0,17	1,83	1,43	0,23	1,68	1,53
4	0,15	1,66	1,32	0,25	2,07	1,67
5	0,17	1,79	1,44	0,25	1,88	1,62
6	0,16	2,16	1,36	0,30	2,33	2,10
7	0,13	0,90	0,87	0,25	2,01	1,83
8	0,14	1,13	1,03	0,28	2,03	1,92
9	0,13	1,09	0,97	0,24	1,78	1,52
10	0,14	1,00	0,85	0,25	1,92	1,69

Tablo 5.9. Disk deney parçalarının 2 saat süre iel iyon nitrürleme sonrası yüzey pürüzlülük değerleri (μm).

Ölçüm no	Nitrürleme sıcaklığı: 500 °C Nitrürleme süresi: 2 saat			Nitrürleme sıcaklığı: 540 °C Nitrürleme süresi: 2 saat		
	R_a	$R_y=R_t$	R_z	R_a	$R_y=R_t$	R_z
1	0,12	1,49	0,98	0,13	1,04	0,92
2	0,11	0,89	0,74	0,11	0,89	0,89
3	0,12	1,02	0,88	0,10	1,27	0,89
4	0,10	0,89	0,82	0,10	0,80	0,74
5	0,11	0,79	0,73	0,14	1,21	1,03
6	0,12	0,95	0,76	0,14	1,49	1,33
7	0,10	0,95	0,84	0,10	0,94	0,84
8	0,13	1,50	1,19	0,09	0,77	0,67
9	0,11	1,50	1,00	0,10	1,37	1,09
10	0,11	1,06	1,01	0,10	1,62	1,16

Tablo 5.10. İyon nitrürleme öncesi malzemelerin sertlik değerleri ($\text{HV}_{0,2}$).

Islah edilmemiş deney parçaları				Islah edilmiş deney parçaları			
Ölçüm no	Ölçüm değeri ($\text{HV}_{0,2}$)	Ölçüm no	Ölçüm değeri ($\text{HV}_{0,2}$)	Ölçüm no	Ölçüm değeri ($\text{HV}_{0,2}$)	Ölçüm no	Ölçüm değeri ($\text{HV}_{0,2}$)
1	204	13	211	1	295	13	313
2	216	14	206	2	304	14	309
3	212	15	215	3	308	15	303
4	214	16	214	4	306	16	300
5	212	17	213	5	312	17	295
6	219	18	205	6	299	18	300
7	211	19	214	7	298	19	303
8	210	20	212	8	310	20	311
9	212	21	210	9	302	21	300
10	212	22	211	10	315	22	303
11	212	23	215	11	322	23	302
12	213	24	215	12	313	24	307

Tablo 5.11. İslah edilmemiş deney parçalarının iyon nitürleme sonrası sertlik ölçüm değerleri (HV_{0,2}).

Deney parçası	Ölçüm noktasının yüzeyden uzaklığı									
	20 µm	50 µm	100 µm	150 µm	200 µm	250 µm	300 µm	400 µm	500 µm	600 µm
Y.500.2	454	433	329	288	264	249	225	212	-	-
	444	384	335	310	271	245	222	212	-	-
	445	371	332	281	255	242	225	205	-	-
Y.500.4	460	381	286	276	268	230	214	224	-	-
	459	366	301	267	263	240	228	230	-	-
	448	376	304	281	275	266	236	220	-	-
Y.500.8	442	411	347	280	258	251	239	222	-	-
	452	416	327	291	265	255	239	225	-	-
	448	391	330	289	257	256	237	225	-	-
Y.500.16	445	402	340	294	276	238	250	226	-	-
	455	429	366	340	324	272	258	236	-	-
	442	433	385	340	303	268	250	234	-	-
Y.520.4	469	414	350	314	273	248	235	217	-	-
	452	441	364	310	270	247	240	216	-	-
	478	417	341	301	268	235	226	211	-	-
Y.540.2	477	435	389	324	275	244	234	219	-	-
	478	440	404	330	277	253	231	211	-	-
	466	453	403	331	267	252	224	216	-	-
Y.540.4	490	410	390	341	270	255	253	244	-	-
	518	440	361	320	285	259	247	230	-	-
	515	455	389	305	279	260	235	210	-	-
Y.540.8	540	412	361	317	290	281	255	242	220	-
	528	391	347	326	290	264	267	238	224	-
	548	464	361	297	268	243	235	220	215	-
Y.540.16	478	445	402	374	338	302	265	244	243	226
	466	423	397	358	321	300	258	243	227	222
	473	440	389	353	331	293	247	236	229	216

Tablo 5.12. Islah edilmiş deney parçalarının iyon nitrürleme sonrası sertlik ölçüm değerleri (HV_{0,2}).

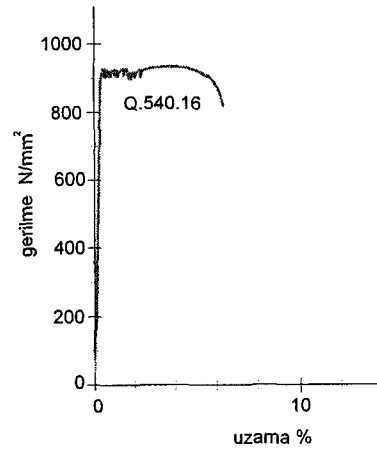
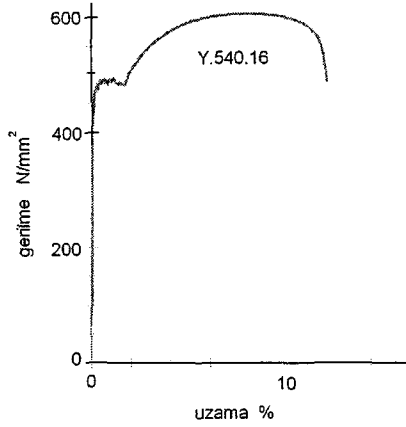
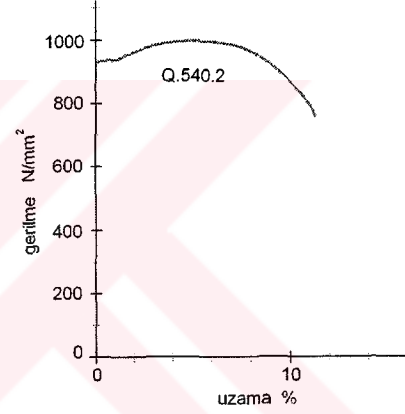
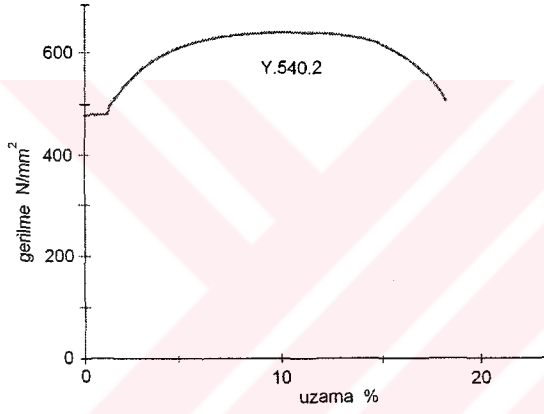
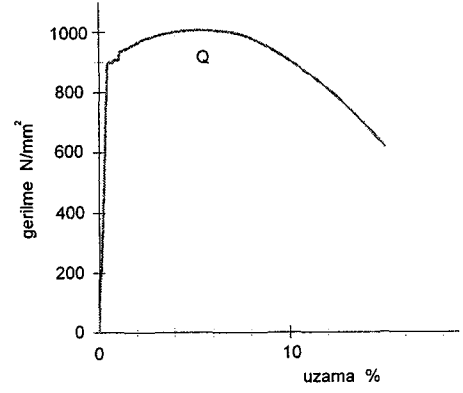
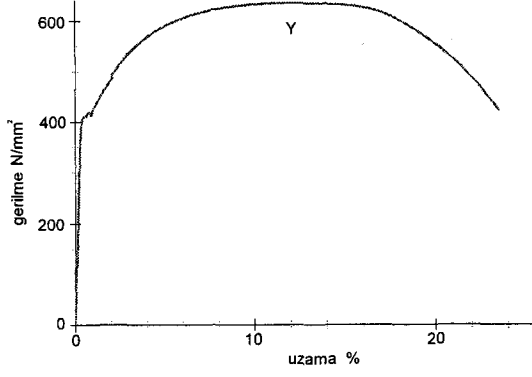
Deney parçası	Ölçüm noktasının yüzeyden uzaklığı									
	20 μm	50 μm	100 μm	150 μm	200 μm	250 μm	300 μm	400 μm	500 μm	600 μm
Q.500.2	504	501	418	370	359	351	327	330	306	-
	517	448	415	379	356	351	335	326	314	-
	508	473	402	376	351	340	324	313	310	-
Q.500.4	518	503	447	438	375	337	341	326	314	-
	522	490	456	426	367	341	340	317	316	-
	537	499	461	414	363	356	328	324	315	-
Q.500.8	648	591	508	431	369	359	346	329	319	-
	624	568	478	427	378	369	359	337	322	-
	630	566	461	416	368	348	346	317	324	-
Q.500.16	593	549	505	454	410	372	367	355	324	-
	601	539	501	464	405	366	358	348	328	-
	634	547	506	449	414	374	364	341	342	-
Q.520.4	548	492	455	445	411	363	343	348	328	-
	543	482	486	436	388	359	334	331	328	-
	520	523	481	430	403	378	366	322	314	-
Q.540.2	563	524	484	392	388	357	343	316	315	-
	558	511	459	416	385	362	335	319	309	-
	538	529	449	433	371	368	342	310	305	-
Q.540.4	555	536	481	432	399	370	348	345	314	-
	582	550	487	438	400	382	350	330	324	-
	603	560	495	450	389	373	361	348	319	-
Q.540.8	593	587	491	476	418	392	363	355	324	-
	621	559	500	472	419	398	369	345	325	-
	617	582	514	461	430	372	370	342	324	-
Q.540.16	547	502	451	418	410	394	367	359	333	324
	562	482	442	417	402	383	387	357	343	325
	538	492	449	419	414	376	388	361	340	325

Tablo 5.13. Beyaz tabaka kalınlık deęerleri (μm).

Deney parçası	Beyaz tabaka kalınlığı (μm)	Deney parçası	Beyaz tabaka kalınlığı (μm)
Q.500.2	2,62	Q.540.2	4,80
Q.500.4	3,07	Q.540.4	5,42
Q.500.8	4,03	Q.540.8	6,95
Q.500.16	4,88	Q.540.16	8,80
Q.520.4	3,95		

Tablo 5.14. Çekme deney sonuçları.

Deney parçası	$R_{p0,2}$ (N/mm^2)	R_m (N/mm^2)	A (%)
Y	412	636	23
Y.500.2	462	647	19
Y.500.4	478	642	19
Y.500.8	470	633	17
Y.500.16	471	646	17
Y.520.4	475	633	16
Y.540.2	466	639	19
Y.540.4	472	635	18
Y.540.8	481	629	16
Y.540.16	482	607	12
Q	901	1008	14
Q.500.2	914	1003	11
Q.500.4	910	982	8
Q.500.8	931	987	9
Q500.16	940	1001	11
Q.540.2	920	995	12
Q.540.4	922	980	10
Q.540.8	927	979	8
Q.540.16	916	934	6



Şekil 5.12. Çekme diyagramlarından örnekler.

Tablo 5.15. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (QT).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
QT.1	450	1164000	QT.8	560	168100
QT.2	500	672000	QT.9	560	192300
QT.3	500	486500	QT.10	580	119900
QT.4	540	250900	QT.11	580	176300
QT.5	540	218900	QT.12	600	120600
QT.6	540	199300	QT.13	620	72100
QT.7	540	194500	QT.14	640	65200

Tablo 5.16. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Y.1	340	2596000	Y.8	410	66300
Y.2	360	1166000	Y.9	420	48400
Y.3	360	718200	Y.10	420	38200
Y.4	360	453200	Y.11	430	56000
Y.5	380	142200	Y.12	430	56000
Y.6	380	176800	Y.13	430	57600
Y.7	400	95000	Y.14	440	32500

Tablo 5.17. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Q.1	530	2296000	Q.8	580	272100
Q.2	540	1210000	Q.9	580	312800
Q.3	540	624000	Q.10	600	143000
Q.4	550	365000	Q.11	600	135700
Q.5	550	365000	Q.12	620	81000
Q.6	560	498000	Q.13	620	86900
Q.7	560	303500	Q.14	630	59300

Tablo 5.18. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.500.2).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Q.500.2.1	820	1761000	Q.500.2.8	900	166900
Q.500.2.2	820	1200000	Q.500.2.9	900	134900
Q.500.2.3	850	385500	Q.500.2.10	900	101000
Q.500.2.4	850	497200	Q.500.2.11	950	52700
Q.500.2.5	880	233200	Q.500.2.12	950	88600
Q.500.2.6	880	339000	Q.500.2.13	1000	19000
Q.500.2.7	880	142800	Q.500.2.14	1000	21000

Tablo 5.19. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y.500.4).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Y.500.4.1	540	1318000	Y.500.4.8	600	108300
Y.500.4.2	580	549400	Y.500.4.9	620	148500
Y.500.4.3	580	437100	Y.500.4.10	640	41500
Y.500.4.4	580	391100	Y.500.4.11	640	14600
Y.500.4.5	600	108300	Y.500.4.12	650	17100
Y.500.4.6	600	88300	Y.500.4.13	650	11400
Y.500.4.7	600	205000	Y.500.4.14		

Tablo 5.20. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.500.4).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Q.500.4.1	850	923000	Q.500.4.8	950	69200
Q.500.4.2	850	1694000	Q.500.4.9	950	45200
Q.500.4.3	850	543600	Q.500.4.10	950	89200
Q.500.4.4	850	634300	Q.500.4.11	1000	41600
Q.500.4.5	900	200700	Q.500.4.12	1000	39800
Q.500.4.6	900	168400			
Q.500.4.7	900	272500			

Tablo 5.21. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (QT.500.8).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
QT.500.8.1	850	1310000	QT.500.8.8	1000	161900
QT.500.8.2	870	508100	QT.500.8.9	1000	144400
QT.500.8.3	900	507600	QT.500.8.10	1000	101200
QT.500.8.4	900	309100	QT.500.8.11	1020	39400
QT.500.8.5	950	135600	QT.500.8.12	1020	69800
QT.500.8.6	950	228700	QT.500.8.13	1100	14500
QT.500.8.7	950	249200	QT.500.8.14	1100	18300

Tablo 5.22. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.500.8).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Q.500.8.1	900	1430000	Q.500.8.8	1000	198600
Q.500.8.2	900	1653000	Q.500.8.9	1000	227600
Q.500.8.3	900	984800	Q.500.8.10	1050	75200
Q.500.8.4	950	286500	Q.500.8.11	1050	113700
Q.500.8.5	950	518900	Q.500.8.12	1050	125800
Q.500.8.6	950	378000	Q.500.8.13	1100	18700
Q.500.8.7	950	447400	Q.500.8.14	1150	12500

Tablo 5.23. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y.500.16).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Y.500.16.1	620	1410000	Y.500.16.8	700	477700
Y.500.16.2	650	1430000	Y.500.16.9	730	32500
Y.500.16.3	650	2200000	Y.500.16.10	730	94500
Y.500.16.4	680	285700	Y.500.16.11	750	87200
Y.500.16.5	680	714000	Y.500.16.12	750	88700
Y.500.16.6	700	203700	Y.500.16.13	760	31200
Y.500.16.7	700	602900	Y.500.16.14	760	25750

Tablo 5.24. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.500.16).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Q.500.16.1	900	1607500	Q.500.16.8	1000	222500
Q.500.16.2	900	1521000	Q.500.16.9	1000	537800
Q.500.16.3	900	1495000	Q.500.16.10	1050	144100
Q.500.16.4	900	1589600	Q.500.16.11	1050	178400
Q.500.16.5	950	522200	Q.500.16.12	1050	186900
Q.500.16.6	950	487700	Q.500.16.13	1100	31900
Q.500.16.7	950	519900	Q.500.16.14	1100	42300

Tablo 5.25. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y.520.4).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Y.520.4.1	620	1690000	Y.520.4.8	660	186100
Y.520.4.2	620	1431000	Y.520.4.9	680	54700
Y.520.4.3	620	587700	Y.520.4.10	680	46500
Y.520.4.4	640	348300	Y.520.4.11	700	10080
Y.520.4.5	640	436000	Y.520.4.12	700	20000
Y.520.4.6	650	287700			
Y.520.4.7	660	95800			

Tablo 5.26. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.520.4).

Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneý parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Q.520.4.1	900	759600	Q.520.4.8	980	284800
Q.520.4.2	900	1330200	Q.520.4.9	1000	228600
Q.520.4.3	920	574300	Q.520.4.10	1000	98700
Q.520.4.4	950	388100	Q.520.4.11	1040	80000
Q.520.4.5	950	313300	Q.520.4.12	1040	52700
Q.520.4.6	950	439200	Q.520.4.13	1040	69000
Q.520.4.7	980	263400			

Tablo 5.27. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.540.2).

Deneş parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneş parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Q.540.2.1	850	385500	Q.540.2.8	900	134900
Q.540.2.2	850	1300000	Q.540.2.9	900	101000
Q.540.2.3	850	1150000	Q.540.2.10	950	52700
Q.540.2.4	880	233200	Q.540.2.11	950	88600
Q.540.2.5	880	339000	Q.540.2.12	1000	19000
Q.540.2.6	880	142800	Q.540.2.13	1000	20800
Q.540.2.7	900	166900			

Tablo 5.28. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y.540.4).

Deneş parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneş parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Y.540.4.1	630	1066200	Y.540.4.8	660	51500
Y.540.4.2	640	1521000	Y.540.4.9	660	232600
Y.540.4.6	640	825300	Y.540.4.10	680	71900
Y.540.4.4	640	694100	Y.540.4.11	680	23700
Y.540.4.5	640	411300	Y.540.4.12	680	18400
Y.540.4.6	650	170900	Y.540.4.13	690	24300
Y.540.4.7	650	286500	Y.540.4.14	690	11300

Tablo 5.29. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.540.4).

Deneş parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deneş parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Q.540.4.1	920	1487000	Q.540.4.8	1000	47600
Q.540.4.2	920	1030100	Q.540.4.9	1000	36800
Q.540.4.3	950	862400	Q.540.4.10	1000	94200
Q.540.4.4	950	408000	Q.540.4.11	1050	19400
Q.540.4.5	980	57700	Q.540.4.12	1050	31400
Q.540.4.6	980	64200			
Q.540.4.7	980	217000			

Tablo 5.30. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.540.8).

Deney parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deney parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Q.540.8.1	920	1640000	Q.540.8.8	1050	200900
Q.540.8.2	950	445200	Q.540.8.9	1050	175200
Q.540.8.3	950	752900	Q.540.8.10	1050	190400
Q.540.8.4	1000	903100	Q.540.8.11	1100	22000
Q.540.8.5	1000	751800	Q.540.8.12	1100	47600
Q.540.8.6	1050	214900	Q.540.8.13	1150	17400
Q.540.8.7	1050	100700	Q.540.8.14	1150	14500

Tablo 5.31. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Y.540.16).

Deney parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deney parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Y.540.16.1	730	1235000	Y.540.16.8	800	48600
Y.540.16.2	760	552000	Y.540.16.9	800	32300
Y.540.16.3	760	462300	Y.540.16.10	800	31500
Y.540.16.4	760	372600	Y.540.16.11	820	38200
Y.540.16.5	780	104100	Y.540.16.12	820	41800
Y.540.16.6	780	281000	Y.540.16.13	850	16300
Y.540.16.7	800	182900	Y.540.16.14	850	16100

Tablo 5.32. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (Q.540.16).

Deney parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deney parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
Q.540.16.1	1000	1144000	Q.540.16.8	1100	299900
Q.540.16.2	1000	1078000	Q.540.16.9	1150	81600
Q.540.16.3	1070	354600	Q.540.16.10	1150	158100
Q.540.16.4	1070	441000	Q.540.16.11	1150	137500
Q.540.16.5	1100	161600	Q.540.16.12	1200	45600
Q.540.16.6	1100	187200	Q.540.16.13	1200	63500
Q.540.16.7	1100	245600	Q.540.16.14	1250	14000

BÖLÜM 6. DENEY SONUÇLARININ İRDELENMESİ

6.1. Yorulma Dayanım Değerlerinin Belirlenmesi

Yorulma deneyleri, bir malzemenin belirli bir tekrar sayısı için güvenle dayanabileceği gerilmenin, yani yorulma dayanımının belirlenmesi amacı ile yapılır. Yorulma dayanımı, sonsuz sayıda tekrarlanmasına rağmen kırılmaya neden olmayan en yüksek gerilme değeri olup, S-N eğrisinin eğim açısının düzleşmeye başladığı gerilmeye karşılık gelen değerdir. Bu değer altındaki gerilmelerin uygulanması durumunda belirlenen yorulma ömrü süresince herhangi bir yorulma kırılması meydana gelmez. Demir esaslı malzemelerde yorulma dayanımı genellikle 10^6 - 10^7 çevrim sayısının elde edildiği gerilme değerine karşılık gelir. Bu nedenle, pek çok mühendislik uygulamasında deney sürelerinin kısaltılması için yorulma dayanımı 10^6 çevrim sayısına karşılık gelen gerilme olarak tanımlanmaktadır. Nitrürlenmiş malzemelerde, uygulanan gerilme sonucunda oluşan yorulma kırılmasının hangi çevrimde elde edildiği, kırılmanın oluşum mekanizması açısından oldukça önemlidir. Kırılmanın elde edildiği çevrim, 5×10^3 'den küçük ise kırılma nitrür tabakasında, 10^4 - 5×10^5 arasında ise kırılma yüzey altında ve pek çok noktada, 10^6 'dan büyük ise kırılma yüzey altında tek bir noktadan gerçekleşir. İyon nitrürleme sonrası, malzemenin yorulma dayanımı yüksek çevrimli yorulma bölgesinde, nitrürlenmemiş malzemeye göre belirgin bir şekilde artarken, düşük çevrimli yorulma bölgesinde azalma göstermektedir. Bu farklılığın nedeni, yorulma dayanımında artışın gözlemlendiği yüksek çevrimli yorulma bölgesinde, kırılmanın yüzey altından başlamasıdır. Bu nedenle, yüzey sertleştirme yöntemlerinin söz konusu olduğu uygulamalarda, yorulma dayanımı yüksek çevrimli yorulma bölgesi için belirlenir.

61.1. Yorulma dayanım değerinin hesaplama yöntemi

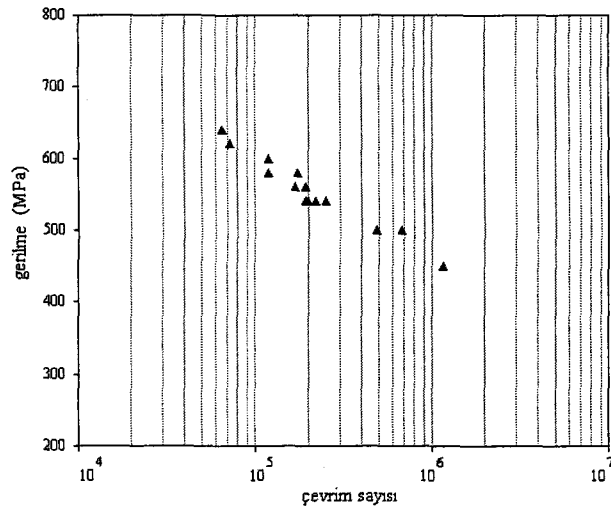
Bu çalışmada, yorulma ömrü ile gerilme arasındaki ilişkinin belirlenmesine yönelik olarak yapılan istatistikî analizler ASTM E 739-91 standardına göre yapılmış olup, örnek bir hesaplama verilmiştir.

Yorulma deneylerinde, deney parçalarına değişik gerilme değerlerinde yorulma uygulanarak, deney parçalarının kırılması sağlanır ve her bir gerilme için kırılmadan önce geçen çevrim sayısı belirlenir. Daha sonra, deney sonuçları gerilme-çevrim sayısı diyagramına aktarılır. S-N diyagramında genel bir yaklaşım olarak S düşey ekseninde, N ise yatay ekseninde bulunur. Uygulanan yükteki küçük bir değişim, elde edilen çevrim sayısında büyük farklılıklara neden olduğundan yatay ekseninde gösterilen çevrim sayısının logaritmik olarak verilmesi daha uygundur.

Tablo 6.1 'de ıslah edilmiş ve yüzeyi parlatılmamış (QT) deney parçaları ile yapılan yorulma deneyinin sonuçları, Şekil 6.1 'de ise bu sonuçların gerilme-çevrim sayısı diyagramına aktarılmış durumu görülmektedir.

Tablo 6.1. Yorulma deneyine ait gerilme ve çevrim değerleri (QT).

Deney parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı	Deney parça no	Gerilme (Mpa)	Çevrim sayısı
1	450	1164000	8	560	168100
2	500	672000	9	560	192300
3	500	486500	10	580	119900
4	540	250900	11	580	176300
5	540	218900	12	600	120600
6	540	199300	13	620	72100
7	540	174500	14	640	65200



Şekil 6.1. Yorulma deney sonuçlarının S-N diyagramına aktarılması (QT).

Yorulma dayanımının deneysel veriler sonucunda belirlenmesi, gerilme ile çevrim sayısı arasındaki ilişkinin çıkarılması esasına dayanır. Bu ilişki, genel olarak linearize edilmiş bir denklem yardımı ile ifade edilir (Denklem 6.1 ve 6.2). Burada, S kontrol edilen değişken yani, seçilen gerilme değeridir. N ise seçilmiş olan gerilme değerine bağlı olarak deneysel çalışma sonucunda elde edilen çevrim sayısı yani yorulma dayanımıdır. Denklem 6.1 ve 6.2 daha genel bir yaklaşımla, Denklem 6.3 'de ki gibi ifade edilebilir. Gerilme ile çevrim sayısı arasındaki ilişkiyi ifade eden Denklem 6.3 'de ki A ve B katsayılarının belirlenmesi ise Denklem 6.4 ve Denklem 6.5 'e göre yapılır. Burada, “ ^ ” indisi hesaplanacak olan değeri, “ - ” indisi ortalama değeri, k ise deneyde kullanılan toplam deney parça sayısını ifade etmektedir (Denklem 6.6 ve Denklem 6.9). Tüm bu denklemlerden yararlanılarak, Tablo 6.1 'de verilmiş olan değerler için, A=28,42560 ve B=-8,42772 olarak hesaplanır. A ve B katsayılarının belirlenmesi için gerekli olan diğer hesaplamalar Tablo 6.2 'de verilmiştir.

$$\log N = A + B (S) \quad (6.1)$$

$$\log N = A + B (\log S) \quad (6.2)$$

$$Y = A + B (X) \quad (6.3)$$

$$\hat{A} = \bar{Y} - \hat{B} (\bar{X}) \quad (6.4)$$

$$\hat{B} = \frac{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X}) \cdot (Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})^2} \quad (6.5)$$

$$Y_i = \log N_i \quad (6.6)$$

$$X_i = \log S_i \quad (6.7)$$

$$\bar{Y} = \sum_{i=1}^k Y_i / k \quad (6.8)$$

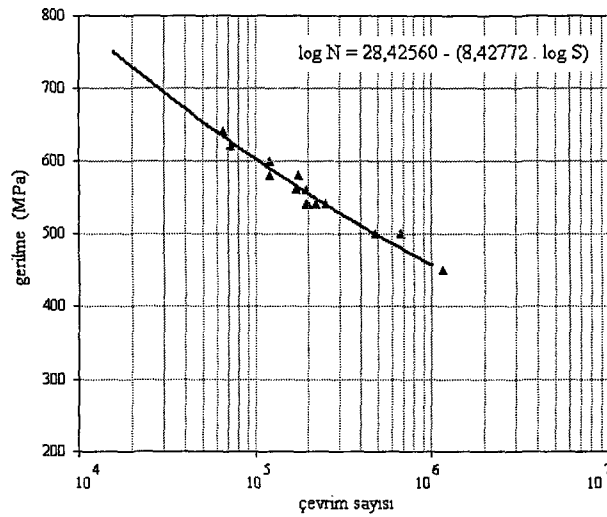
$$\bar{X} = \sum_{i=1}^k X_i / k \quad (6.9)$$

Tablo 6.2. S-N denkleminin elde edilebilmesi için hesaplanan değerler (QT).

k	S	N	X_i	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$	Y_i	$Y_i - \bar{Y}$	$(X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})$
1	450	1164000	2,65321	-0,08826	0,00779	6,06595	0,74812	-0,06603
2	500	672000	2,69897	-0,04251	0,00181	5,82737	0,50954	-0,02166
3	500	486500	2,69897	-0,04251	0,00181	5,68708	0,36925	-0,01570
4	540	250900	2,73239	-0,00908	0,00008	5,39950	0,08167	-0,00074
5	540	218900	2,73239	-0,00908	0,00008	5,34025	0,02242	-0,00020
6	540	199300	2,73239	-0,00908	0,00008	5,29951	-0,01832	0,00017
7	540	174500	2,73239	-0,00908	0,00008	5,24180	-0,07603	0,00069
8	560	168100	2,74819	0,00671	0,00005	5,22557	-0,09226	-0,00062
9	560	192300	2,74819	0,00671	0,00005	5,28398	-0,03385	-0,00023
10	580	119900	2,76343	0,02195	0,00048	5,07882	-0,23901	-0,00525
11	580	176300	2,76343	0,02195	0,00048	5,24625	-0,07158	-0,00157
12	600	120600	2,77815	0,03667	0,00134	5,08135	-0,23648	-0,00867
13	620	72100	2,79234	0,05091	0,00259	4,85794	-0,45989	-0,02342
14	640	65200	2,80618	0,06470	0,00419	4,81425	-0,50358	-0,03258

Hesaplanan bu A ve B değerlerinin Denklem 6.3 'de yerine konularak gerilme ile çevrim arasındaki ilişkiyi ifade eden bağıntı elde edilir (Denklem 6.10). Yorulma deneyinde diğer deneylere göre, daha geniş dağılımlarla karşılaşılır. Bu nedenle, güvenilir bir eğri elde etmek için istatistiki değerlendirme yapılarak, sonuçların dağılıma bandı (güvenirlik bandı) içine girmesi sağlanır.

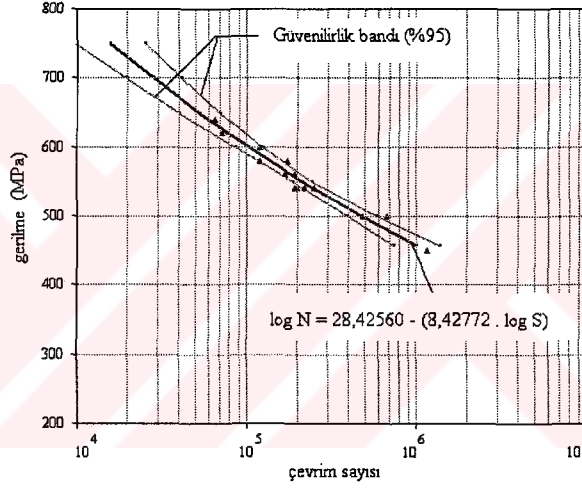
$$\log N = 28,42560 - (8,42772 \cdot \log S) \quad (6.10)$$



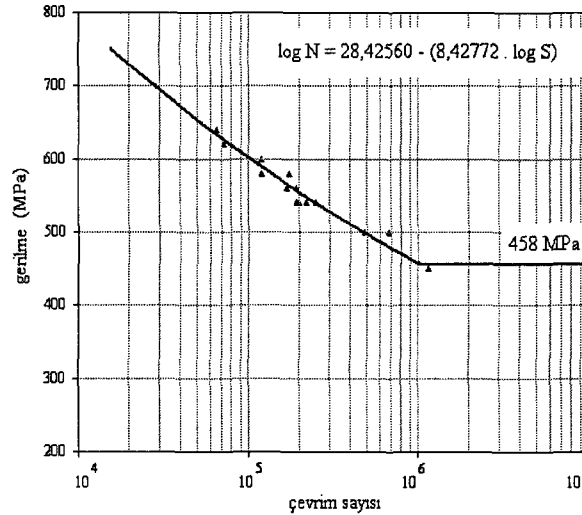
Şekil 6.2. QT yorulma deney parçasına ait S-N eğrisi.

Denklem 6.11 yardımı ile oluşturulan ve hiperbolik karaktere sahip güvenilirlik bandı, deneylerde kullanılan tüm X değerleri için oluşturulan $Y=A+B(X)$ doğrusunu kapsamalıdır. Tablo 6.1 'de ki değerler için elde edilen %95 'lik güvenilirlik bandı Şekil 6.3 'de verilmiştir. Son adımda ise, Denklem 6.10 yardımı ile 10^6 çevrimi veren gerilme değeri belirlenir ve elde edilen bu değer malzemenin yorulma dayanım değeri olarak kabul edilir (Şekil 6.4).

$$Y = \hat{A} + \hat{B}(X) \pm (2.F_p)^{1/2} \cdot \sigma \cdot \left[\frac{1}{k} + \frac{(X_i - \bar{X})}{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})^2} \right]^{1/2} \quad (6.11)$$



Şekil 6.3. Güvenilirlik bandının oluşturulması (QT).



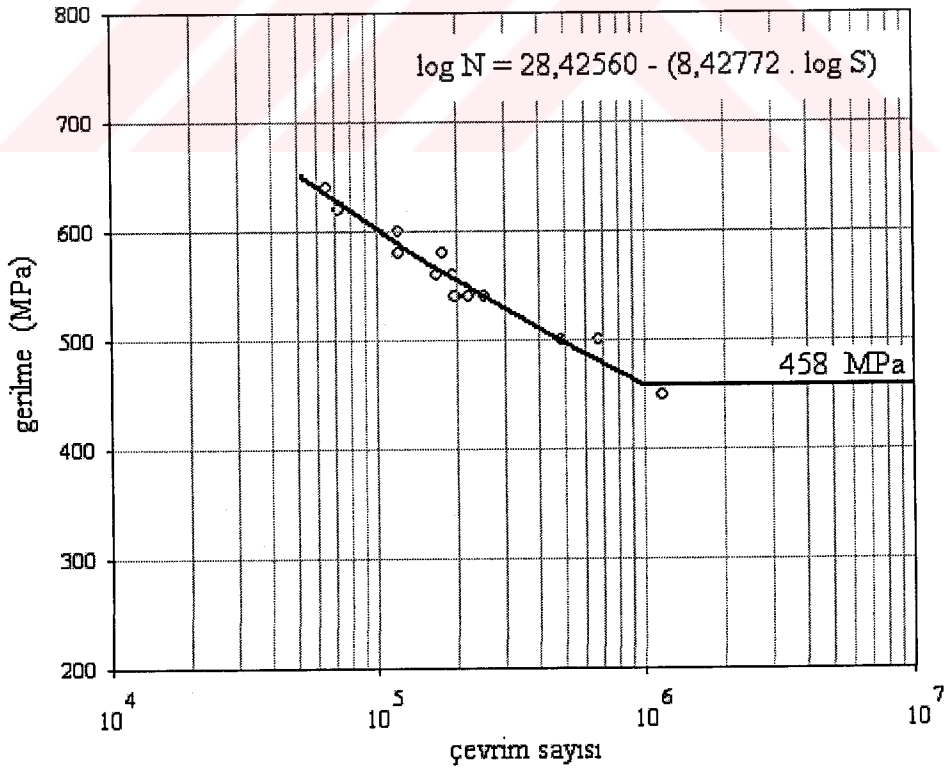
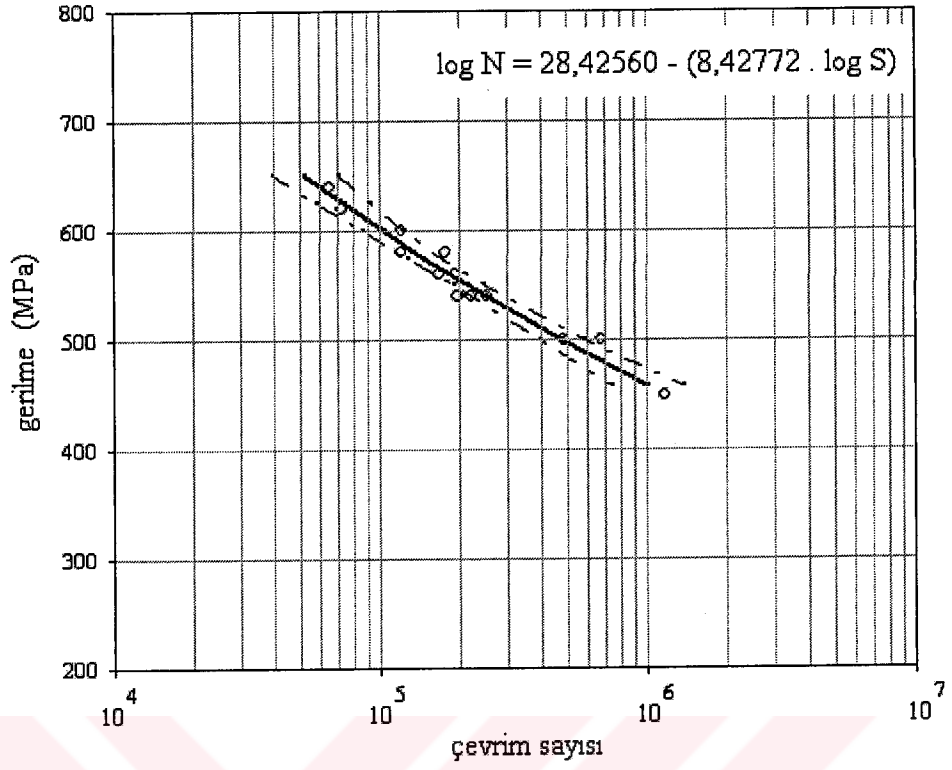
Şekil 6.4. S-N diyagramının oluşturulması (QT).

6.1.2. Tüm koşullar için yorulma dayanım değerlerinin belirlenmesi

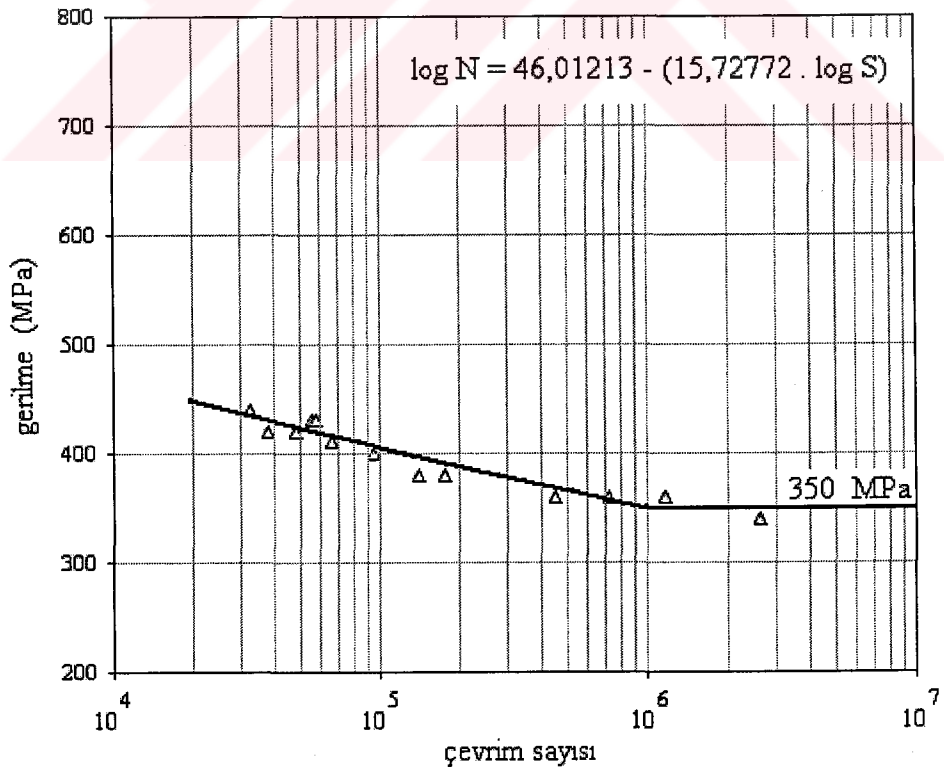
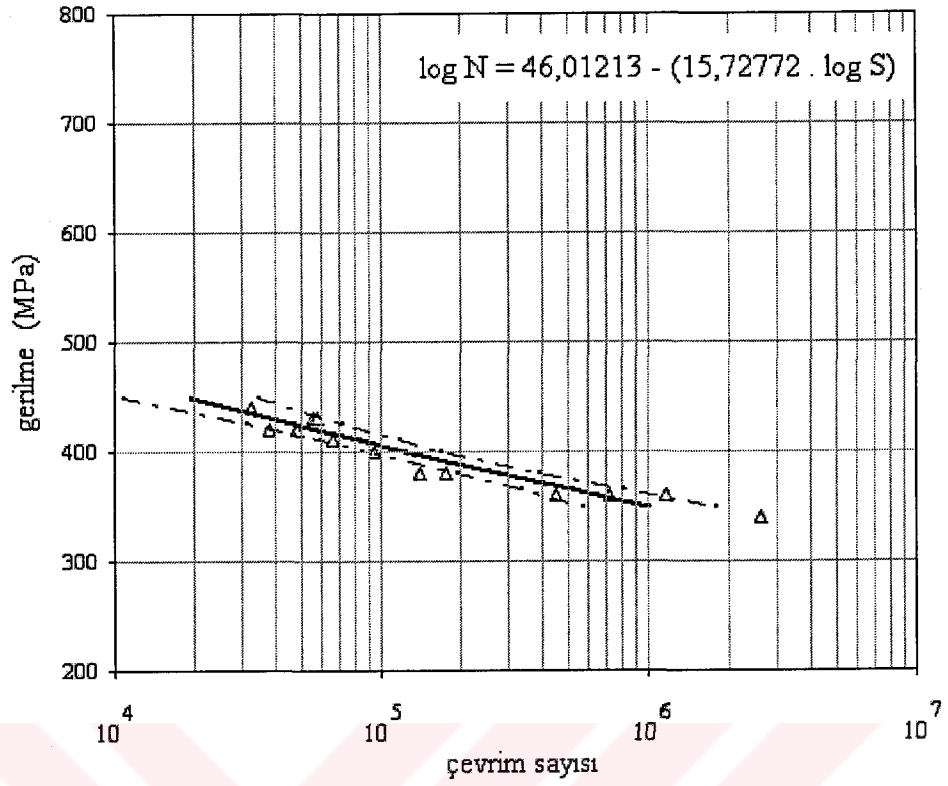
Bölüm 6.1.1 'de verilen hesaplama yöntemine uygun olarak, Bölüm 5 'de Tablo 5.15 ile Tablo 5.32 arasında verilmiş olan gerilme ve çevrim değerlerine göre tüm koşullar için yorulma dayanım değeri ayrı ayrı hesaplanmış olup, elde edilen değerler Tablo 6.3 'de verilmiştir. Her bir koşula ait olan %95 'lik güvenilirlik bandı ile S-N eğrileri Şekil 6.5 ile Şekil 6.22 arasında verilmiştir.

Tablo 6.3. Tüm yorulma deney koşullarına ait S-N denklemi ve %95 'lik güvenilirlik için yorulma dayanım aralığı ile 10^6 çevrim için yorulma dayanım değerleri.

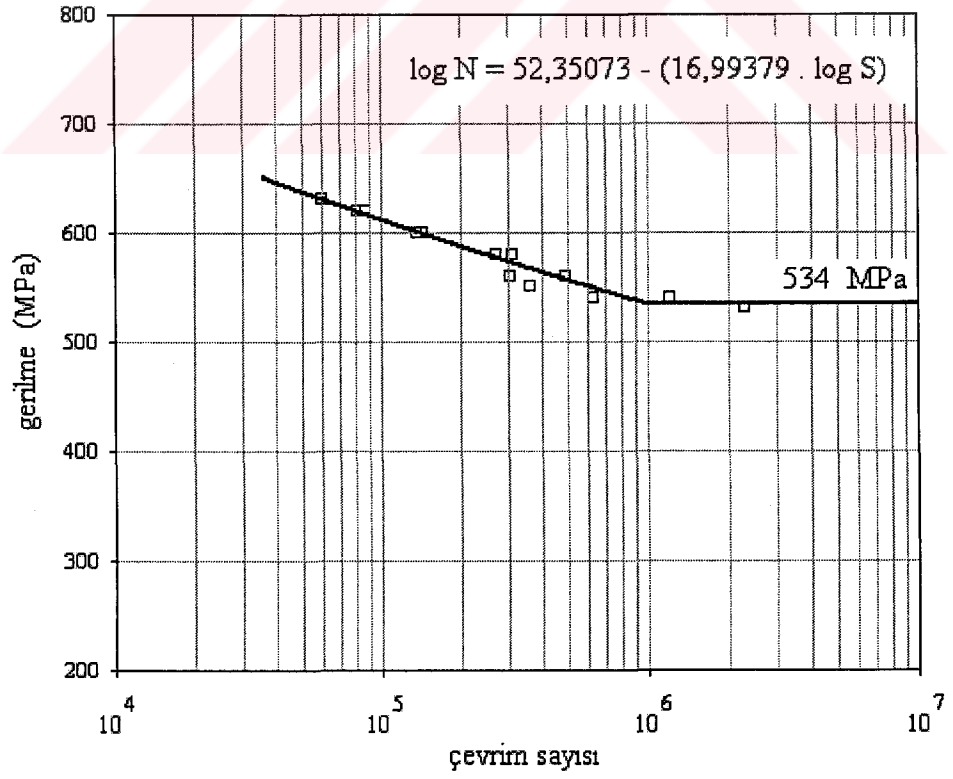
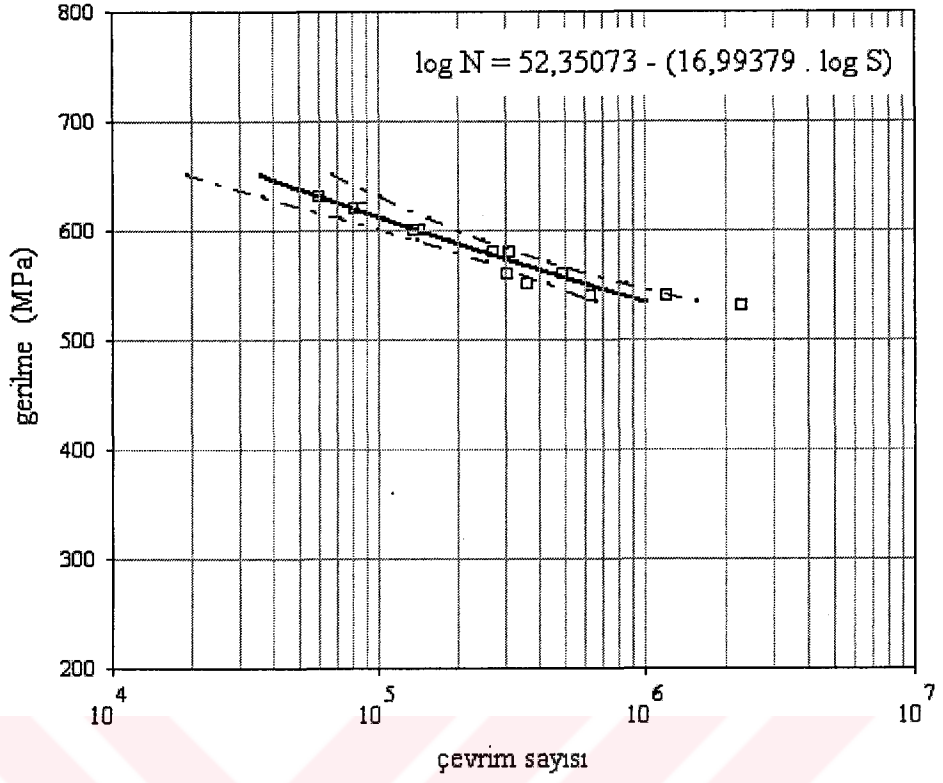
Deney parçası	Tekrar sıklığı %R	S-N eğrisinin denklemi	Yorulma dayanımı (MPa)	Yorulma dayanımı aralığı (MPa)
QT	43	$\log N = 28,42560 - (8,42772 \cdot \log S)$	458	439 - 473
Y	43	$\log N = 46,01213 - (15,72772 \cdot \log S)$	350	335 - 361
Q	43	$\log N = 52,35073 - (16,99379 \cdot \log S)$	534	517 - 546
Q-500-2	57	$\log N = 64,87321 - (20,19778 \cdot \log S)$	822	802 - 837
Y-500-4	54	$\log N = 76,82088 - (25,79802 \cdot \log S)$	556	536 - 569
Q-500-4	67	$\log N = 64,22978 - (19,91905 \cdot \log S)$	838	807 - 858
QT-500-8	50	$\log N = 51,12692 - (15,39246 \cdot \log S)$	855	820 - 879
Q-500-8	57	$\log N = 60,37357 - (18,36958 \cdot \log S)$	912	892 - 928
Y-500-16	50	$\log N = 66,72464 - (21,55558 \cdot \log S)$	656	627 - 674
Q-500-16	64	$\log N = 55,03044 - (16,53242 \cdot \log S)$	924	902 - 941
Y-520-4	50	$\log N = 105,18818 - (35,49170 \cdot \log S)$	623	614 - 630
Q-520-4	54	$\log N = 60,72952 - (18,51893 \cdot \log S)$	902	879 - 918
Q-540-2	62	$\log N = 68,61950 - (21,45213 \cdot \log S)$	830	794 - 851
Y-540-4	57	$\log N = 144,09591 - (49,28663 \cdot \log S)$	634	622 - 641
Q-540-4	59	$\log N = 100,91624 - (32,01631 \cdot \log S)$	922	883 - 942
Q-540-8	57	$\log N = 68,38907 - (20,94021 \cdot \log S)$	954	913 - 979
Y-540-16	57	$\log N = 92,49864 - (30,17747 \cdot \log S)$	735	708 - 751
Q-540-16	50	$\log N = 64,54446 - (19,44699 \cdot \log S)$	1024	995 - 1045



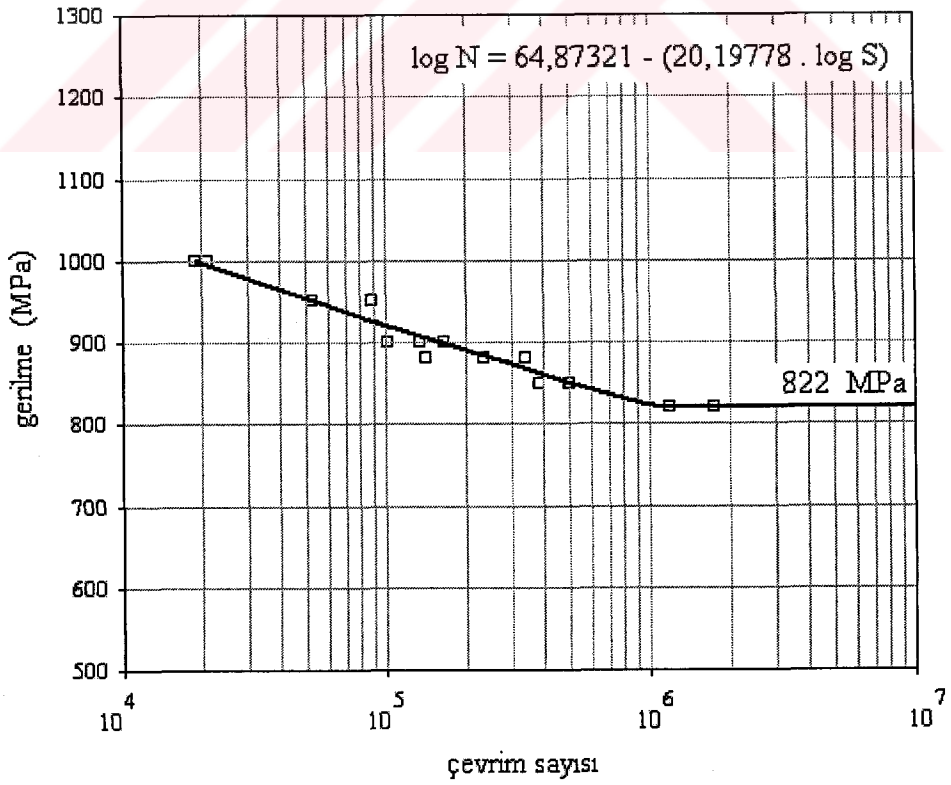
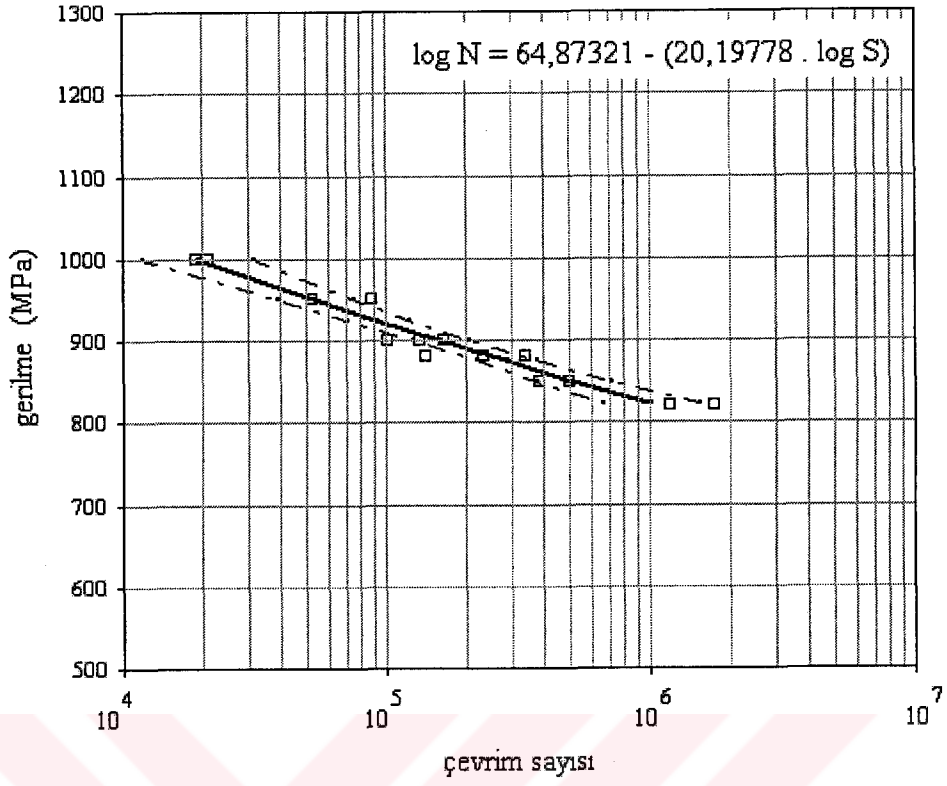
Şekil 6.5. QT deney parçasına ait S-N eğrisi.



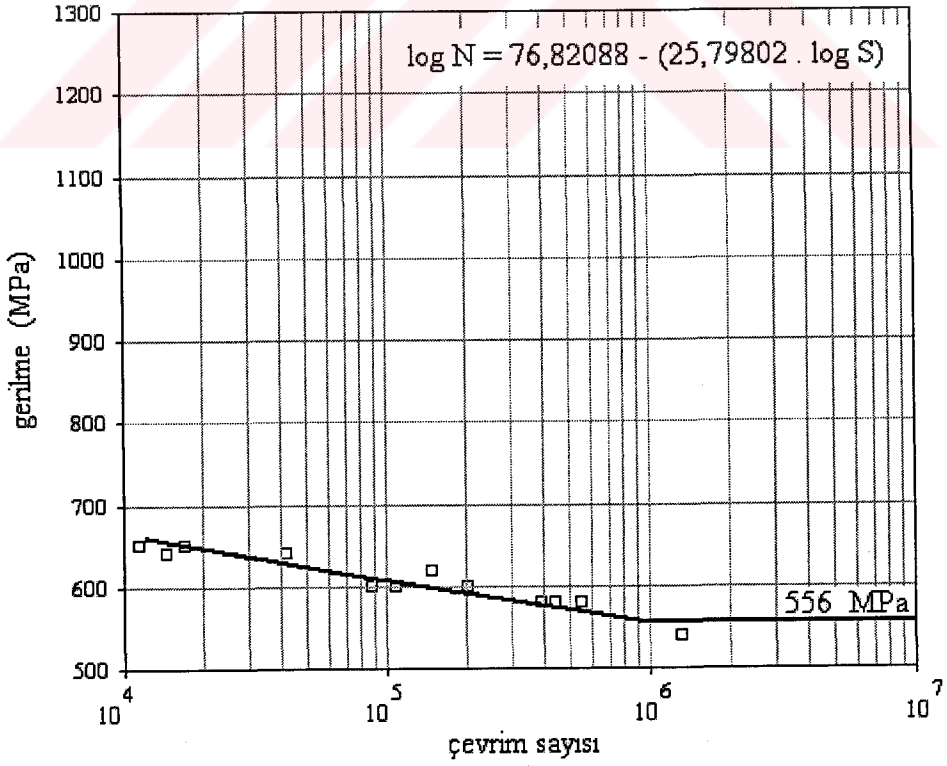
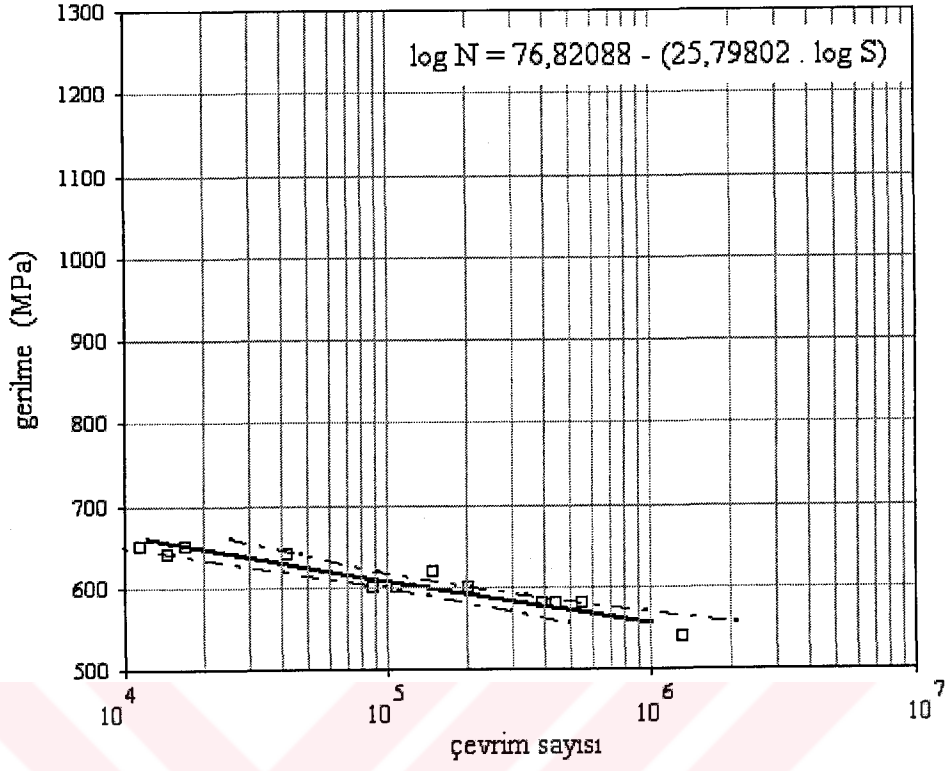
Şekil 6.6. Y deney parçasına ait S-N eğrisi.



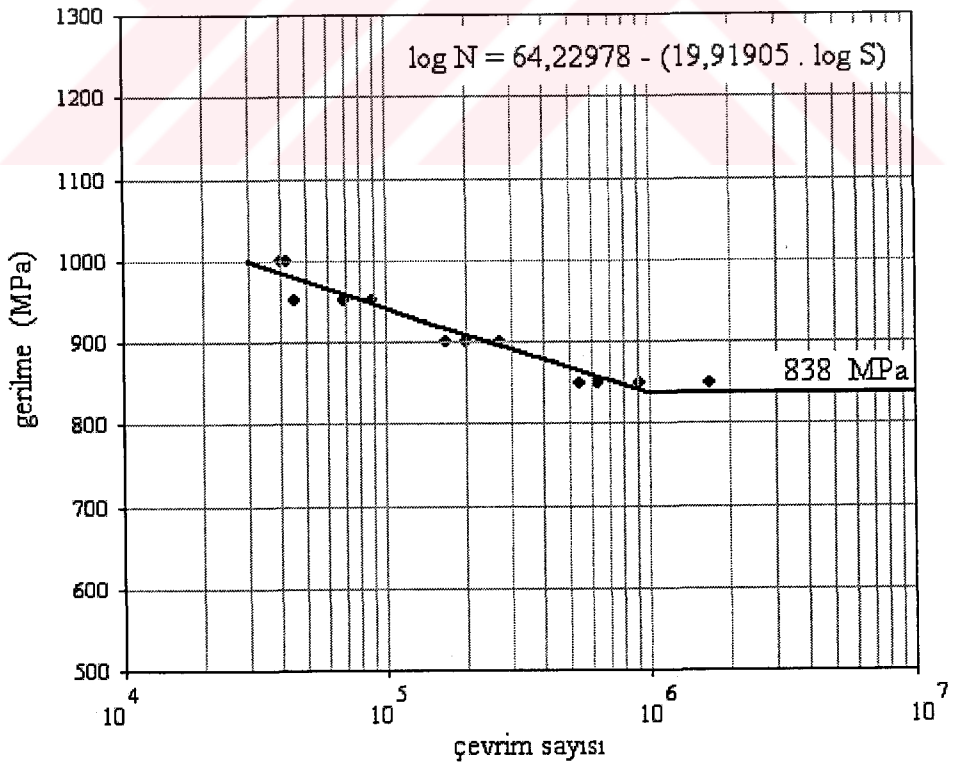
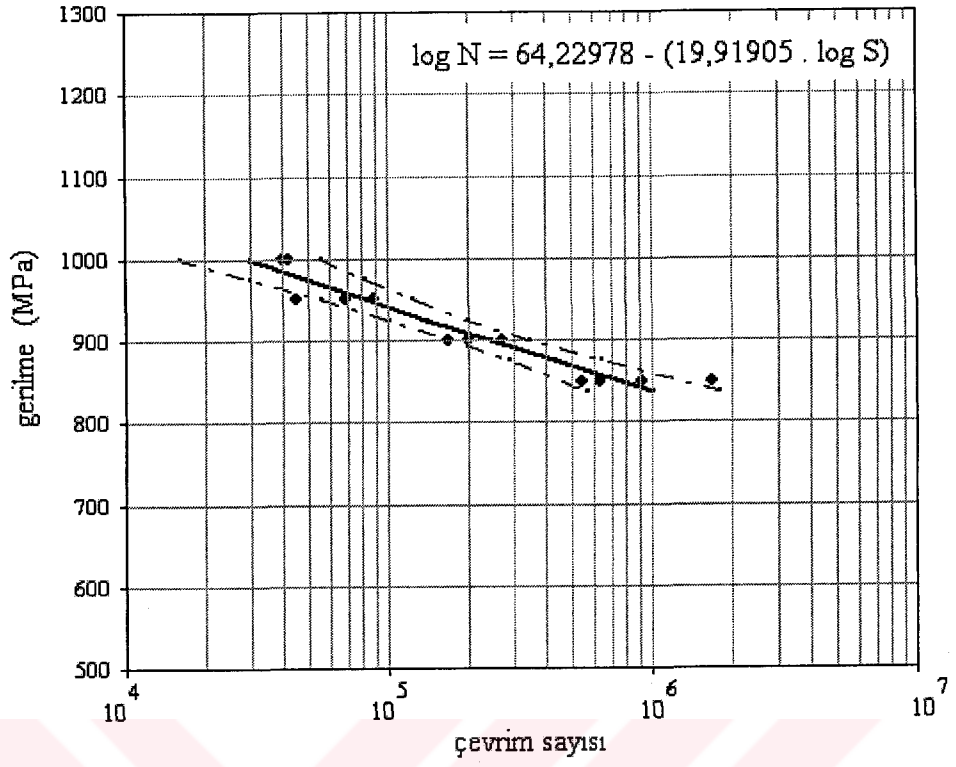
Şekil 6.7. Q deney parçasına ait S-N eğrisi.



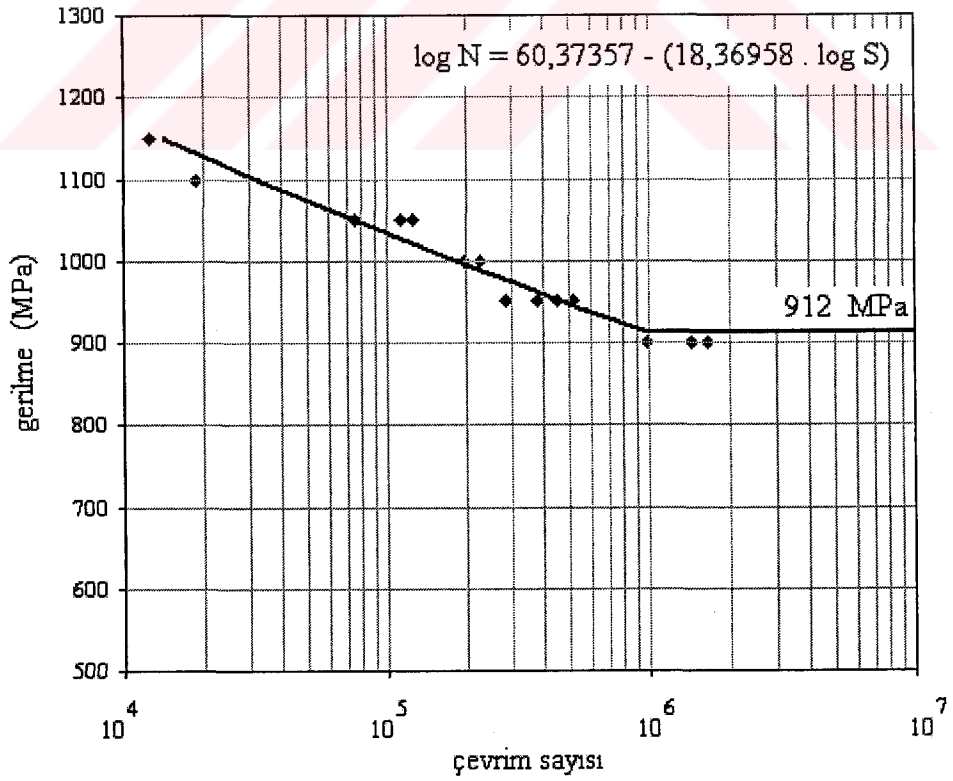
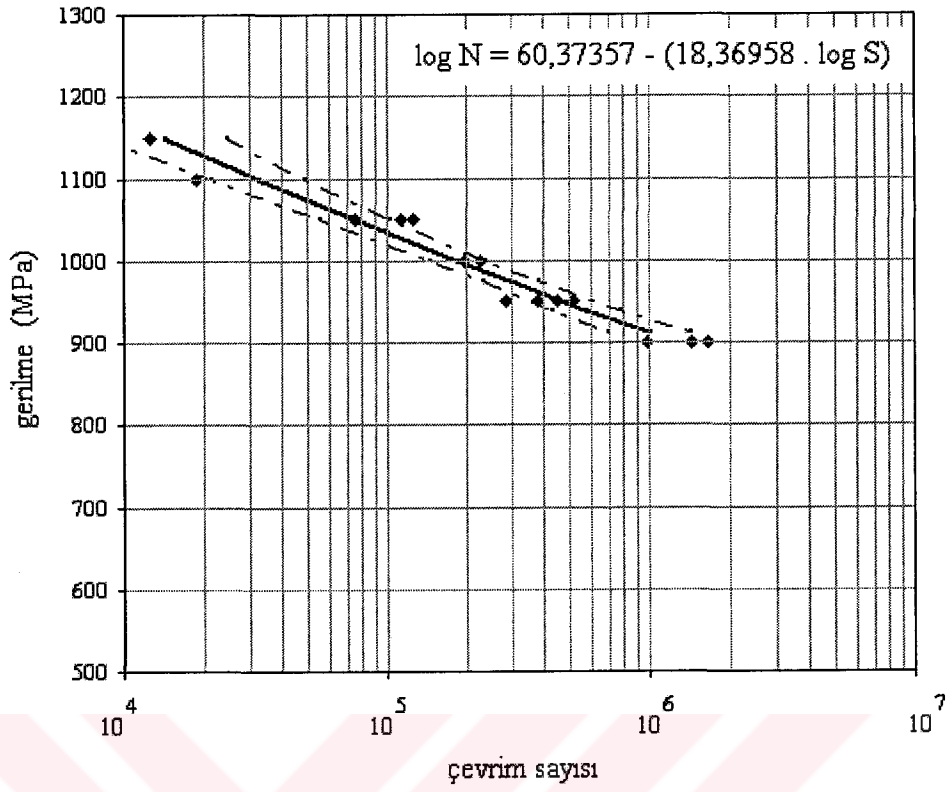
Şekil 6.8. Q.500.2 deney parçasına ait S-N eğrisi.



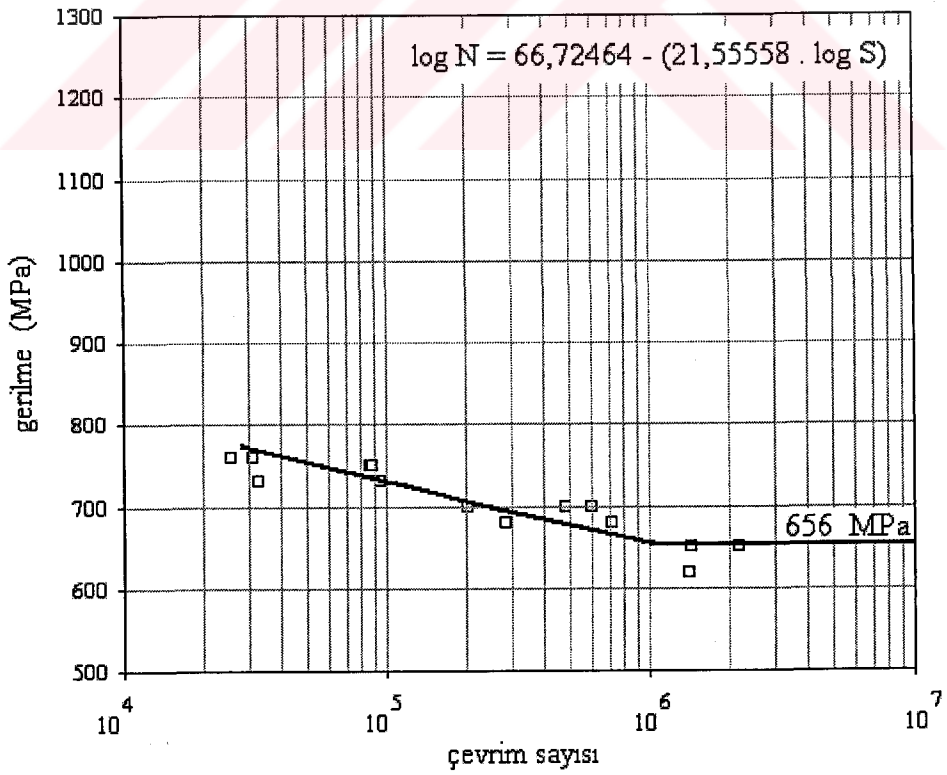
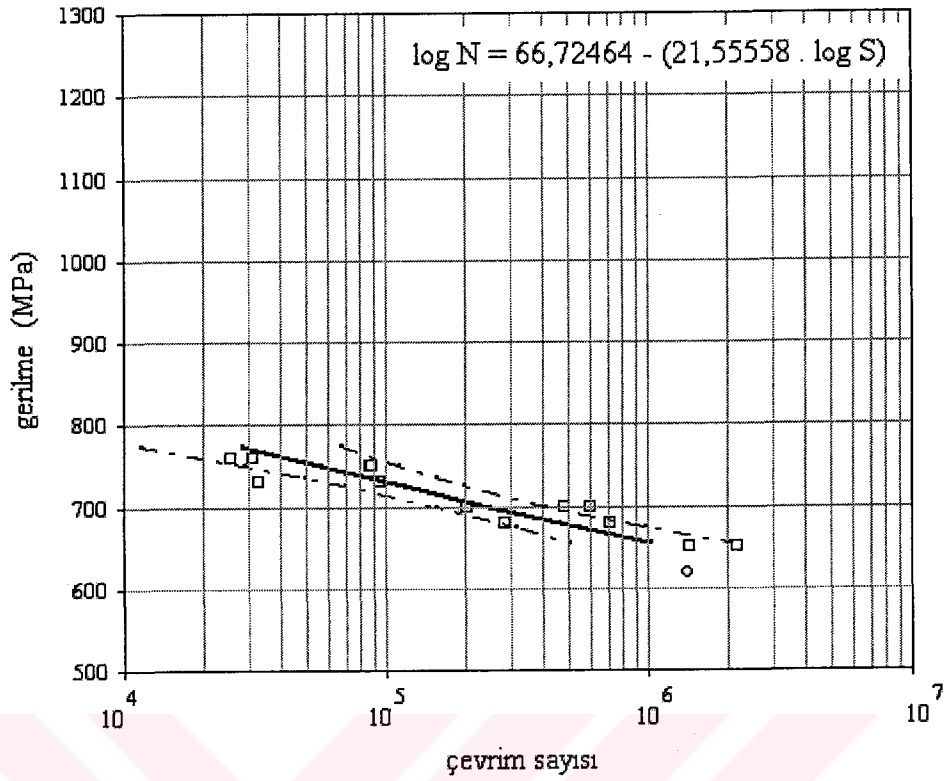
Şekil 6.9. Y.500.4 deney parçasına ait S-N eğrisi.



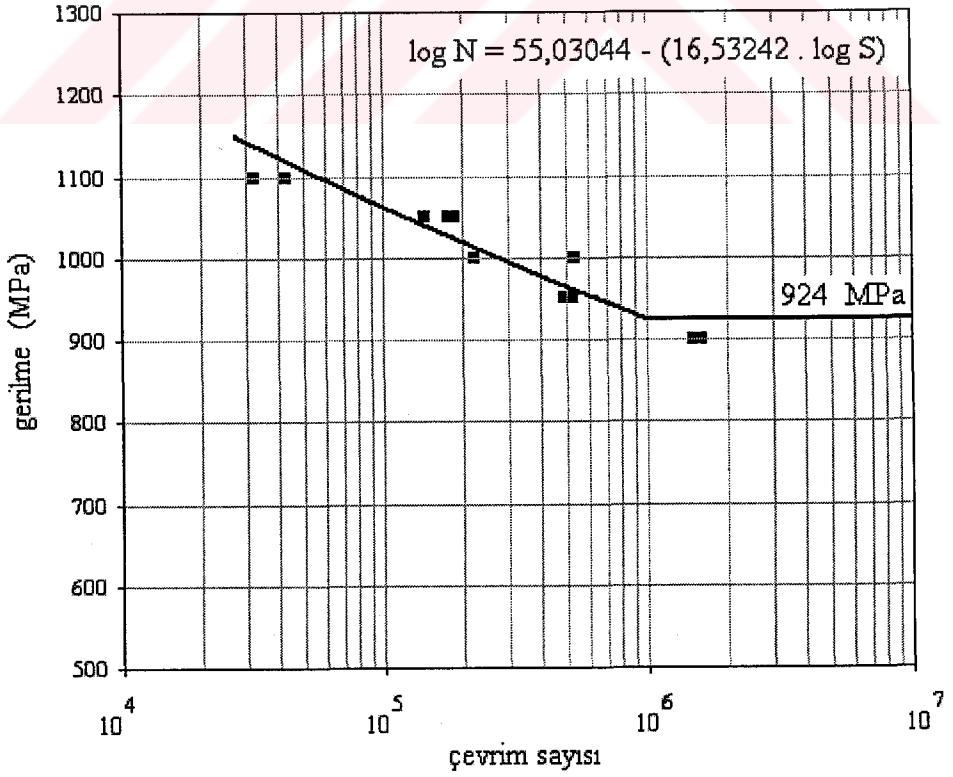
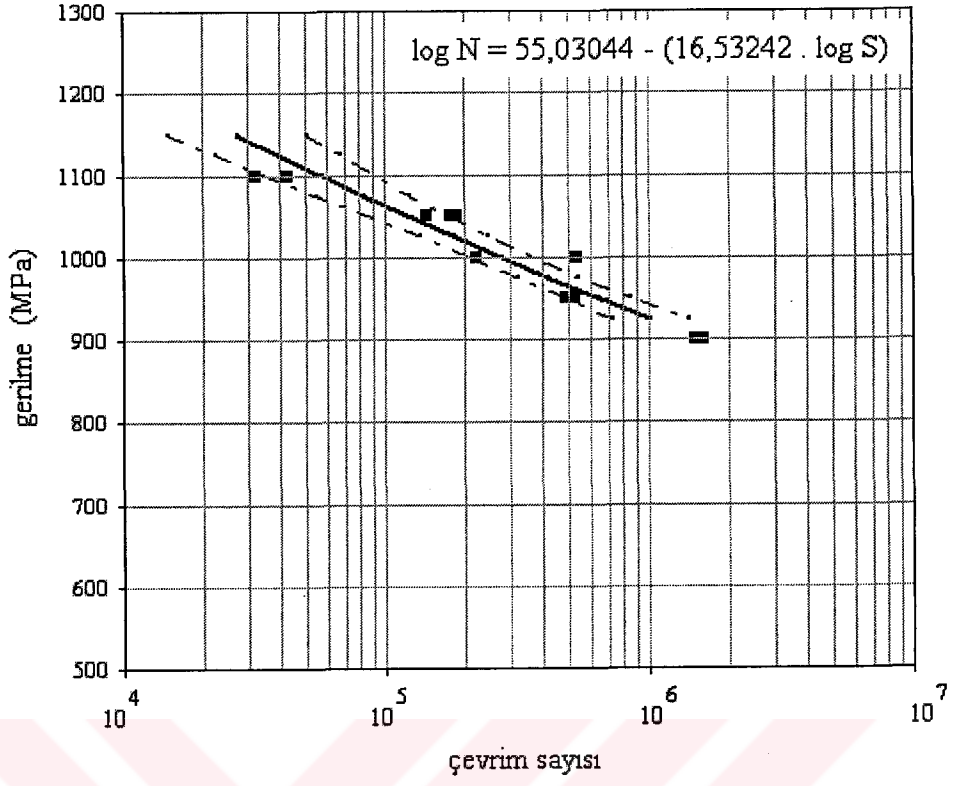
Şekil 6.10. Q.500.4 deney parçasına ait S-N eğrisi.



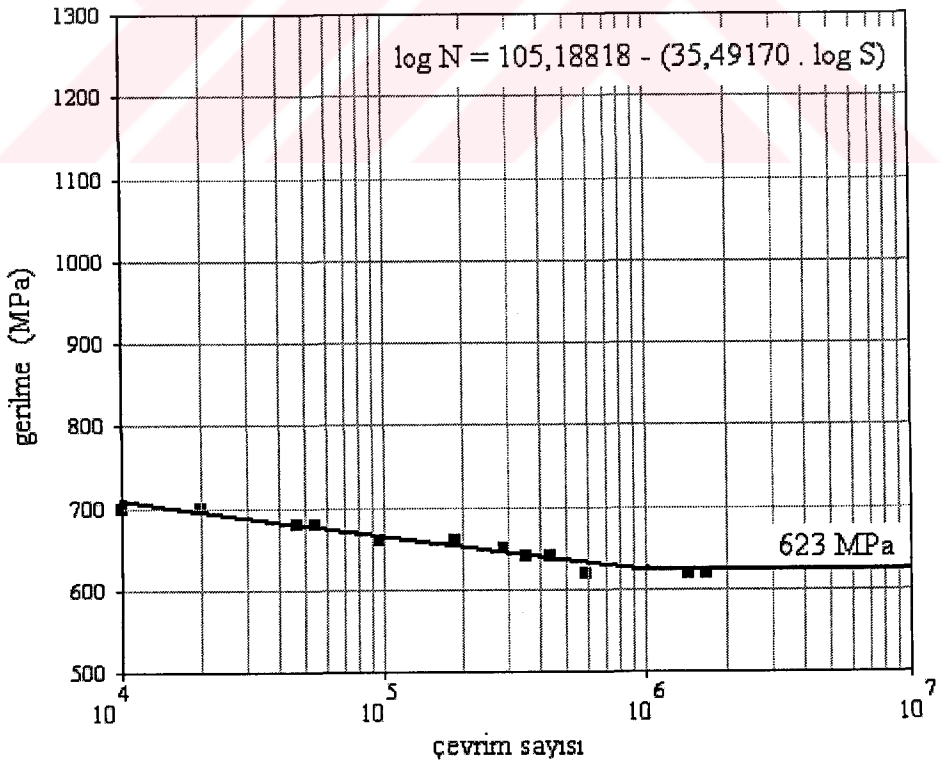
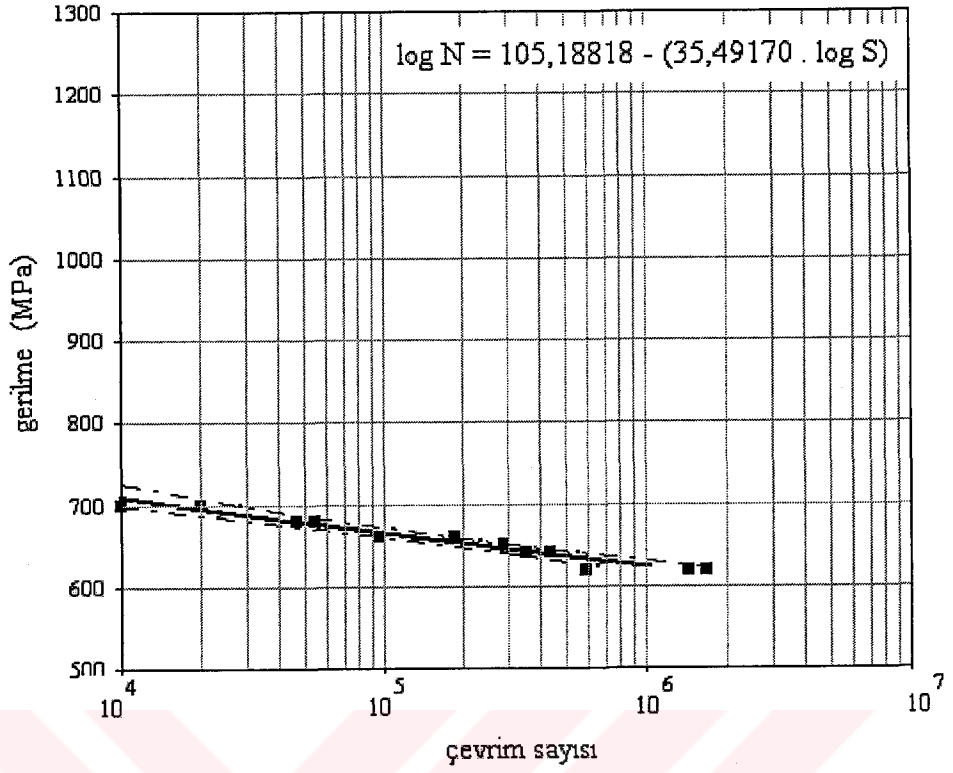
Şekil 6.12. Q.500.8 deney parçasına ait S-N eğrisi.



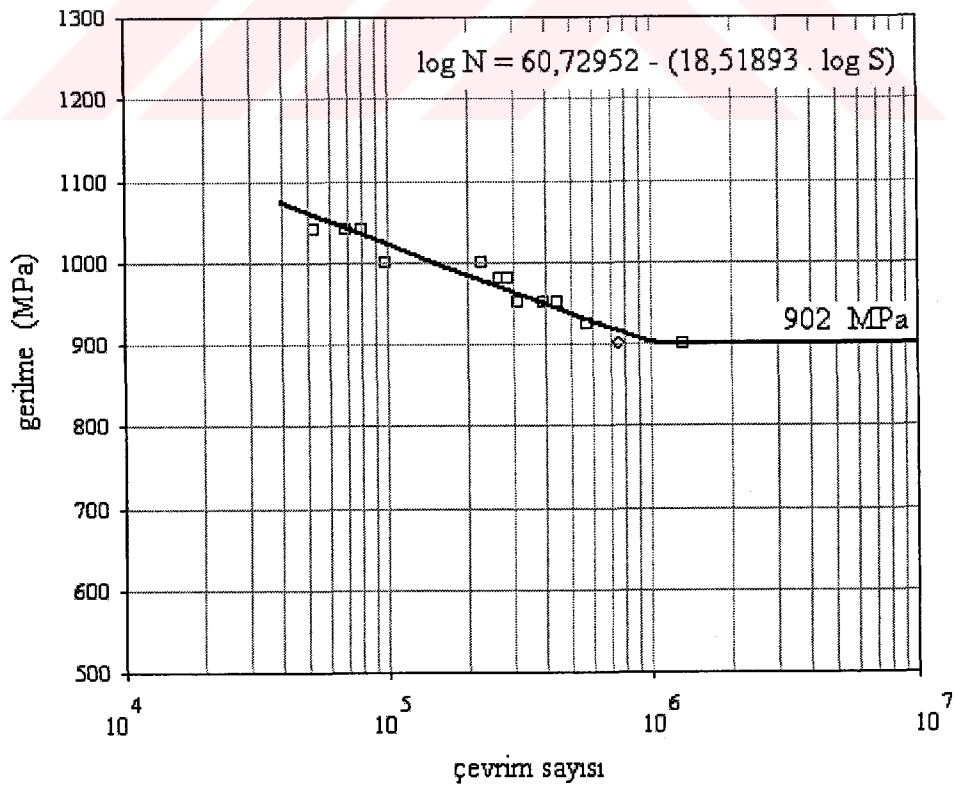
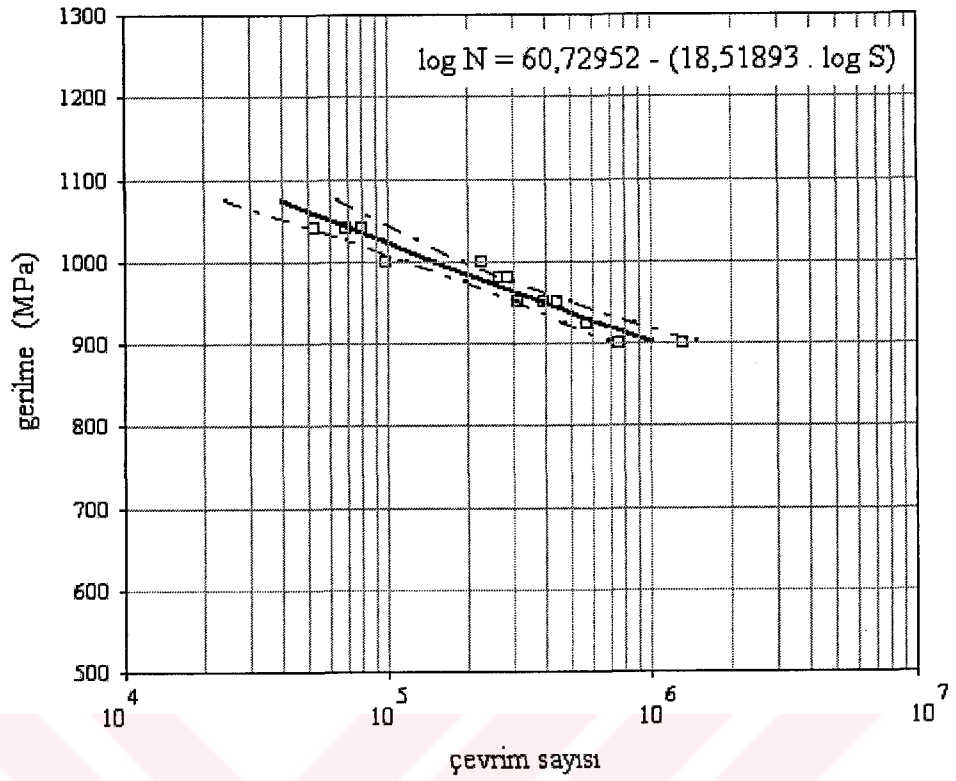
Şekil 6.13. Y.500.16 deney parçasına ait S-N eğrisi.



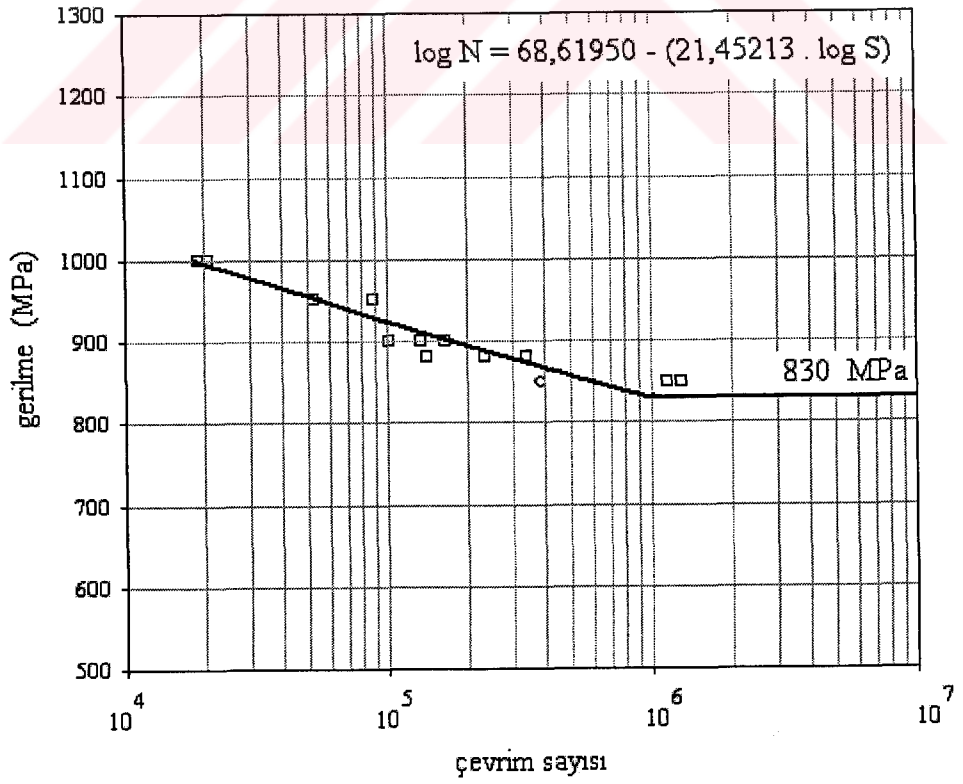
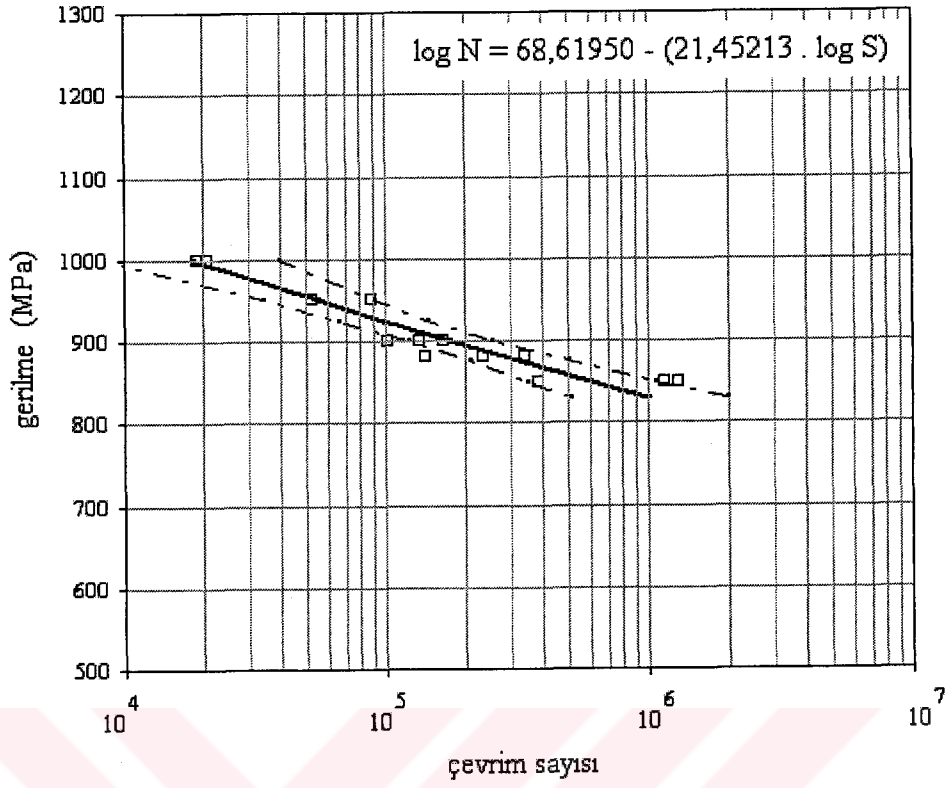
Şekil 6.14. Q.500.16 deney parçasına ait S-N eğrisi.



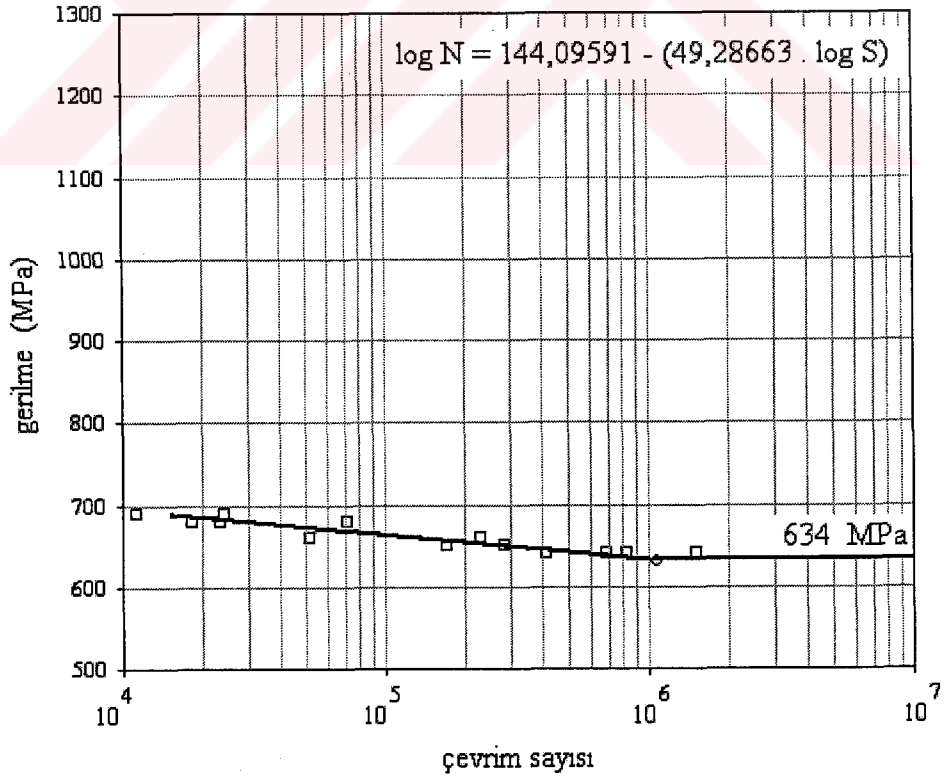
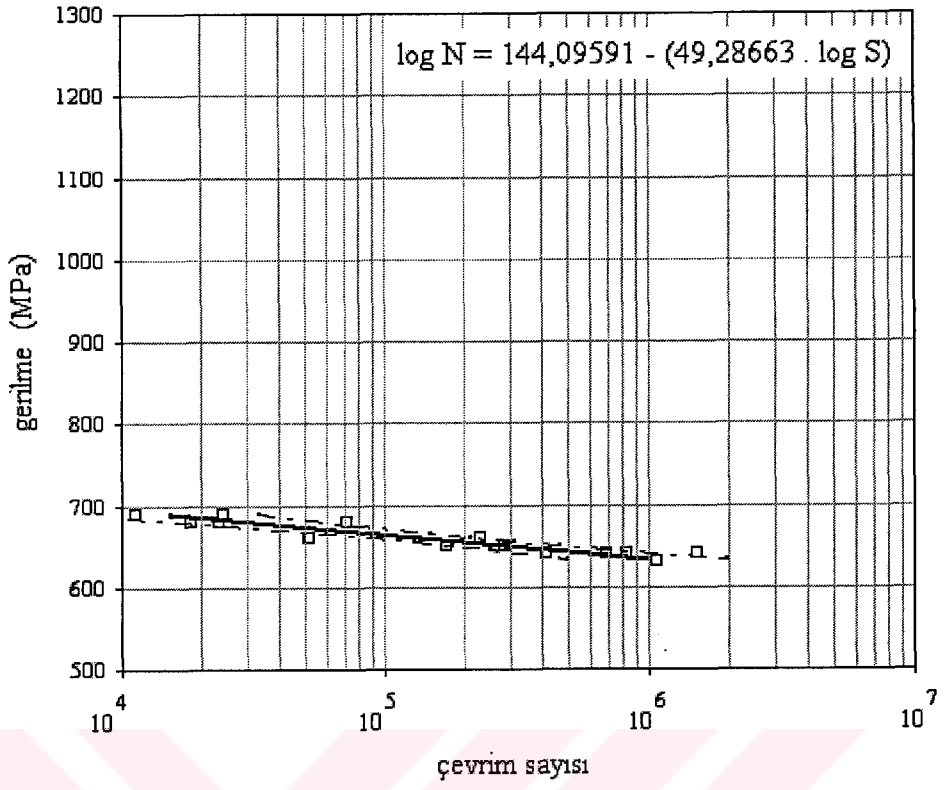
Şekil 6.15. Y.520.4 deney parçasına ait S-N eğrisi.



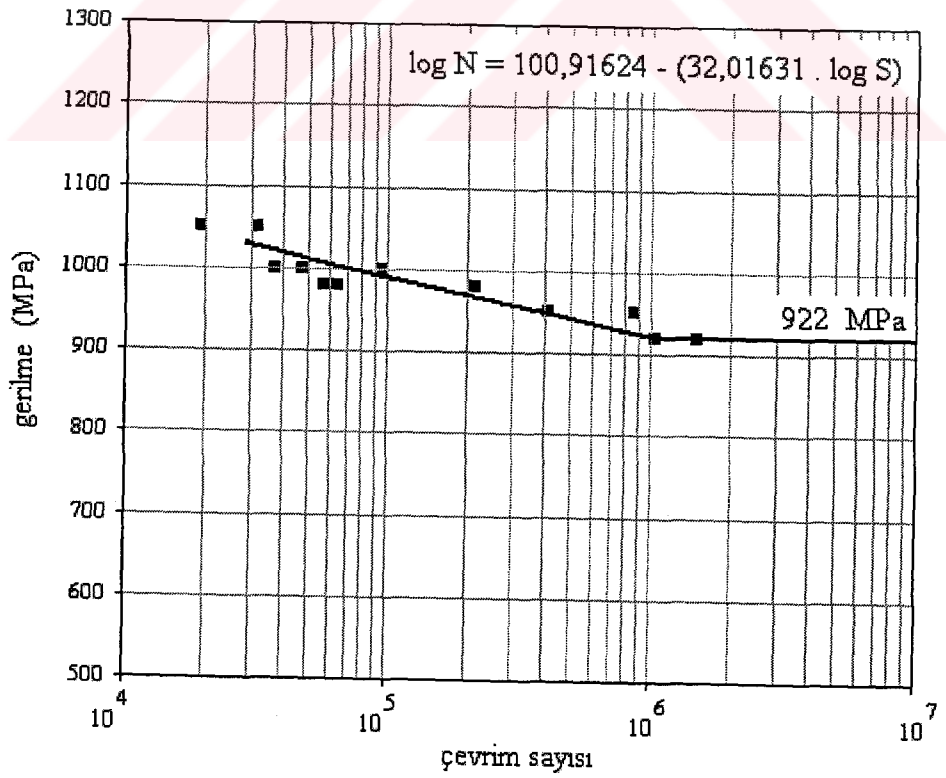
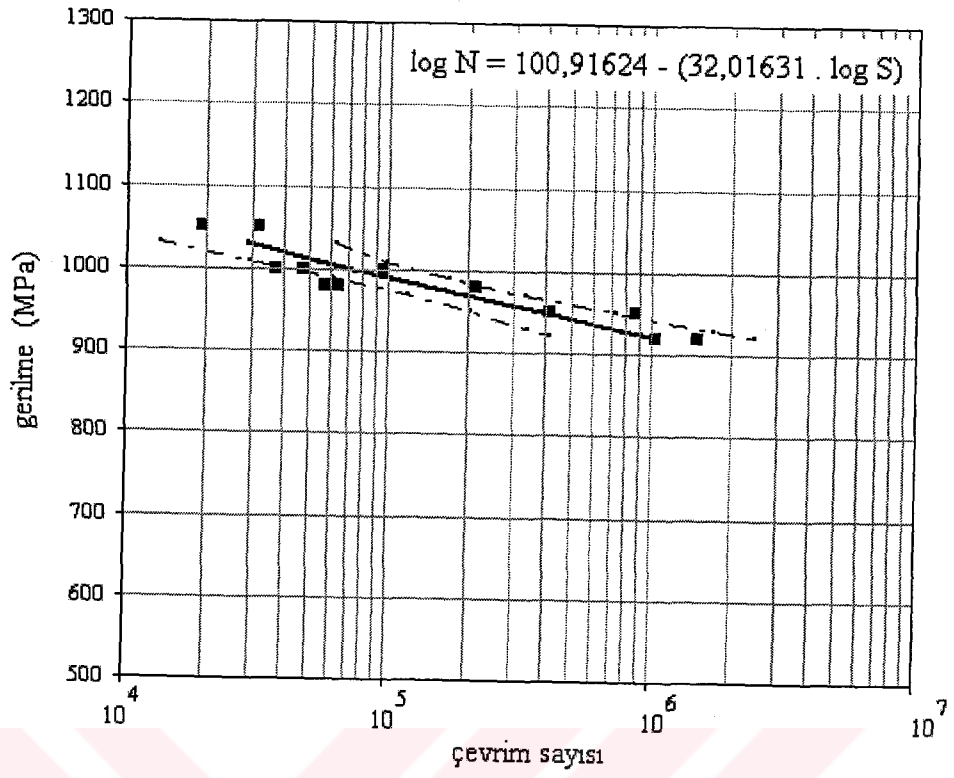
Şekil 6.16. Q.520.4 deney parçasına ait S-N eğrisi.



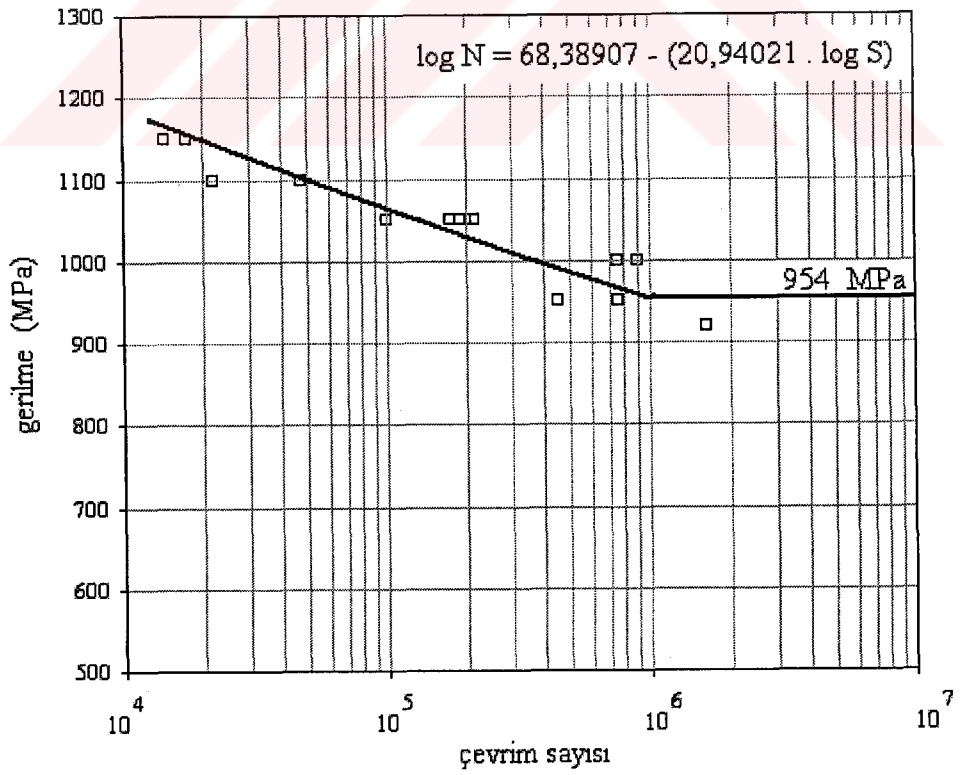
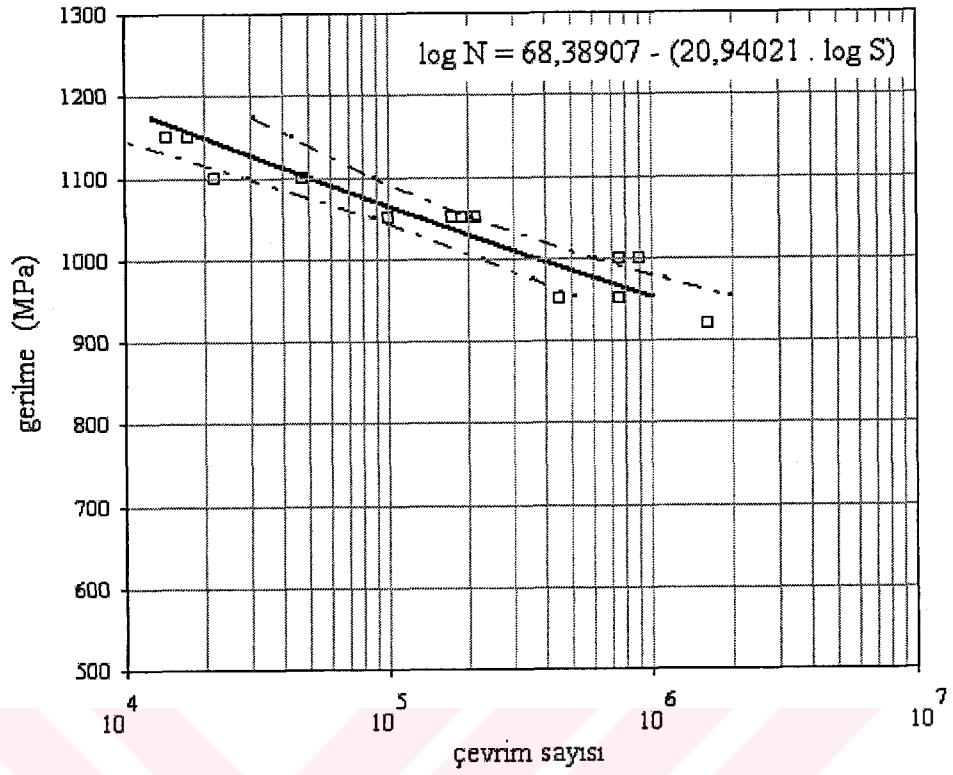
Şekil 6.17. Q.540.2 deney parçasına ait S-N eğrisi.



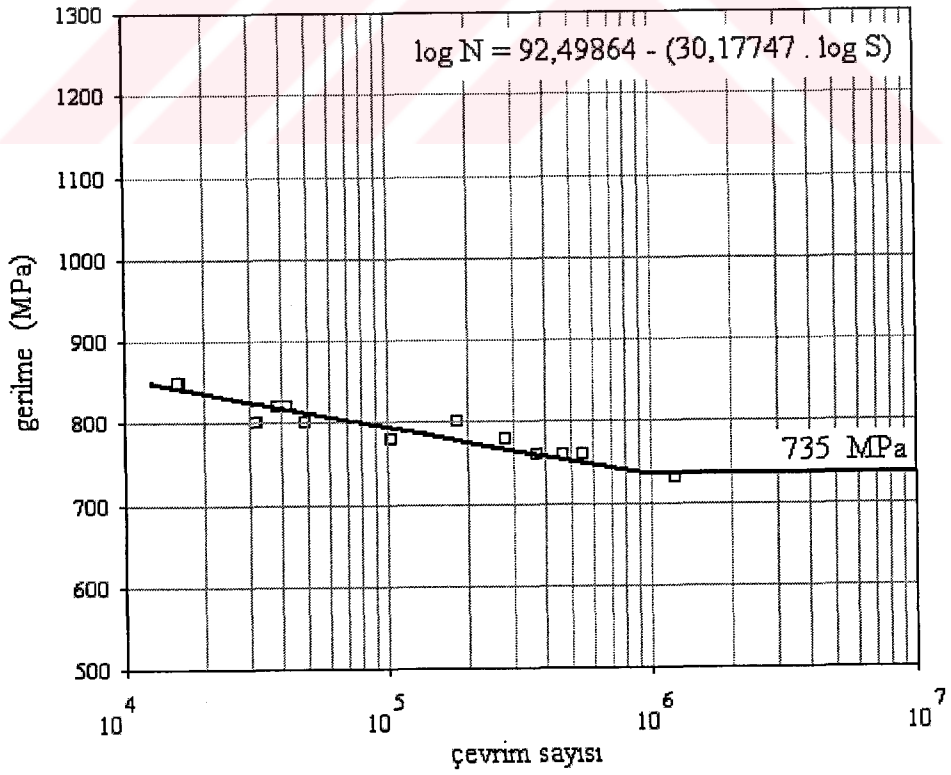
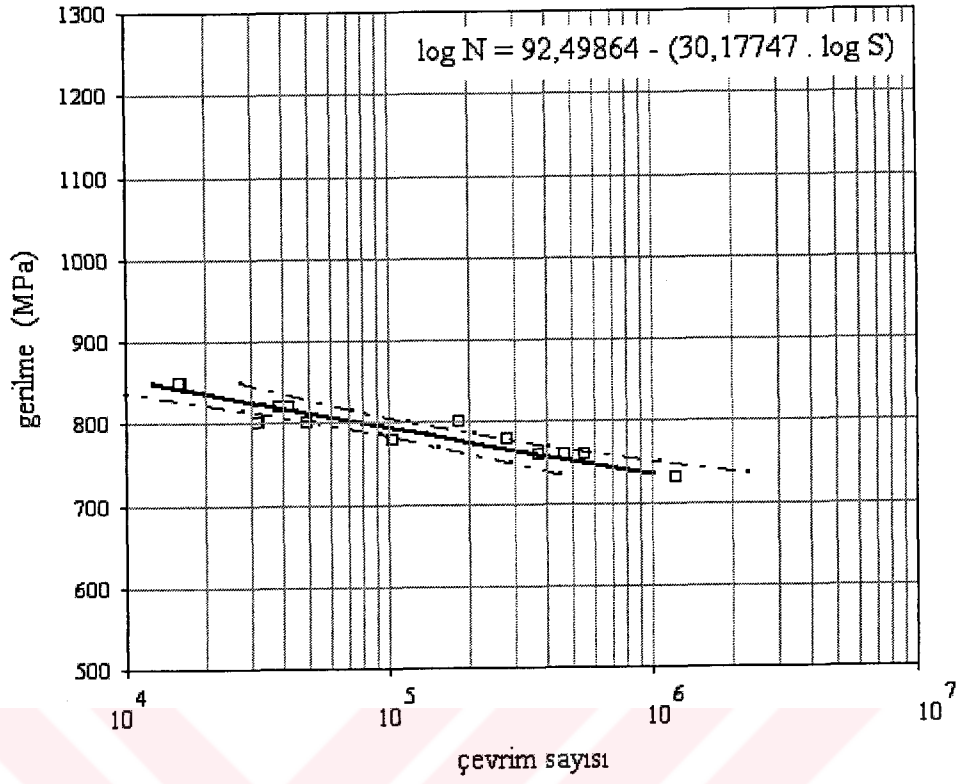
Şekil 6.18. Y.540.4 deney parçasına ait S-N eğrisi.



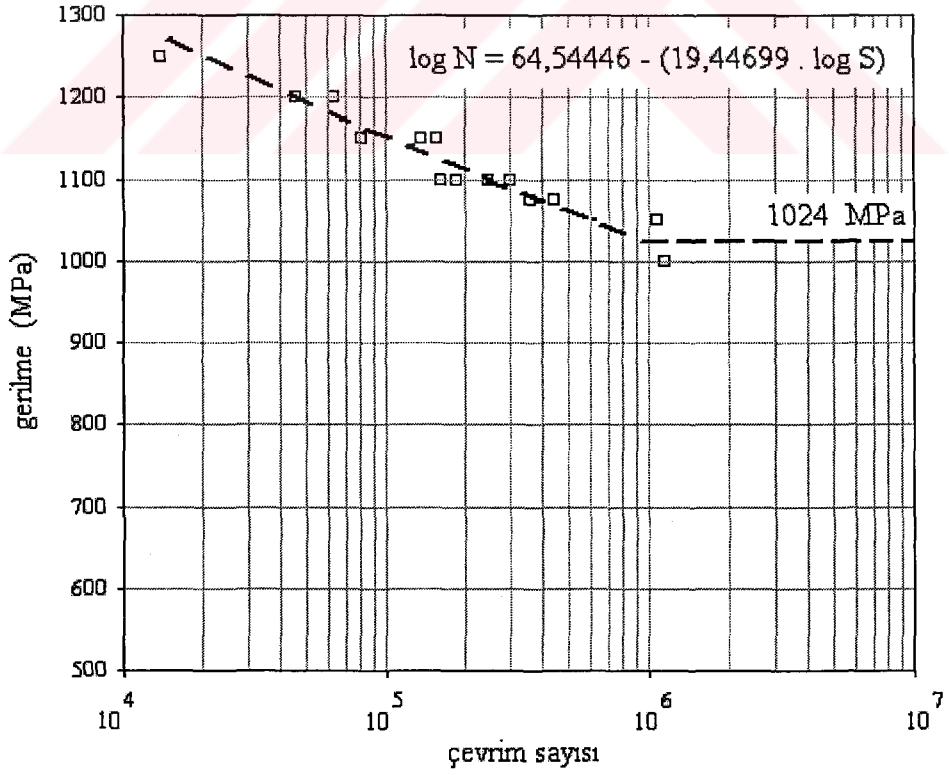
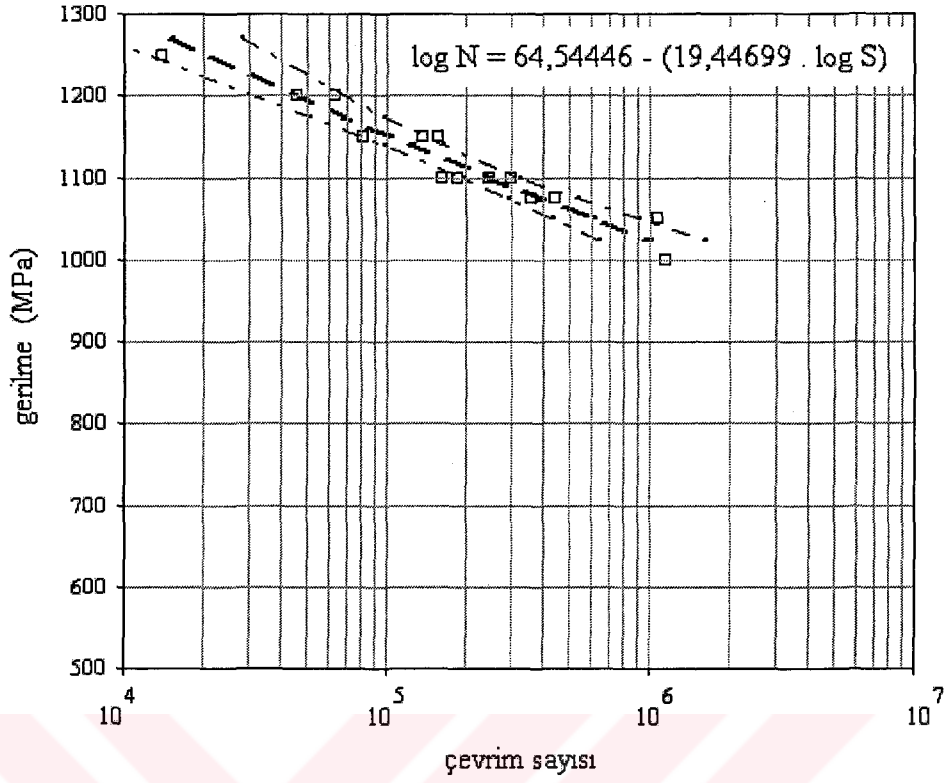
Şekil 6.19. Q.540.4 deney parçasına ait S-N eğrisi.



Şekil 6.20. Q.540.8 deney parçasına ait S-N eğrisi.



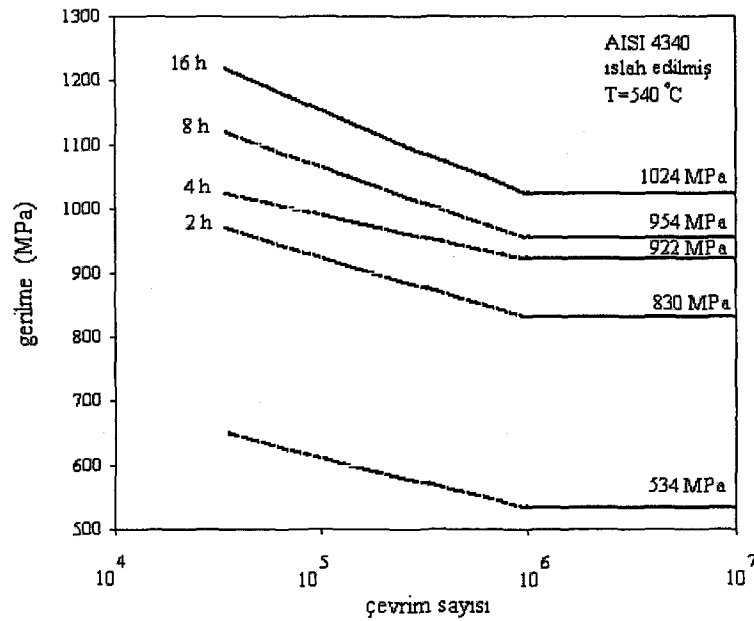
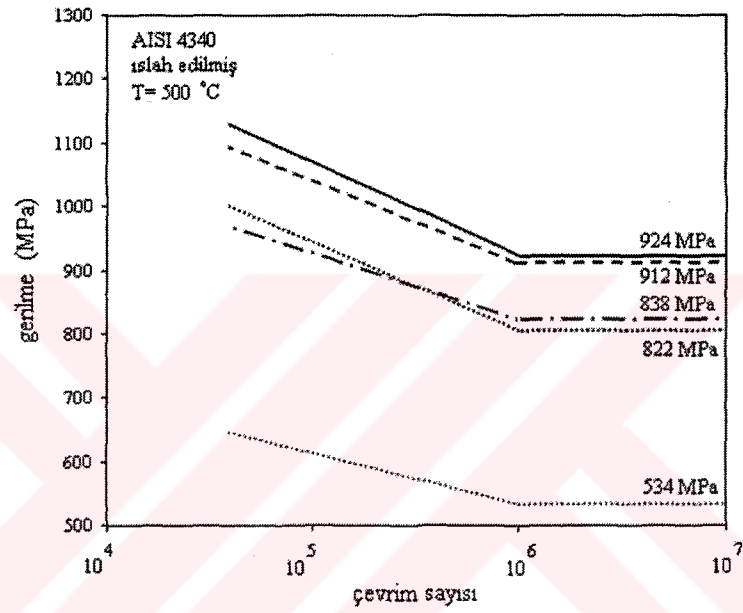
Şekil 6.21. Y.540.16 deney parçasına ait S-N eğrisi.



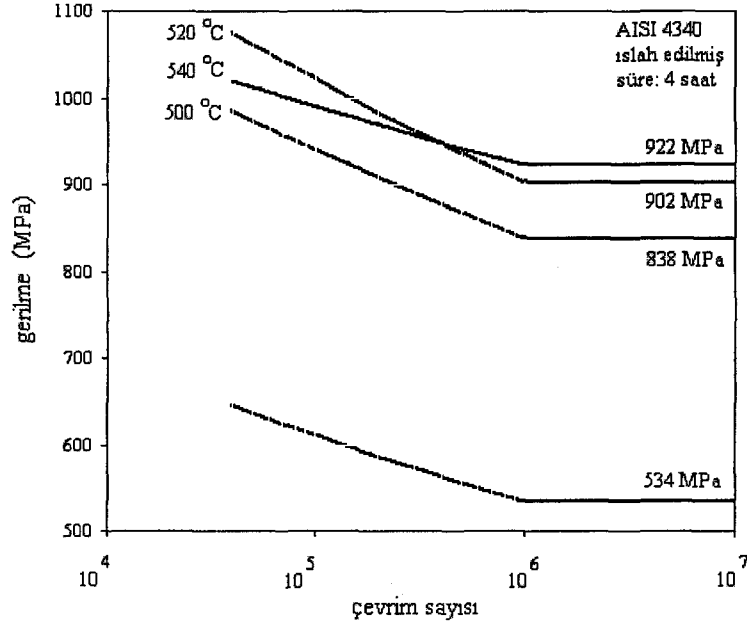
Şekil 6.22. Q.540.16 deney parçasına ait S-N eğrisi.

6.2. İyon Nitrüleme İşlem Değişkenlerinin Yorulma Dayanımına Etkisinin İncelenmesi

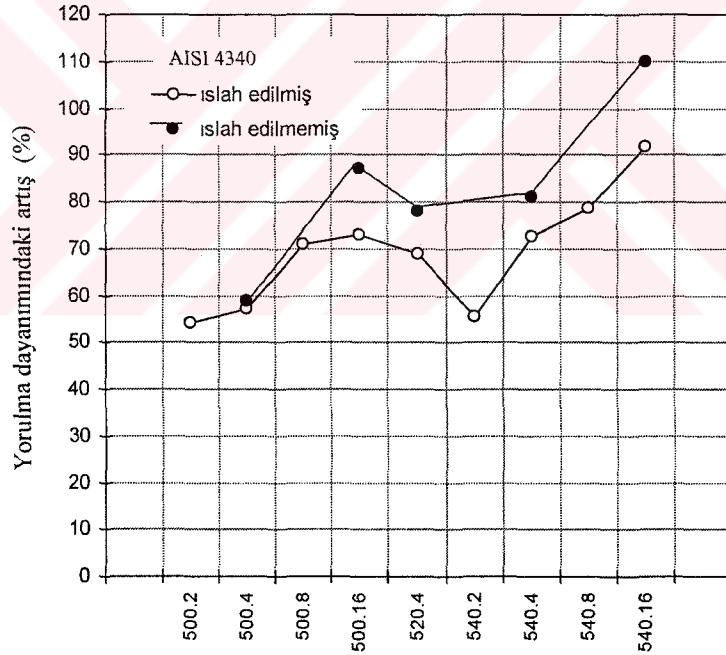
Yapılan deneysel çalışmalar, iyon nitrüleme işlem süresinin artması ile birlikte yorulma dayanımının da arttığını göstermektedir (Şekil 6.23). Yine benzer şekilde, iyon nitrüleme işlem sıcaklığının artması da yorulma dayanımının artışına neden olmaktadır (Şekil 6.24).



Şekil 6.23. İyon nitrüleme süresinin yorulma dayanımına etkisi.



Şekil 6.24. İyon nitrürlenme sıcaklığının yorulma dayanımına etkisi.

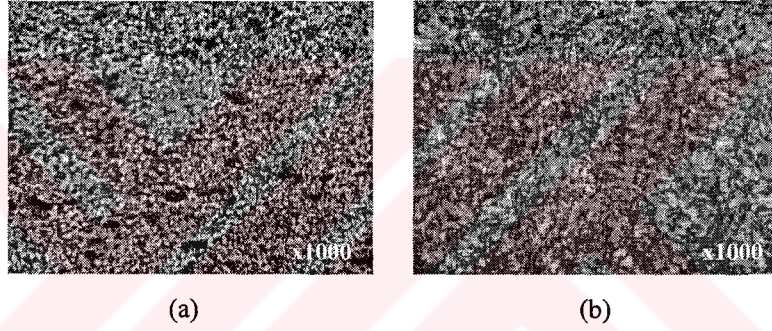


Şekil 6.25. İyon nitrürlenme işlemi ile yorulma dayanımındaki artış oranları (%).

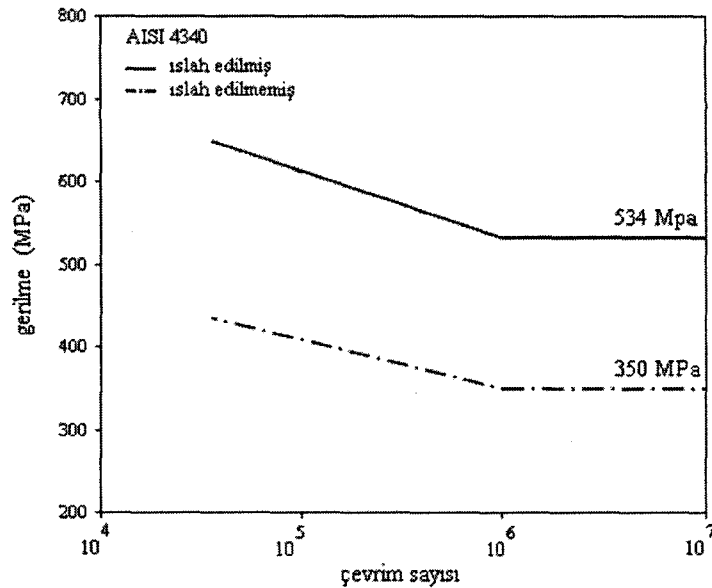
İyon nitrürlenme işlemi sonucunda, yorulma dayanımında oldukça büyük artışlar elde edilmiştir. Bu artış oranı, ıslah edilmiş koşullar için %92 ıslah edilmemiş parçalarda ise %110 'a varan düzeylerde gerçekleşmiştir (Şekil 6.25). En yüksek yorulma dayanımı (1024 MPa), işlem süresinin ve işlem sıcaklığının en yüksek olduğu 540 °C ve 16 saat 'lik iyon nitrürlenme işlem koşulları ile elde edilmiştir.

6.3. Malzeme Mikroyapısının Yorulma Dayanımına Etkisinin İncelenmesi

Asil Çelik koşullarında yumuşatılmış AISI 4340 çeliğinin bir bölümü, 840 °C 'de 30 dakika ostenitleştirildikten sonra yağda soğutulmuş ve ardından 600 °C 'de 2 saat süre ile temperlenerek ıslah edilmiştir. Malzemenin geri kalan bölümüne ise herhangi bir ısıl işlem yapılmamıştır. Her iki duruma ait mikroyapı görüntüleri Şekil 6.26 'da verilmiştir. Farklı ısıl işlem dolayısı ile farklı mikroyapıya sahip AISI 4340 çeliğinden hazırlanmış yorulma deney parçaları ile elde edilen S-N eğrileri incelendiğinde yorulma dayanımlarının birbirinden farklı olduğu görülmektedir. Islah edilmiş AISI 4340 çeliğinin (Q) yorulma dayanımı 534 MPa iken, ıslah edilmemiş olan deney parçasının (Y) yorulma dayanımı 350 MPa 'dır (Şekil 6.27).



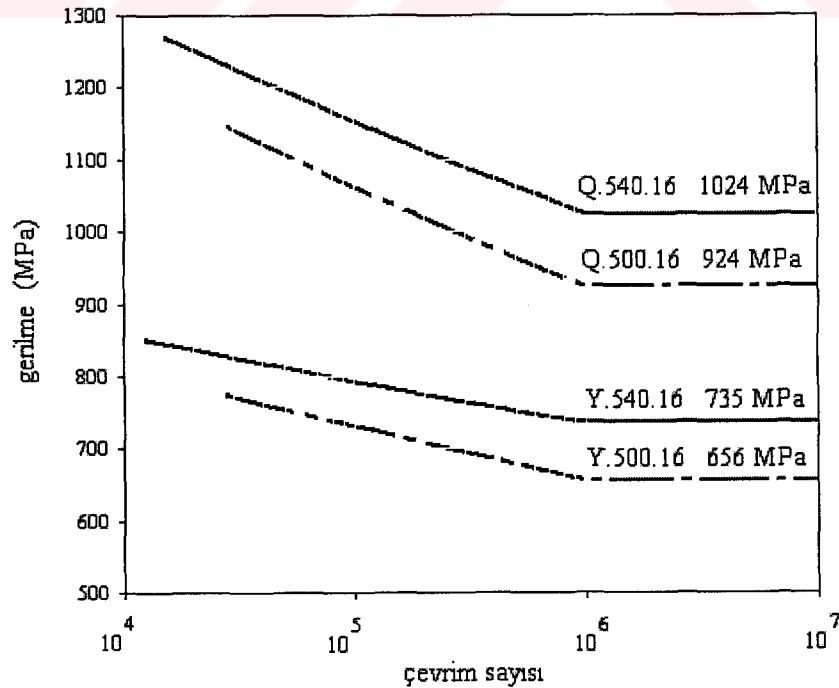
Şekil 6.26. a) Asil Çelik koşullarındaki AISI 4340 çeliğine ait mikroyapı, b) Islah edilmiş AISI 4340 çeliğine ait mikroyapı.



Şekil 6.27. Islah işleminin yorulma dayanımına etkisi.

Ötektoid bileşimli yalın karbonlu çeliklerde, iç yapı değişimleri yorulma özelliklerinde oldukça belirgin değişimlere neden olmaktadır. Görüldüğü gibi, ıslah işleminin uygulanması ile yorulma dayanımında yaklaşık %53 düzeyinde bir artış sağlanmıştır. Bunun temel sebebi, uygulanan ıslah işlemi sonunda metallerin tane boyutu ve şeklinin değişmesidir. Tane boyutunun küçülmesi ile çekme dayanımına benzer şekilde yorulma dayanımı da artmaktadır.

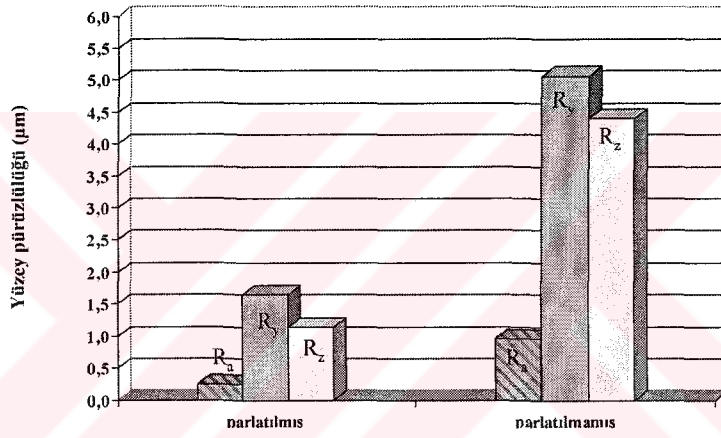
Aynı koşullarda iyon nitrüleme sonrası, ıslah edilmiş AISI 4340 çeliğinin yorulma dayanımı, ıslah edilmemiş AISI 4340 çeliğinin yorulma dayanımından çok daha yüksektir (Şekil 6.28). Bu durum tüm nitrüleme koşulları için geçerlidir. İyon nitrüleme sonrası oluşan yapı yüksek dayanımlı, düşük sünekliğe sahip yayınım bölgesi ile düşük dayanımlı, yüksek sünekliğe sahip ana malzemedan oluşan bir kompozit malzeme olarak düşünülebileceğinden ve de yorulma çatlak başlangıcı, yayınım tabakası-ana malzeme geçiş ara yüzeyinde başladığından ana malzemenin dayanımının artması yorulma dayanımının artması anlamını taşımaktadır. Çelikler için en iyi nitrüleme koşulunun ostenit bölgesinden itibaren yağda ya da suda sertleştirme sonrası uygun bir sıcaklıkta yapılan temperleme işlemi sonucunda oluşan uniform sorbit yapısında elde edildiği bilinmektedir.



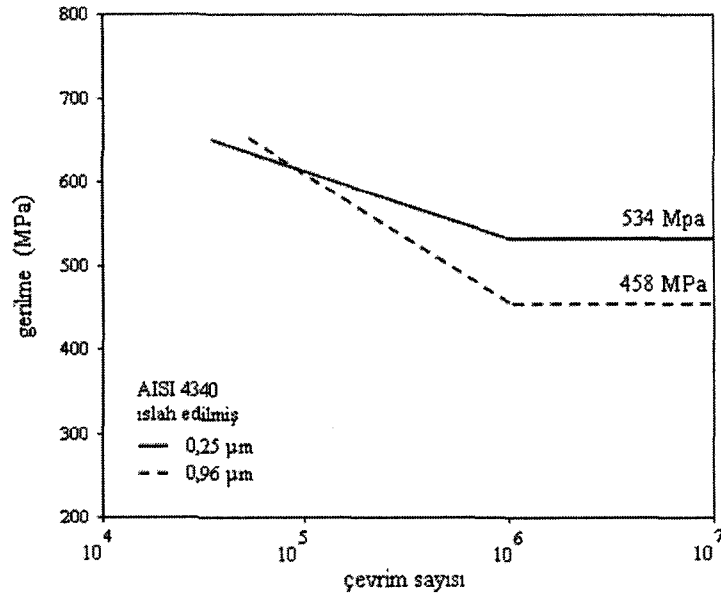
Şekil 6.28. İslah işleminin iyon nitrülenmiş yapılarda yorulma dayanımına etkisi.

6.4. YüzeY Pürüzlülüğünün Yorulma Dayanımına Etkisinin İncelenmesi

Bölüm 5 'de yüzeY pürüzlülük ölçüm sonuçlarının verildiği Tablo 5.6 'dan da görüldüğü gibi, yüzeYi parlatılmış yorulma deney parçalarının yüzeY pürüzlülük değeri 0,25 μm iken, parlatılmamış deney parçalarının yüzeY pürüzlülük değeri 0,96 μm düzeyindedir (Şekil 6.29). Yapılan deneysel çalışmalardan da görülmektedir ki, yüzeY pürüzlülüğünün artması ile birlikte malzemenin yorulma dayanımı düşmektedir. İslah edilmiş koşullarda, iyon nitrülenmemiş, yüzeYi parlatılmış deney parçalarının yorulma dayanımı 534 MPa iken, daha kaba yüzeY profiline sahip olan, parlatılmamış deney parçalarının yorulma dayanımı 458 MPa 'dır (Şekil 6.30).



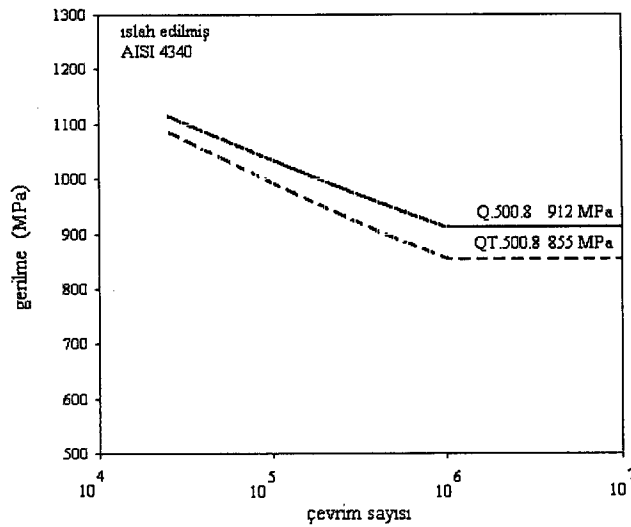
Şekil 6.29. İyon nitrülleme öncesi deney parçalarına ait yüzeY pürüzlülük değeri.



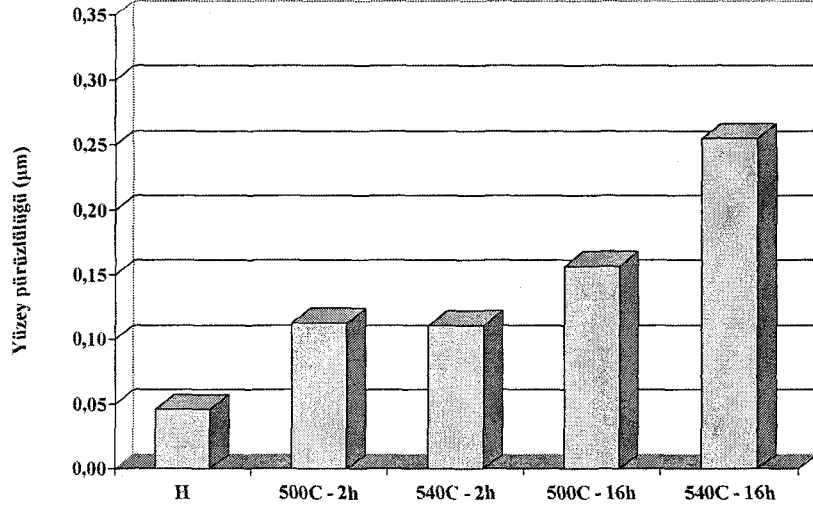
Şekil 6.30. YüzeY pürüzlülüğünün yorulma dayanımına etkisi.

Diğer bir deyişle, yüzey pürüzlülüğünün 0,96 μm 'dan 0,25 μm 'a düşmesi ile malzemenin yorulma dayanımında % 16,5 düzeyinde bir artışın olduğu saptanmıştır. Yüzey pürüzlülüğünün yorulma dayanımı üzerindeki etkisi çentik etkisine benzerdir. Malzeme yüzeyindeki kalıntılar, küçük ezikler, çentik ve kaba yüzey profili gibi yüzey hataları bu bölgelerde gerilme yığılmasına ve çatlak başlangıç potansiyeli yüksek bölgelerin oluşumuna yol açar. Herhangi bir yüzey ısıl işlemi görmemiş çeliklerdeki yorulma kırılmasının bir çoğu yüzey düzgünsüzlüklerinden başlamaktadır. Bu nedenle, yorulma dayanımı yüzeydeki çentik, girinti, çıkıntı, keskin köşe vb. gibi tasarımlardan kaynaklanan yüzey hatalarına karşı çok duyarlıdır. Yüzey ne denli düzgün olursa yorulma dayanımı o denli yüksek olur. Bu nedenle, parlatılmış yüzeyler pürüzlü yüzeylere göre daha yüksek yorulma dayanımına sahiptirler.

Her ne kadar yüzeyi sertleştirilmiş yapılarda yorulma çatlağı yüzey altından, yayını tabakası ile ana malzeme ara geçiş yüzeyinden başlasada, benzer durum iyon nitürleme sonrasında da devam etmektedir. Örneğin, aynı koşullarda iyon nitürleme işlemi uygulanan, yüzey parlatma işlemi uygulanmamış (QT.500.8) ve uygulanmış (Q.500.8) deney parçalarının yorulma dayanımları sırasıyla 855 MPa ve 912 MPa olup, yüzey pürüzlülüğünün azalması ile yorulma dayanımında %6.7 düzeyinde bir artış gözlenmiştir (Şekil 6.31).



Şekil 6.31. Yüzey pürüzlülüğünün iyon nitürleme sonrası malzemenin yorulma dayanımı üzerindeki etkisi.



Şekil 6.32. İyon nitürleme sonrası yüzey pürüzlülüğündeki değişim (R_a).

İyon nitürleme sonrası parçaların yüzey pürüzlülük değerleri yaklaşık olarak aynı kabul edilsede, bir miktar değişim gözlenir. Disk numuneler yardımıyla iyon nitürleme öncesi parlatılmış yüzeylerin yüzey pürüzlülükleri ölçülmüş (Tablo 5.7) olup, daha sonra 500 °C ve 540 °C ‘de, 2 ve 16 saat iyon nitürleme sonucu yüzey pürüzlülüklerinde oluşan değişim incelenmiştir (Tablo 5.8 ve 5.9). Azotun, iş parçası yüzeyine yayınıcı sonucu yüzey pürüzlülüğünde oluşan değişim Şekil 6.32 ‘de verilmiş olup, yüzey pürüzlülüğünün artan sıcaklık ve süre ile arttığı görülmektedir.

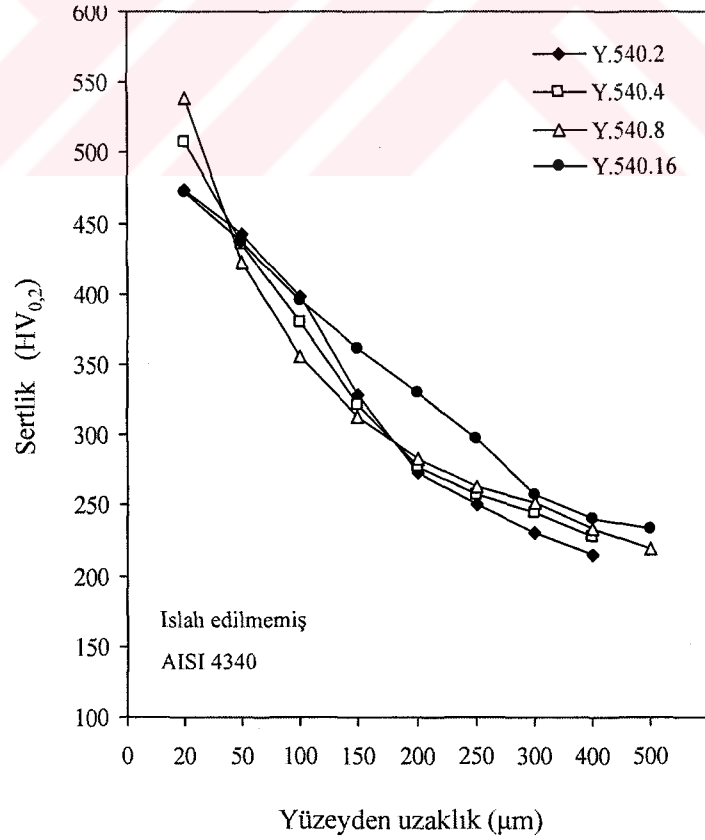
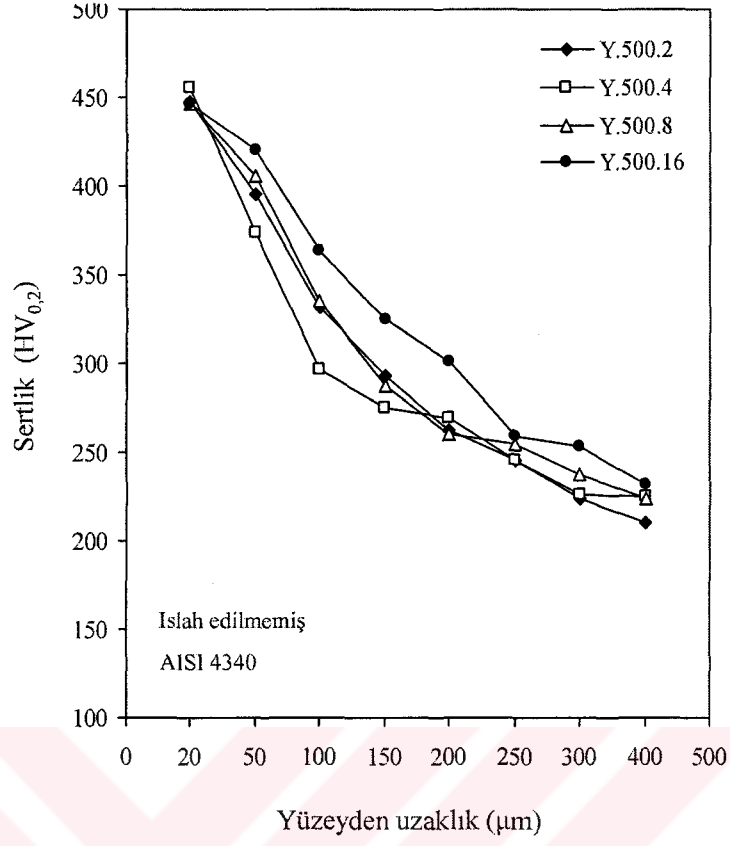
6.5. Yayınım Tabaka Kalınlığının Yorulma Dayanımına Etkisinin İncelenmesi

Yayınım tabaka kalınlığı, kesit boyunca azotun oluşturduğu nitürlerin neden olduğu sertlik artışı ile ilişkili olduğundan, yayınım tabaka kalınlığının belirlenmesi sertlik ölçümleri yardımı ile yapılır. Yüzeyden itibaren malzemenin merkezine doğru ana malzeme sertliğinin % 10 fazlası sertliğe denk gelen noktaya olan uzaklık, yayınım tabaka kalınlığı olarak kabul edilmiştir. Ana malzemenin sertlik değeri ıslah edilmiş ve edilmemiş malzemelerde sırasıyla 305 ±10 Hv ve 210 ±5 Hv ‘dir (bkz. Tablo 5.10). Bu nedenle, yayınım tabaka kalınlığını belirleyen sertlik değeri, ıslah edilmiş koşullar için 336 Hv, ıslah edilmemiş koşullar içinse 233 Hv olarak kabul edilmiştir. Sertlik ölçüm değerlerinin verildiği Tablo 5.11 ve Tablo 5.12 ‘nin değerlendirilmesi sonucunda, her bir koşula ait olan sertlik dağılımı ile hesaplanmış olan yayınım tabaka kalınlıkları Tablo 6.4 ‘de verilmiştir.

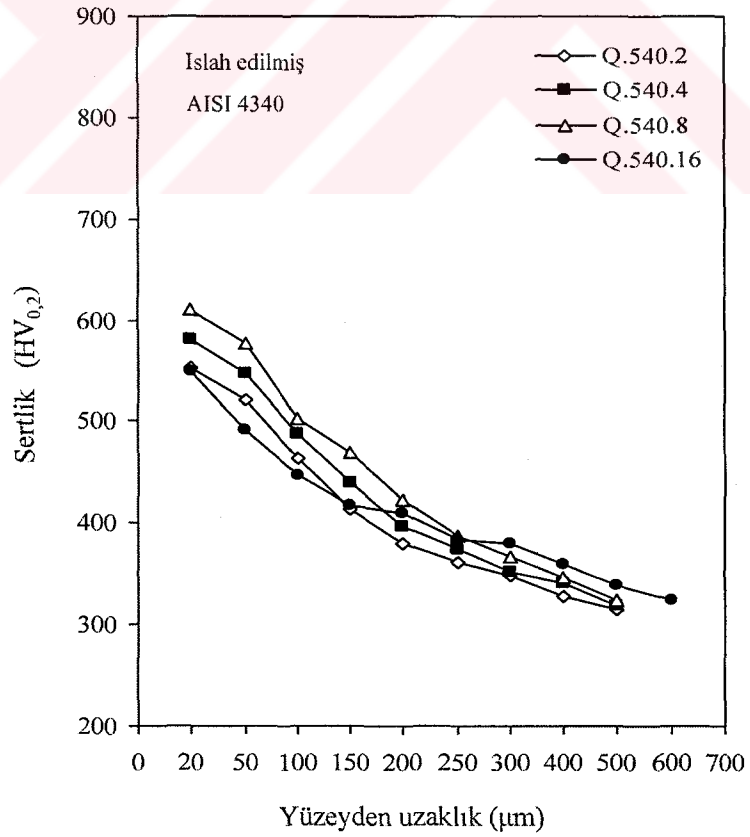
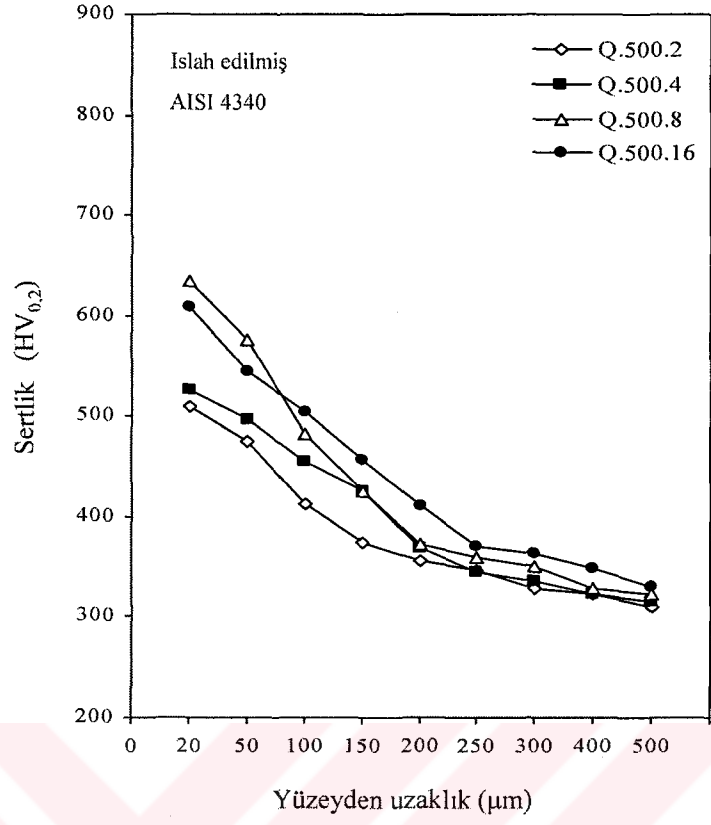
Tablo 6.4. İyon nitürleme sonrası her bir koşula ait mikro sertlik dağılımı (HV_{0,2}).

Deney parçası	Sertlik dağılımı										Yayınım tabaka kalınlığı (μm)
	20 μm	50 μm	100 μm	150 μm	200 μm	250 μm	300 μm	400 μm	500 μm	600 μm	
Y.500.2	448	396	332	293	263	245	224	210			280
Y.500.4	456	374	297	275	269	245	226	225			285
Y.500.8	447	406	335	287	260	254	238	224			315
Y.500.16	447	421	364	325	301	259	253	232			395
Y.520.4	473	424	352	313	270	243	234	215			305
Y.540.2	474	443	399	328	273	250	230	215			290
Y.540.4	508	435	380	322	278	258	245	228			365
Y.540.8	539	422	356	313	283	263	252	233	220		400
Y.540.16	472	436	396	362	330	298	257	241	233		500
Q.500.2	510	474	412	375	355	347	329	323	310		280
Q.500.4	526	497	455	426	368	345	336	322	315		300
Q.500.8	634	575	482	425	372	359	350	328	322		360
Q.500.16	609	545	504	456	410	371	363	348	331		470
Q.520.4	537	499	474	437	401	367	348	334	323		395
Q.540.2	553	521	464	414	381	362	340	315	310		315
Q.540.4	580	548	488	440	396	375	353	341	318		420
Q.540.8	610	576	502	470	422	387	367	347	324		450
Q.540.16	549	492	447	418	409	384	381	359	339	325	510

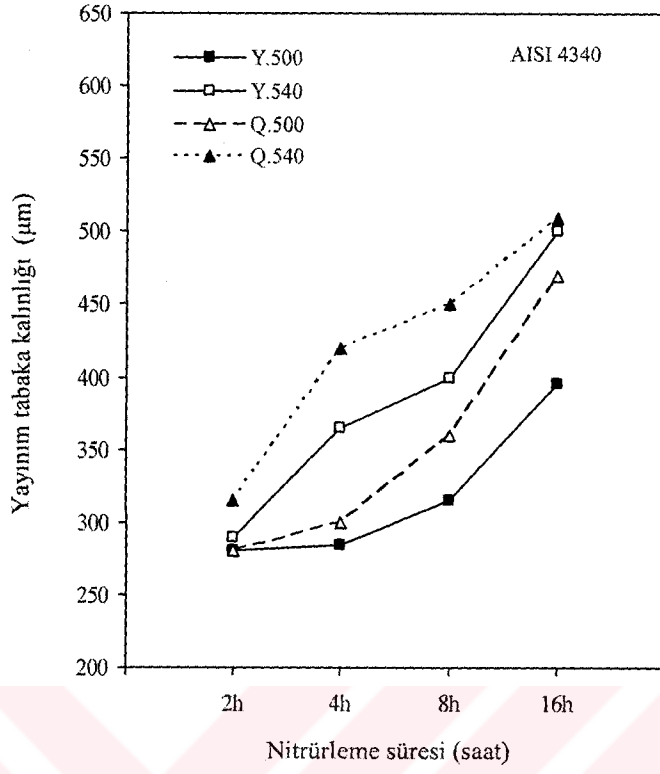
İslah edilmiş ve edilmemiş AISI 4340 çeliğinin, 500 °C ve 540 °C sıcaklığında 2, 4, 8 ve 16 saat süre ile iyon nitürlenmesi sonucu mikro sertlik dağılımında oluşan değişimler sırası ile Şekil 6.33 ve Şekil 6.34 'de verilmiştir. İyon nitürleme süresi ve sıcaklığına bağlı değişimleri ise arasında verilmiştir. İyon nitürleme sıcaklık ve süresine bağlı olarak elde edilen yayınım tabaka kalınlıkları Şekil 6.35 ve Şekil 6.36 'da verilmiştir.



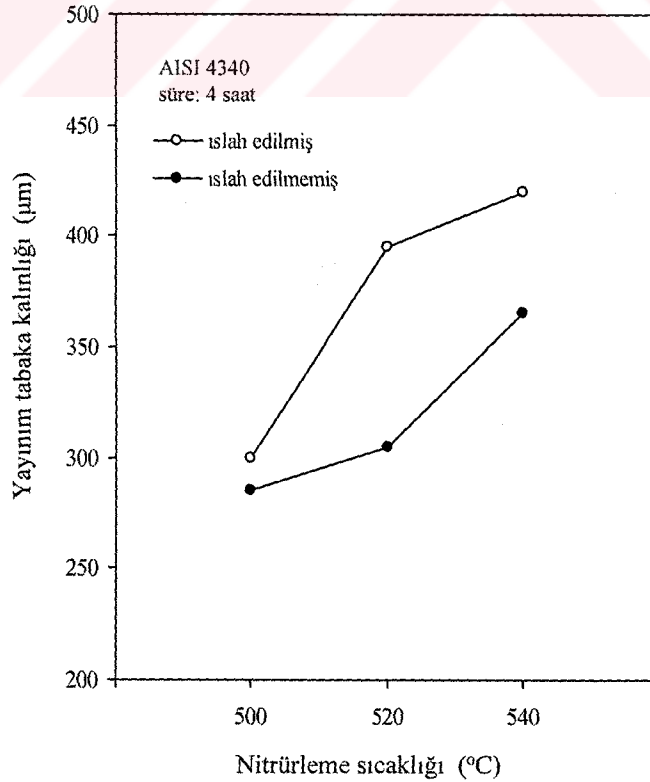
Şekil 6.33. Isilah edilmemiş parçaların iyon nitürleme sonrası sertlik dağılımı.



Şekil 6.34. Isilah edilmiş parçaların iyon nitürleme sonrası sertlik dağılımı.



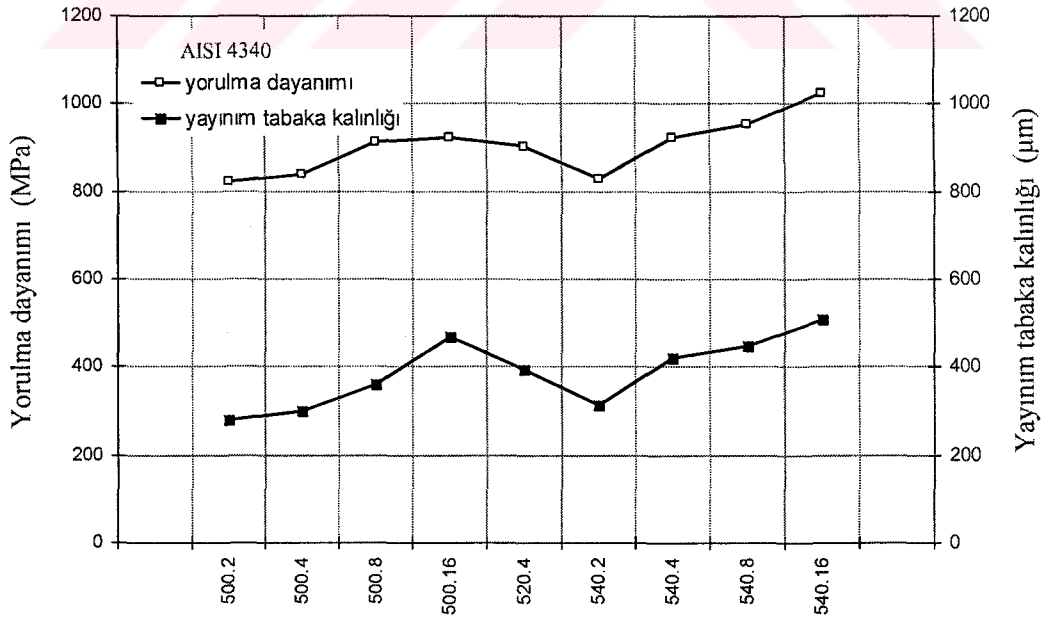
Şekil 6.35. Yayınım tabaka kalınlığının nitrüleme koşullarına bağlı olarak değişimi.



Şekil 6.36. İyon nitrüleme sıcaklığının yayınım tabakasının gelişimine etkisi.

İyon nitürleme işlemi yayınım kontrollü bir işlem olduğundan, işlem sıcaklığının ve işlem süresinin artmasıyla birlikte yayınım tabaka kalınlığının da arttığı görülmüştür (Şekil 6.35). İyon nitürleme işlem süresinin uzaması ile azotun yayınımı daha etkin olmuş ve yayınım tabaka kalınlığı artmıştır. Ayrıca, Şekil 6.36 'dan nitürleme süresinden bağımsız olarak iyon nitürleme sıcaklığının artması ile birlikte yayınım tabaka kalınlığının arttığı görülmektedir. Sıcaklık ve sürenin en yüksek olduğu (540 °C ve 16 saat) koşulda, yayınım tabaka kalınlığının deneysel çalışmalarda elde edilen en yüksek değer olan 510 µm 'a ulaştığı görülmektedir.

Yayınım tabaka kalınlığının artması ile yorulma dayanımının da arttığı görülmektedir (Şekil 6.37). Yayınım tabaka kalınlığındaki artış yorulma dayanımını birincil dereceden etkileyen faktör olup, iyon nitürleme süresinin artması ile yayınım tabaka kalınlığı, dolayısı ile de yorulma dayanımı artmaktadır. Yayınım tabaka kalınlığının artması, yorulma çatlak başlangıç noktasını malzemenin merkezine doğru öteleyecek ve bu da çatlak oluşumu için gerekli olan net gerilme, dolayısıyla uygulanan gerilme değerinin artacağı anlamını taşımaktadır ki bu da yorulma dayanımını arttırır.

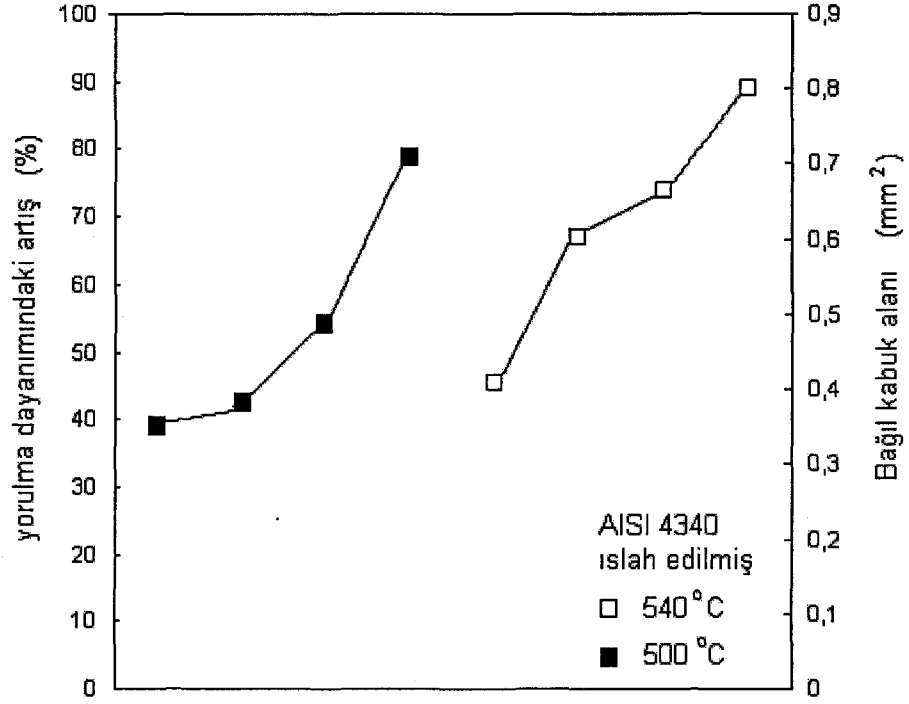


Şekil 6.37. Yayınım tabaka kalınlığı ile yorulma dayanımı arasındaki ilişki.

Bir çok literatürde, döner eğmeli yorulma deneylerinde, parça çapının çekirdek çapına oranı şeklinde tanımlanan ve yayınım tabaka kalınlığı ile şekillenen $D/(D-2t)$ boyutsuz parametresinin artması ile yorulma dayanımının arttığı ve bu artışın sürekli olduğu sınır değerinin maksimum 1,5 olduğu belirtilmiş ve $D/(D-2t) \leq 1,4$ şeklinde gösterilmiştir. Aşırı kalın yayınım tabaka kalınlıklarında oluşan yorulma dayanımındaki düşüşün nedeni olarak, yayınım tabakasında oluşan yüksek basma gerilmesine karşılık kuvvet dengesini sağlamak amacıyla ana malzemede oluşan yüksek çekme artık gerilmeleri gösterilmiş olup, bunlar hızlı çatlak başlangıcına neden olmaktadır. $D/(D-2t)$, t/D ve A_R alan oranı olarak belirlenen boyutsuz büyüklükler ile yorulma dayanımındaki değişimler incelenmiş olup Tablo 6.5 'de verilmiş ve şematik olarak Şekil 6.38 'de gösterilmiştir.

Tablo 6.5. Yorulma deney parçalarına ait bağıl kabuk alan değerleri.

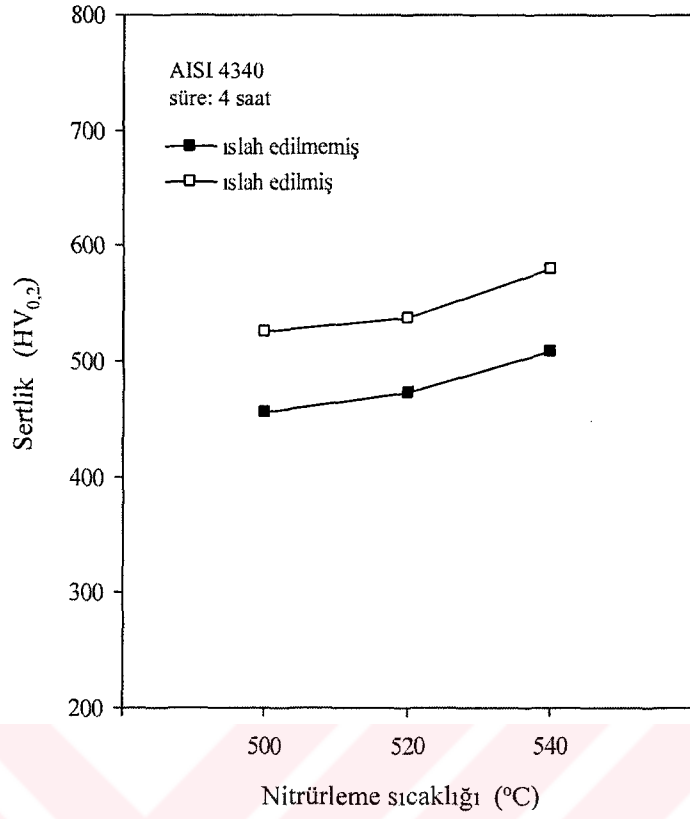
Deney parçası	Yayınım tabaka kalınlığı (μm)	Beyaz tabaka kalınlığı (μm)	t/D	$D/(D-2t)$	Bağıl kabuk alanı (A_R)	Yorulma dayanımı (MPa)	Yorulma dayanımı artışı (%)
Y	-	-	-	-	-	350	-
Q	-	-	-	-	-	534	-
QT	-	-	-	-	-	458	-
Q.500.2	280	2,62	0,070	1,163	0,352	822	54
Q.500.4	300	3,07	0,075	1,176	0,384	838	57
Q.500.8	360	4,03	0,090	1,220	0,487	912	70,8
Q.500.16	470	4,88	0,118	1,307	0,709	924	73
Q.540.2	315	4,80	0,079	1,187	0,409	830	55,4
Q.540.4	420	5,42	0,105	1,266	0,602	922	72,6
Q.540.8	450	6,95	0,113	1,290	0,665	954	78,6
Q.540.16	510	8,80	0,127	1,342	0,802	1024	91,7
QT.500.8	360	4,03	0,090	1,219	0,487	855	86,6
Q.520.4	395	3,95	0,098	1,246	0,553	902	68,9
Y.500.4	285	3,07	0,072	1,166	0,360	556	58,8
Y.500.16	395	4,88	0,099	1,246	0,553	656	87
Y.540.4	365	5,42	0,091	1,223	0,496	634	41,1
Y.540.16	500	8,80	0,125	1,333	0,770	734	110
Y.520.4	305	3,95	0,076	1,179	0,392	623	78



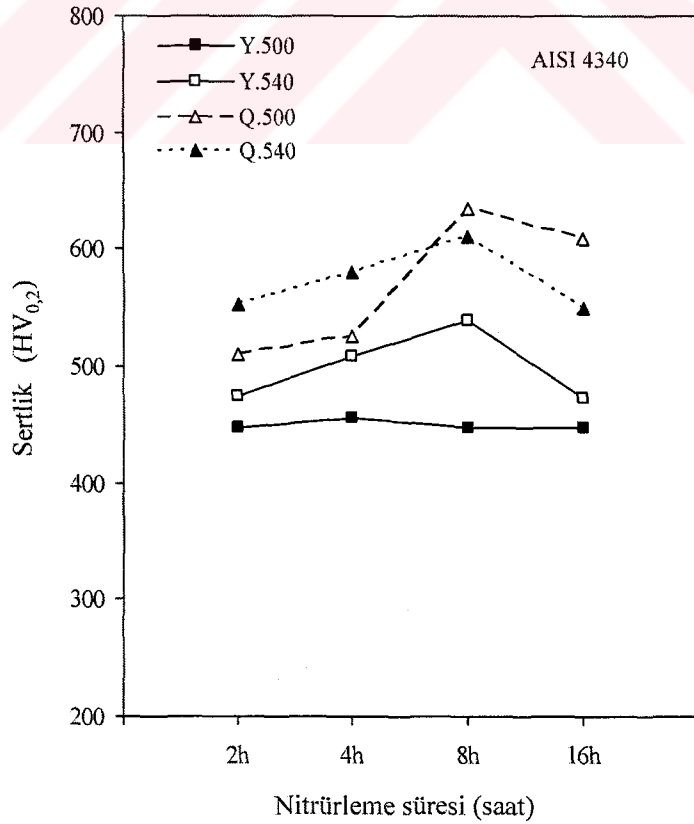
Şekil 6.38. Bağıl kabuk kalınlığının yorulma dayanımına etkisi.

Şekil 6.38 'den de görüldüğü gibi, bağıl kabuk alanı (A_R) arttıkça, malzemenin yorulma dayanımı da artmaktadır. Burada, bağıl kabuk alanı ile yayınım tabakasının kesit alanının çekirdek kesitinin alanına oranı kastedilmektedir. Yani, yayınım tabaka kalınlığı arttıkça A_R değeri de artacaktır.

İyon nitrüleme sıcaklığının artması ile birlikte yüzey sertlik değerinin de arttığı saptanmıştır (Şekil 6.39). İşlem sıcaklığındaki artış, yayının azot miktarını ve dolayısı ile nitrür yoğunluğundaki artış oluşturarak yüzey sertliğinin artmasına yol açmaktadır. 500 °C ve 540 °C 'de yapılan iyon nitrüleme işlemlerinde, en yüksek yüzey sertlik değerlerinin 8 saatlik iyon nitrüleme koşullarında elde edildiği ancak, nitrüleme süresinin uzaması durumunda (16 saat) ise yüzey sertliğinde önemli oranda azalmanın olduğu görülmüştür (Şekil 6.40). Bunun olası nedeninin, oluşan nitrürlerin aşırı büyümesi ve hatta çözünmesi ile yüzey sertliğinin azalması olarak düşünülmektedir. 500 °C gibi düşük sıcaklıklarda yapılan iyon nitrüleme işleminde, yayınan azot miktarının azalması nedeniyle oluşan nitrür yoğunluğunun yeterli olmayarak, elde edilen yüzey sertliğini düşürdüğü saptanmıştır.



Şekil 6.39. İyon nitrüleme sıcaklığının yüzey sertliğine etkisi.



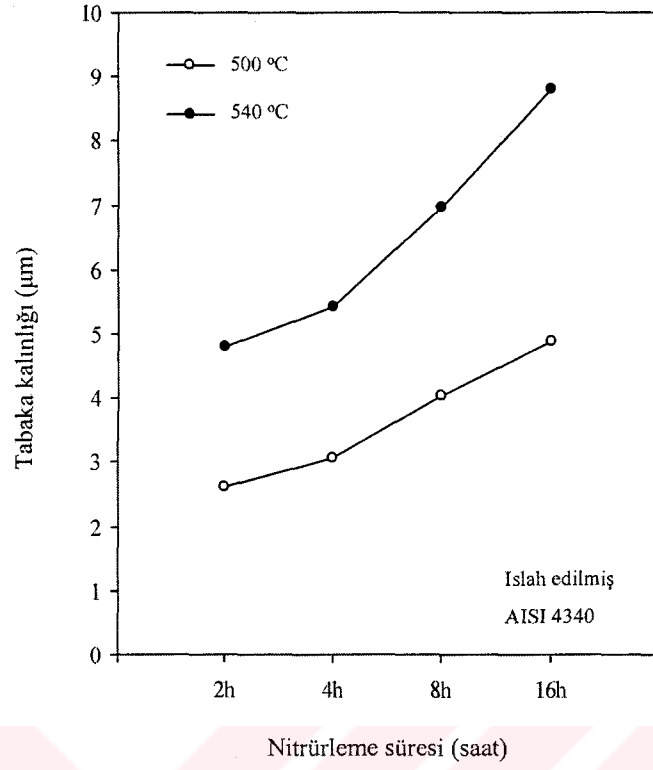
Şekil 6.40. Yüzey sertliğinin nitrüleme koşullarına bağlı olarak değişimi.

6.6. Beyaz Tabakanın İncelenmesi

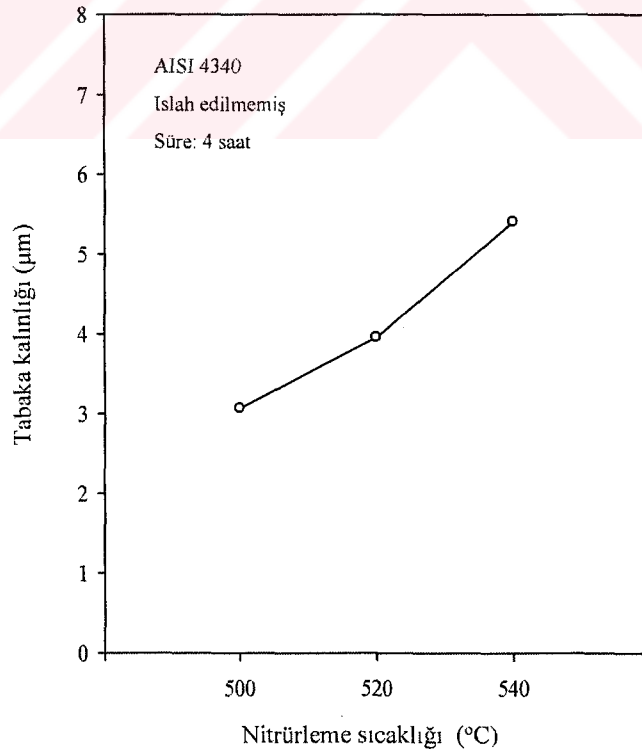
Beyaz tabaka son derece sert ve kırılğan bir yapıya sahip olup, uygulanan darbeli zorlanmalar altında çatlak başlangıç potansiyeli ve oluşan bu çatlağın ilerlemesi hızlı olmasından dolayı yapıda olması pek istenmez. Ancak, iyon nitrülenmiş yapılarda, yorulma çatlağı ana malzeme-yayınım tabakası ara geçiş bölgesinde başladığından dolayı yorulma dayanımı, yayınım tabaka kalınlığı ve ana malzeme tarafından kontrol edilmekte olup, parça yüzeyinde oluşan beyaz tabakanın yorulma dayanımı üzerinde herhangi bir olumlu ya da olumsuz etkisi yoktur.

Malzemenin başlangıç mikro yapısının beyaz tabaka kalınlığının gelişimine ve oluşturduğu fazların türüne her hangi bir etkisi olmadığı için, beyaz tabaka kalınlıklarının ölçümü sadece ıslah edilmiş malzeme için yapılmış ve ölçüm değerleri Tablo 5.13 'de verilmiştir. İyon nitrülleme işlem sıcaklığı ve süresine bağlı olarak beyaz tabaka kalınlığındaki değişim Şekil 6.41 ve Şekil 6.42 'de verilmiştir. Beyaz tabaka görüntüleri optik mikroskop yardımıyla alınarak Şekil 6.43 ve Şekil 6.44 'de verilmiştir. Beyaz tabaka kalınlığı artan iyon nitrülleme sıcaklık ve süresi ile artarken, bu artışta sıcaklığın daha etkin olduğu görülmektedir.

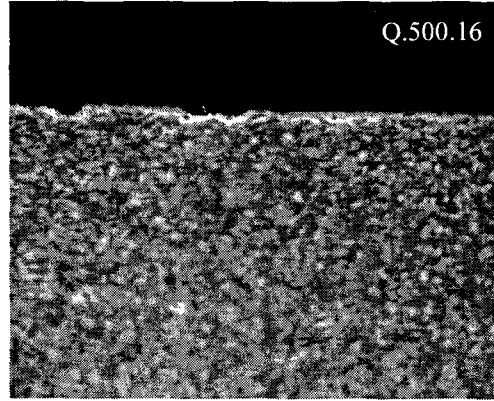
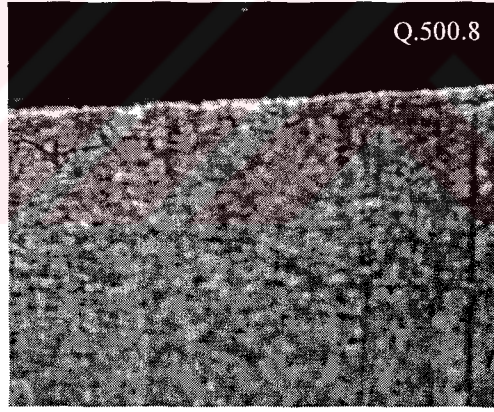
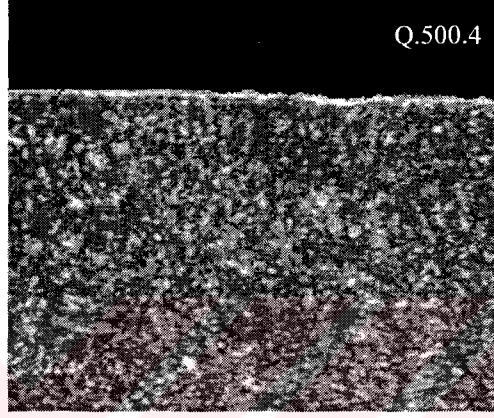
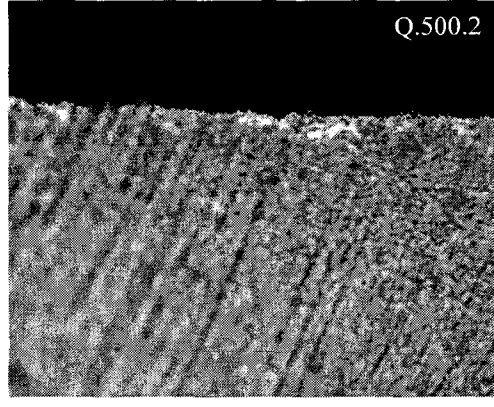
İnce, sert ve gevrek özelliklere sahip olan beyaz tabaka γ -Fe₄N (YMK) ve ϵ -Fe_{2,3}N (Hegzagonal) metallar arası bileşiklerden oluşup kendisini oluşturan fazlar, gaz karışımına, işlem sıcaklık ve süresine bağlı olarak gelişmektedir. İyon nitrülleme yüzey sertleştirme işlemi sonrası oluşan fazların sıcaklık ve süre ile değişimini belirlemek amacıyla, 500 °C ve 540 °C 'de 2 ve 16 saat süre ile iyon nitrülleme işlemi uygulanmış deney parçalarının X-ışınları analizi yapılmış olup, elde edilen sonuçlar Şekil 6.45 'de verilmiştir. İyon nitrülleme sıcaklığının 500 °C olması durumunda, beyaz tabaka γ -Fe₄N ve ϵ -Fe₃N fazlarından oluştuğu, nitrülleme süresinin artması ile (16 saat) γ -Fe₄N miktarının artarken ϵ -Fe₃N miktarının azaldığı saptanmıştır. İyon nitrülleme sıcaklığının 540 °C olması durumunda ise beyaz tabaka tamamıyla γ -Fe₄N fazından oluşmakta olup, nitrülleme süresinin artması ile miktarı da artmaktadır. AISI 4340 çeliğinin içeriğindeki krom miktarının %0,79 gibi düşük bir değerde olmasından dolayı, oluşmuş olan krom nitrürler XRD-600 cihazı ile tespit edilmemiş olup yalnızca Ni saptanmıştır.



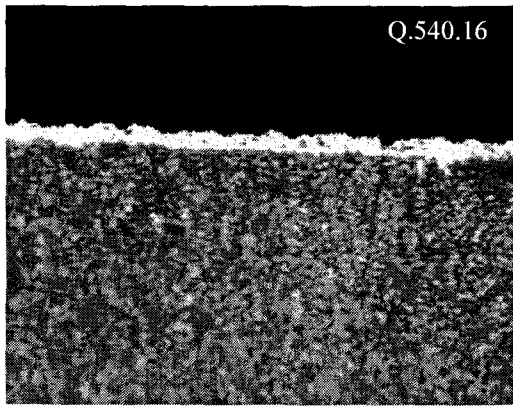
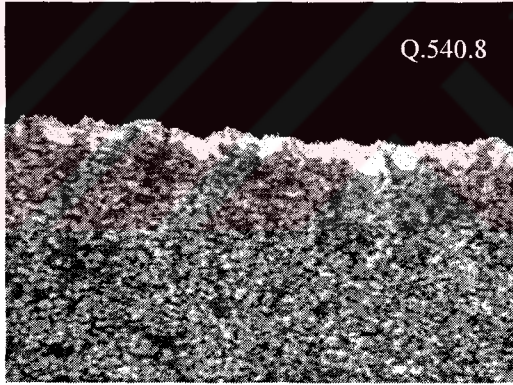
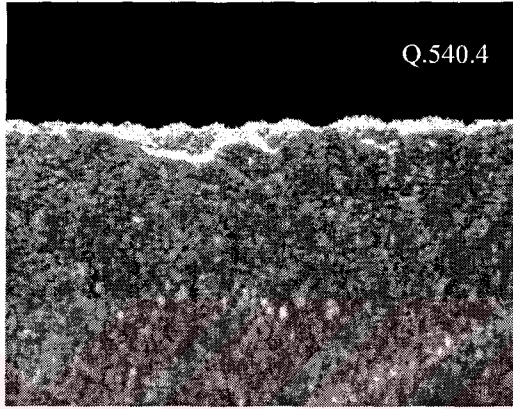
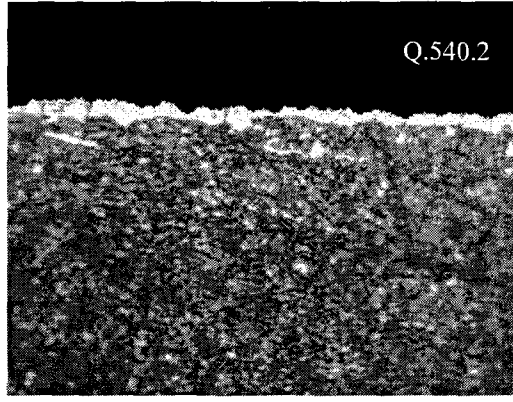
Şekil 6.41. Beyaz tabaka kalınlığının nitrürleme koşullarına bağlı olarak değişimi.



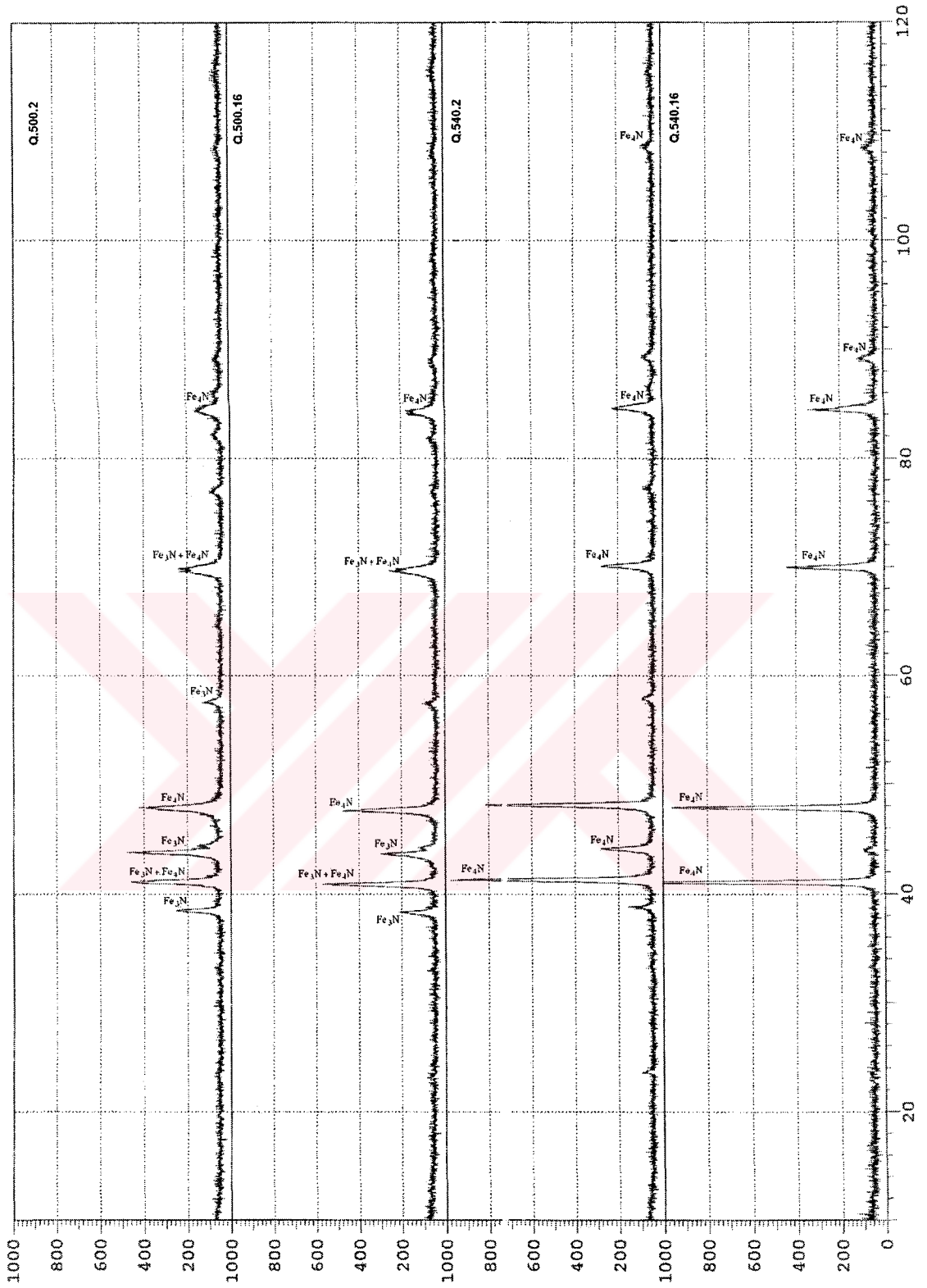
Şekil 6.42. İyon nitrürleme sıcaklığının beyaz tabaka kalınlığına etkisi.



Şekil 6.43. 500 °C 'de 2, 4, 8 ve 16 saat süre ile iyon nitürleme sonrası elde edilen beyaz tabaka görüntüleri.



Şekil 6.44. 540 °C 'de 2, 4, 8 ve 16 saat süre ile iyon nitrürlenme sonrası elde edilen beyaz tabaka görüntüleri.



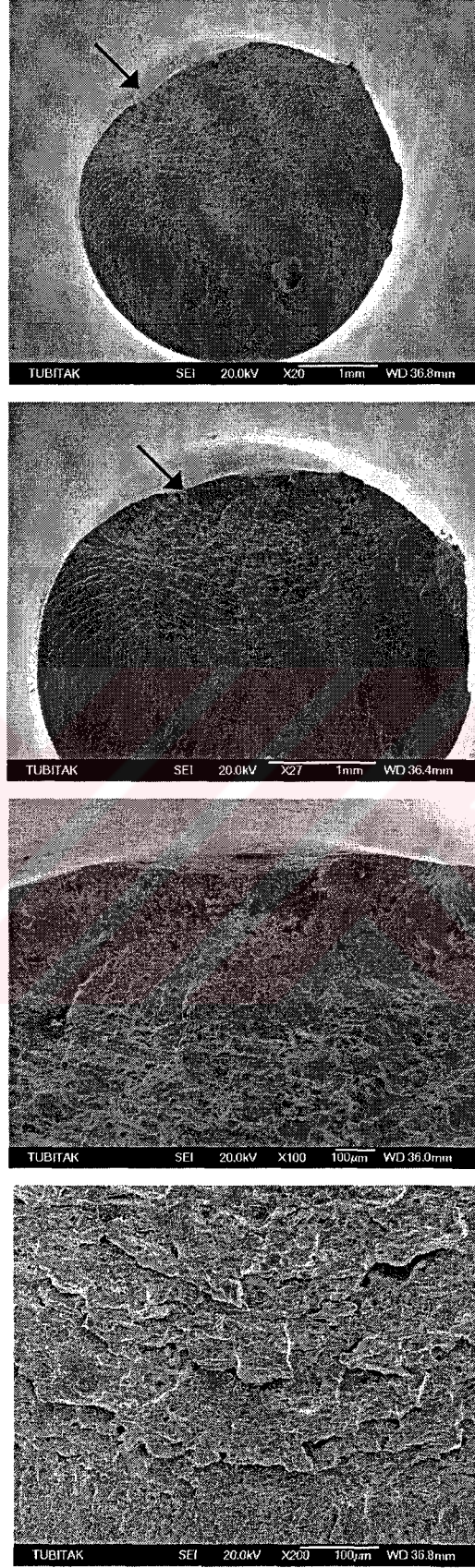
Şekil 6.45. İyon nitrilenmiş deney parçalara ait X-ışınları analiz sonuçları.

6.7. Kırılma Yüzeylerinin İncelenmesi

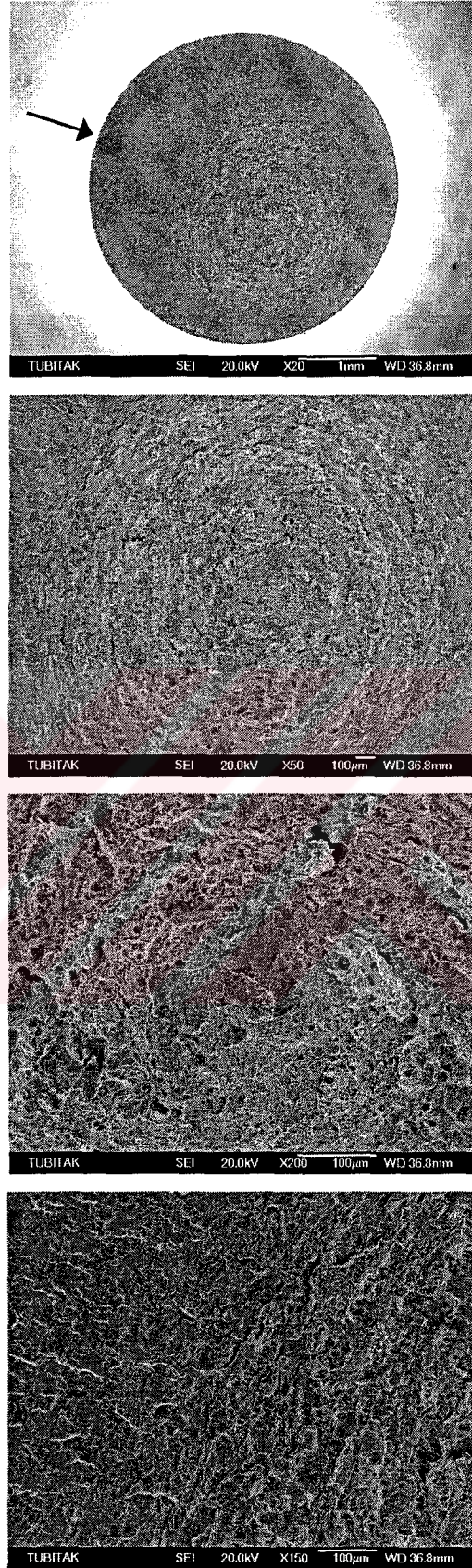
İyon nitrüleme işlemi uygulanmış, yüksek çevrimli yorulma bölgesindeki parçalarda yorulma kırılması yüzey altından başlarken, herhangi bir yüzey sertleştirme işlemi uygulanmamış deney parçalarında yorulma kırılması yüzeyden başlar. Şekil 6.46 'da ıslah edilmiş koşullara sahip yorulma deney parçasına ait kırılma yüzeyi verilmiş olup, uygulanan 560 Mpa gerilme altında, yorulma çatlakları yüzeydeki bir süreksizlikten başlamış ve 498000 çevrim sonunda kırılma oluşmuştur. Kırılma yüzeyi incelendiğinde, yorulma çizgileri belirgin bir şekilde görülmekte olup çatlak yüzeyden tek bir noktadan başlamıştır.

İyon nitrülenmiş yapılarda yüksek çevrimli yorulma bölgelerinde, yorulma çatlakları yayılım tabakası ile ana malzeme ara geçiş yüzeyinde bulunan katışkılardan başlar ve uygulanan döner eğmeli zorlanmadan dolayı dairesel biçimde gelişir. Bu tür çatlaklara balık gözü (fish eye) yorulma çatlakları adı verilir. Şekil 6.47 'de ıslah edilmiş ve 500 °C 'de 2 saat süre ile iyon nitrülenmiş yorulma deney parçasının uygulanan 900 Mpa gerilme altında, 166900 çevrim sonucunda oluşan kırılma yüzeyi görülmektedir. Çatlak, yayılım tabaka kalınlığının altında balık gözü yorulma çatlakları biçiminde gelişmiş olup, çatlak başlangıç noktası oldukça net olarak görülmektedir.

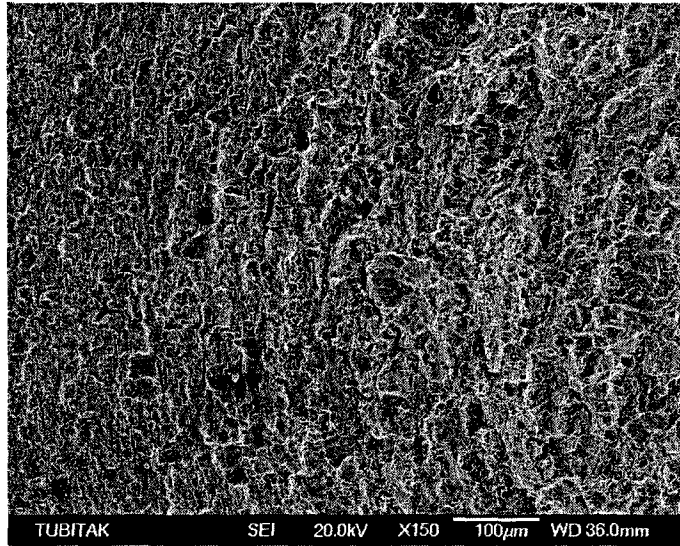
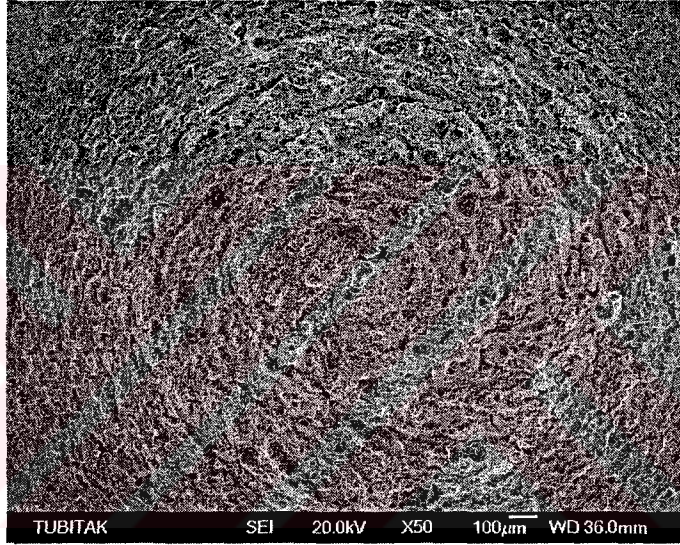
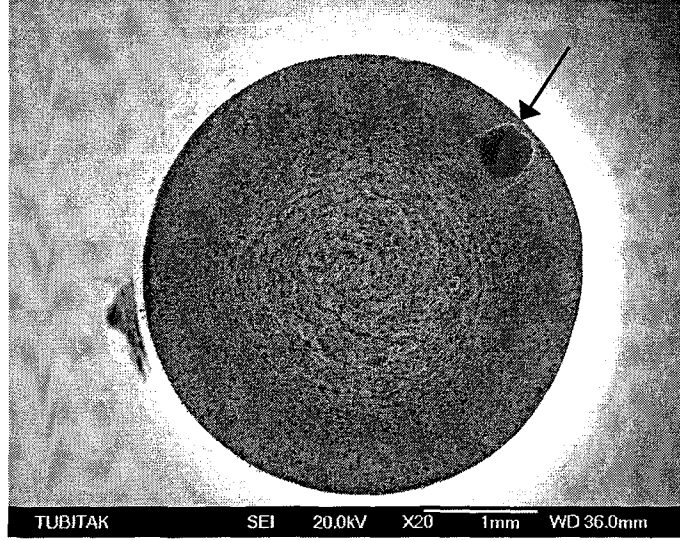
Şekil 6.48 ve Şekil 6.49 'da, sırası ile ıslah edilmiş 540 °C 'de 16 saat süre ile iyon nitrülenmiş yorulma deney parçasına uygulanan 1100 MPa gerilme değerinde 187200 çevrim sonunda oluşan kırılma yüzeyi ile, ıslah edilmemiş 540 °C 'de 16 saat süre ile iyon nitrülenmiş yorulma deney parçasına uygulanan 730 MPa gerilme değerinde 1235000 çevrim sonunda oluşan kırılma yüzeyine ait görüntüler verilmiştir. Her birinin kırılma yüzeyi incelendiğinde, balık gözü yorulma çatlaklarının oluştuğu gözlenmiştir. Her bir koşul için yorulma çatlak başlangıcı söz konusu şekilde belirgin bir biçimde görülmektedir. İyon nitrülenmiş yapılarda, düşük çevrimli ve yüksek gerilmeli yorulma bölgesinde çalışılması durumunda yüzeyden başlar. Örneğin, Q.500.8.14 no 'lu deney parçası uygulanan 1150 MPa gerilme değerinde 12500 çevrim sonunda kırılmıştır. Kırılma, yüzeydeki herhangi bir süreksizlikten başladığı içinde balık gözü kırılma yüzeyi oluşmamıştır.



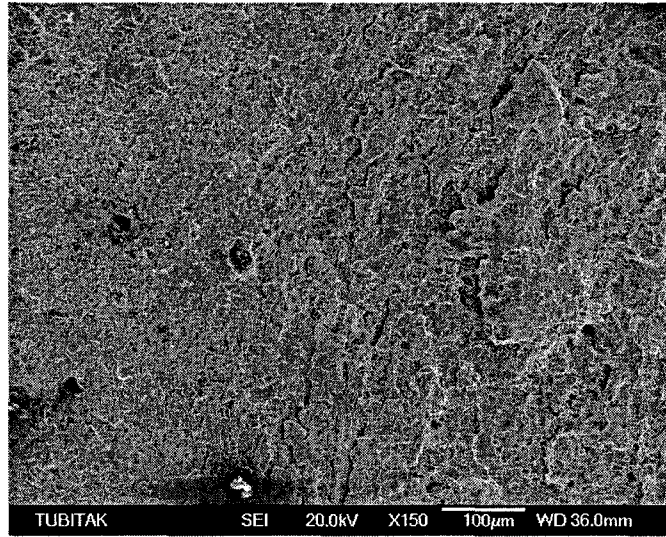
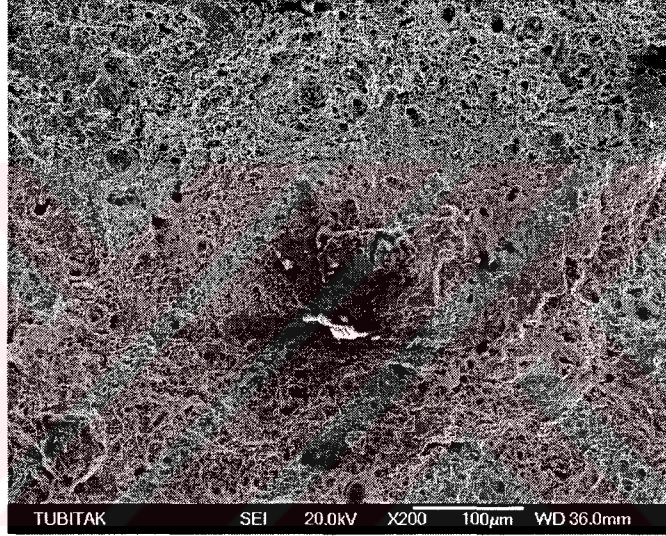
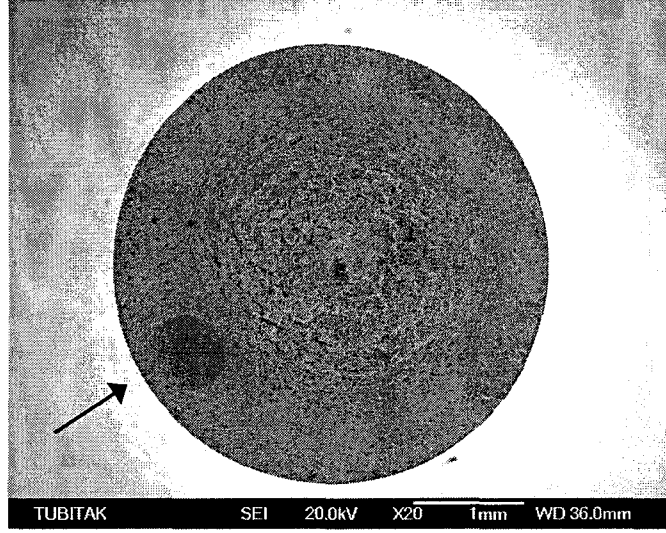
Şekil 6.46. Islah koşullarındaki yorulma deney parçasının kırılma yüzeyinin görünümü (560 MPa, 498000 çevrimde kırıldı).



Şekil 6.47. Q.500.2.8 no 'lu yorulma deney parçasının kırılma yüzeyinin görünümü (900 Mpa, 166900 çevrimde kırıldı).



Şekil 6.48. Q.540.16.6 no 'lu yorulma deney parçasının kırılma yüzeyi görünümü (1100 Mpa, 187200 çevrimde kırıldı).



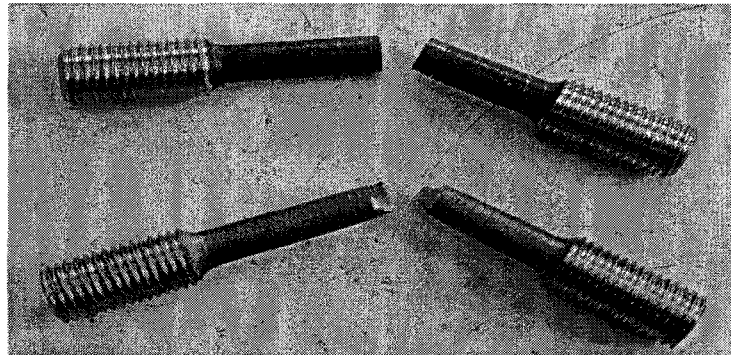
Şekil 6.49. Y.540.16.1 no 'lu yorulma deney parçasının kırılma yüzeyi görünümü (730 Mpa, 1235000 çevrimde kırıldı).

6.8. Çekme Deneyi Sonuçlarının İncelenmesi

Yorulma kırılması oluşmaksızın malzemenin taşıyabileceği maksimum gerilme değeri yorulma dayanımı olarak adlandırılmakta olup malzemenin çekme dayanımı ile şekillenmektedir. Demir esaslı alaşımlarda yorulma dayanımı yaklaşık olarak çekme dayanımının yarısı kadardır. Yorulma dayanımı artan çekme dayanımı ile birlikte artış gösterir. Ancak, yorulma dayanımının çekme dayanımına oranı giderek azalır ve $R_m \sim 1500$ MPa 'dan sonra yorulma dayanımı pratik olarak değişmez.

İyon nitrürleme sonrası oluşan yapı yüksek dayanımlı, düşük süneklığe sahip yayınım bölgesi ile düşük dayanımlı, yüksek süneklığe sahip ana malzemeden oluşan bir kompozit malzeme olarak düşünülebilir. Farklı sıcaklık ve sürelerde yapılan iyon nitrürleme sonrası şekillenen yayınım tabaka kalınlığını mekanik özelliklerdeki etkisini görmek amacıyla yapılan çekme deney sonuçları Tablo 5.14 'de verilmiş olup, bunların bazılarına ait kırılma yüzeyleri Şekil 6.50 'de görülmektedir.

İyon nitrürleme işlemi ile birlikte malzemenin mekanik özelliklerinde bazı değişimler oluşmuştur. İslah edilmemiş parçalarda, iyon nitrürleme sonrası akma dayanımında yaklaşık %14 düzeyinde bir artış görülürken, bu oran ıslah edilmiş malzemede %2,5 düzeyinde kalmıştır. Çekme dayanımı ise genel olarak çok fazla bir değişim göstermemiştir. Ancak, yüksek sıcaklık ve uzun nitrürleme süresinde çekme dayanımının düştüğü görülmüştür. İyon nitrürleme işlemi ile birlikte malzemenin uzama özelliklerinde de belirgin bir azalma olduğu saptanmıştır. 540 °C ve 16 saatlik iyon nitrürleme koşullarında uzama en düşük değerini almıştır.



Şekil 6.50. Çekme deneyi sonrası kopma yüzeyinin görünümü.

BÖLÜM 7. SONUÇLAR

Malzeme başlangıç mikroyapısının, yüzey pürüzlülüğünün, yayınım tabaka kalınlığının ve iyon nitrüleme işlem koşullarının yorulma dayanımına etkisinin araştırıldığı ve AISI 4340 çeliğine maksimum yorulma dayanımı sağlayan sıcaklık ve süre gibi optimum nitrüleme parametrelerinin belirlenmesinin amaçlandığı bu çalışmada, aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

1. Malzemeye uygulanan ıslah işlemi, malzemenin mekanik özelliklerinin yanısıra yorulma dayanımını da arttırmaktadır. Deneysel çalışmalar yardımı ile, ıslah edilmiş AISI 4340 çeliğinin yorulma dayanımının 534 MPa, ıslah edilmemiş AISI 4340 çeliğinin yorulma dayanımının ise 350 MPa olduğu saptanmıştır. Islah işleminin uygulanması ile yorulma dayanımında yaklaşık %53 düzeyinde bir artış elde edilmiştir. Bu durum tüm nitrüleme koşulları sonrasında da devam etmektedir. Aynı koşullarda iyon nitrüleme sonrası, ıslah edilmiş AISI 4340 çeliğinin yorulma dayanımı değeri ıslah edilmemiş AISI 4340 çeliğinkinden çok daha yüksektir.

2. Yüzey pürüzlülüğünün artması ile malzemenin yorulma dayanımı düşmektedir. İyon nitrüleme öncesi yapılan yorulma deneylerinde, ıslah edilmiş koşullarda yüzeyi parlatılmış deney parçalarının yorulma dayanımı 534 MPa iken, daha kaba yüzey profiline sahip olan parlatılmamış deney parçalarının yorulma dayanımının 458 MPa olduğu belirlenmiştir. Diğer bir deyişle, yüzey pürüzlülüğünün 0,96 μm 'dan 0,25 μm 'a düşmesi ile malzemenin yorulma dayanımında % 16,5 düzeyinde bir artışın olduğu saptanmıştır.

Her ne kadar yüzeyi sertleştirilmiş yapılarda yorulma çatlakları yüzeyin hemen altından, yayınım tabakası ile ana malzeme ara geçiş yüzeyinden başlasa da, yüzey pürüzlülüğünün düşmesi ile iyon nitrüleme sonrasında malzemenin yorulma dayanımında artış olduğu saptanmıştır. Diğer bir deyişle, yüzey pürüzlülüğünün yorulma dayanımını azaltıcı etkisi, iyon nitrüleme sonrasında azalarakta olsa devam

etmektedir. 500 °C sıcaklıkta 8 saat süre ile yapılan iyon nitürleme sonrası, yüzey parlatma işlemi uygulanmamış ve uygulanmış deney parçalarının yorulma dayanımları sırasıyla 855 MPa ve 912 MPa olup, yüzey pürüzlülüğünün azalması ile yorulma dayanımında %6.7 'lik bir artış gözlenmiştir.

3. İyon nitürleme sonrası, artan işlem sıcaklık ve süresiyle birlikte parçaların yüzey pürüzlülüğünün arttığı görülmüştür.

4. İyon nitürleme sıcaklığının artması ile birlikte yüzey sertlik değerinin de arttığı saptanmıştır. En yüksek yüzey sertliğinin, 540 °C 'de 8 saat süre ile yapılan iyon nitürleme işleminde elde edildiği görülmüştür. 500 °C 'de yapılan iyon nitürleme işleminde, yayınan azot miktarının azalması nedeniyle oluşan nitür yoğunluğunun yeterli olmayarak, elde edilen yüzey sertliğini düşürdüğü saptanmıştır. Ayrıca, nitürleme süresinin uzaması durumunda (16 saat), yüzey sertliğinde önemli bir oranda azalmanın olduğu görülmüştür. Bunun olası nedeninin, oluşan nitürlerin aşırı büyümesi olduğu düşünülmektedir.

5. İyon nitürleme işlemi yayılım kontrollü bir işlem olduğundan, işlem sıcaklığının ve işlem süresinin artmasıyla birlikte yayılım tabaka kalınlığının arttığı görülmüştür. İyon nitürleme işlem sıcaklık ve süresinin en yüksek olduğu (540 °C ve 16 saat) koşulda, yayılım tabaka kalınlığının deneysel çalışmalarda elde edilen en yüksek değer olan 510 µm 'a ulaştığı görülmüştür.

6. İyon nitürleme sonrası, yayılım tabaka kalınlığının artması ile birlikte yorulma dayanımının da arttığı görülmüştür. Yapılan deneysel çalışmalarda, iyon nitürleme sonrası yorulma dayanımındaki artışın yayılım tabaka kalınlığındaki artış ile birlikte hareket ettiği saptanmıştır. Elde edilen yayılım tabaka kalınlık değerleri, literatürlerde boyutsuz parametreler yardımı ile belirlenen kritik yayılım tabaka kalınlığı altında kaldığından, yorulma dayanımındaki artışın yayılım tabaka kalınlığındaki artış birlikte hareket ettiği belirlenmiştir.

7. Yorulma dayanımının en yüksek olduğu iyon nitürleme koşulunun 540 °C ve 16 saat olduğu saptanmıştır. Söz konusu bu sıcaklık ve süre değerleri, aynı zamanda en

yüksek yayınım tabaka kalınlığının elde edildiđi iyon nitrüleme kořuludur. Bu kořullar altında yapılan iyon nitrüleme sonrası elde edilen en yüksek yorulma dayanımı, ıslah edilmiş malzemede 1024 MPa iken ıslah edilmemiş malzemede 734 MPa olmuřtur. Söz konusu bu deđerlerle, iyon nitrüleme sonrası yorulma dayanımında ıslah edilmiş malzemede %91,7, ıslah edilmemiş malzemede ise %110 'a varan bir iyileřme sađlanmıřtır.

8. İyon nitrüleme sıcaklıđının 500 °C olması durumunda, elde edilen beyaz tabakanın γ -Fe₄N ve ϵ -Fe₃N fazlarından oluřtuđu, nitrüleme süresinin artması ile birlikte (16 saat) γ -Fe₄N miktarının artarken ϵ -Fe₃N fazının azaldıđı saptanmıřtır. İyon nitrüleme sıcaklıđının 540 °C olması durumunda ise, beyaz tabaka tamamıyla γ -Fe₄N fazından oluřmakta olup, nitrüleme süresinin artması ile miktarı da artmaktadır.

9. İslah edilmemiş malzemelerin iyon nitrüleme sonrası yapılan yorulma deneylerinde, uygulanan gerilimdeki küçük deđiřimlerin elde edilen çevrim sayısında büyük deđiřikliklere neden olduđu görölmüřtür. Bu malzeme grubunun S-N eđrisinin eđimi de oldukça küçüktür.

10. İyon nitrüleme iřlemi ile birlikte malzemenin mekanik özelliklerinde bazı deđiřimler oluřmuřtur. İslah edilmemiş parçalarda, iyon nitrüleme sonrası akma dayanımında yaklaşık %14 düzeyinde bir artış görölrken, bu oran ıslah edilmiş malzemede %2,5 düzeyinde kalmıřtır. Çekme dayanımı ise genel olarak çok fazla bir deđiřim göstermemiřtir. Ancak, yüksek sıcaklık ve uzun nitrüleme süresinde çekme dayanımının düřtüđu görölmüřtür. İyon nitrüleme iřlemi ile birlikte malzemenin uzama özelliklerinde de belirgin bir azalma olduđu saptanmıřtır. 540 °C ve 16 saat 'lik iyon nitrüleme kořullarında uzama en düşük deđerini almıřtır.

KAYNAKLAR

1. ALSARAN,A., ve diğ., 2000, İyon nitrasyon ile yüzey sertleştirme işleminde optimum çalışma şartlarının belirlenmesi, 9. Uluslararası Makina Tasarımı ve İmalat Kongresi, ODTÜ, Ankara.
2. ALSARAN,A., ÇELİK,A., 2001, Structural characterization of ion nitrided AISI 5140 low-alloy steel, *Materials Characterization*, v.47, p.207-213.
3. ALSARAN,A., ÇELİK,A., 2002, Determination of the optimum conditions for ion nitriding of AISI 5140 steel, *Surface and Coatings Technology*, v.160, p.219-226.
4. ALSARAN,A., KARAKAN,M., ÇELİK,A., 2002, The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel. *Materials Characterization*, v.48, p.323-327.
5. ALSARAN,A., 2003, Determination of tribological properties of ion nitrided AISI 4140 steel, *Materials Characterization*, v.49, p.171-176.
6. ANICHKINA,N.L., BOGOLYUBOV,V.S., BOIKO,V.V, DENISOV,V.E., 1989, Comparison of methods of gas, ionic and vacuum nitriding, *Metal Science and Heat Treatment*, v.31, n.3, p.170-174.
7. ASHRAFIZADEH,F., 2003, Influence of plasma and gas nitriding on fatigue resistance of plain carbon (CK 45) steel, *Surface and Coatings Technology*, v.173-174, p.1196-1200.
8. ATASOY,Ö.E., 1976, The structure of nitrided and annealed Fe-1%V alloy, *Transactions of JIM*, v.17, p.625-629.
9. BELL,T., LOH,N.L., 1982, The fatigue characteristics of plasma nitrided three-pct. Cr-Mo steel, *Journal of Heating Treating*, v.2, n.3.
10. BERD,M., BUDTZ,C.V., JORGENSEN,D., 2000, On plasma nitriding of steels, *Surface and Coatings Technology*, v.124, p.25-31.
11. BERNSTEIN,M.L., ZAIMOVSKY,V.A., 1983, *Mechanical Properties of Metals*, Moscow.
12. BEWLEY,T.J., 1974, Ion Nitriding, *Metallurgia and Metal Forming*, p.227-229.
13. BLOYCE,A., 1995, How surface treatments can help the designer, *Desing Engineering*, p.32-34.

14. BLOWER,C., MARDIKE,B.L., 1998, Surface treatment of nitriding steel 34CrAlNi7:a comparison between pulsed plasma nitriding and plasma immersion ion implantation, Surface and Coatings Technology, v.98, p.1181-1186.
15. BOR,S., ATASOY,O.E., 1977, The nitriding of Fe-V alloys, Metallurgical Transactions A, v.8A, p.975-979.
16. BROKMAN,A., TULER,F.R., 1981, A study of the mechanisms of ion nitriding by the application of a magnetic field, Journal of Applied Physics, v.5, n.1, p.468.
17. BROKKS BANK,D., ANDREWS,K.W., 1969, Tessellated stresses associated with some inclusions in steel, Journal of The Iron and Steel Institute, p.474-483.
18. BUDINSKI,K.G., 1993, The wear resistans of diffusion treated surface, Wear, v.162-164, p.757-762.
19. CAMPOS,I., OSEGUERA,J., MELENDEZ.E., 1998, Growth kinetics of nitride layers during postdischarge nitriding, Surface and Coatings Technology, v.102, p.127-131.
20. CHO,K.S., LEE,C.O., 1980, The effects of carbon on ion-nitriding, Journal of Engineering Materials and Technology, v.102, p.229-233.
21. COSTA,J.P., FERREIRA,J.M., RAMALHO,A.L., 2001, Fatigue and fretting fatigue of ion-nitrided 34CrNiMo6 steel, Theoretical and Applied Fracture Mechanics, v 35, p.69-79.
22. COWLING,J.M., MARTIN,J.W., 1981, Fatigue of nitrided EN 41B steel: effect of internal-stress distribution, Metals Technology, p.289-294.
23. ÇELİK,A., 1993, Effect of ion nitriding parameters on fatigue strength of AISI 4140 steel, Ph.D. Thesis (unpublished), 1-88, Dokuz Eylül University.
24. ÇELİK,A., KARADENİZ,S., 1995, Improvement of the fatigue strenght of AISI 4140 steel by an ion nitriding process, Surface and Coatings Technology, v.72, p.169-173.
25. ÇELİK,A., KARADENİZ,S., 1996, Investigation of compound layer formed during ion nitriding of AISI 4140 steel, Surface and Coatings Technology, p.283.
26. ÇELİK,A., EFEOĞLU,İ., ALSARAN,A., 1999, İyon nitrüleme işleminden sonra ısıtılma işleminin iç yapıya etkisinin araştırılması, Bilim Günleri, MMO Denizli Şubesi, p.150-155.
27. ÇELİK,A., EFEOĞLU,İ., SAKAR,G., 2001, Microstructure and structural behaviour of ion-nitrided AISI 8620 steel, Materials Characterization, v.46, p.39-44.
28. ÇELİK,A., ALSAARN,A., KARAKAN,M., 2002, Plazma ile termokimyasal yüzey işlemleri, MMO Mühendis ve Makina, sayı. 510.

29. ÇELİK,A., KARADENİZ,S., 2003, İyon implantasyon yüzey sertleştirme işlemi, Mühendis ve Makina, Cilt.35, Sayı 412, sayfa.28-31.
30. DAWES,C., TRANTER,D.F., 1978, Recent developments in surface-hardening techniques, Metals Technology, p.278-285.
31. DE LA CRUZ,P., ERISON,T., 1998, at all, Influence of plasma nitriding on fatigue strength and fracture of a B-Mn steel. Materials Science and Engineering, v.242, p.181-194.
32. DIETER,G.H., 1988, Mechanical Metallurgy, McGraw-Hill, London
33. DINGREMONT,N. BERGMANN,E., HANS,M., COLLIGNON,P., 1995, Comparison of the corrosion resistance of different steel grades nitrided, coated and duplex treated. Surface and Coatings Technology, v.76-77, p.218-224.
34. DOWLING,E. N., 1999, Mechanical Properties of Metals, II. Edition, New Jersey.
35. EDENHOFER, E., 1974, Physical and metallurgical aspects of ion nitriding, Heat Treatment of Metals, part 2, p.59-67.
36. EDENHOFER,B., 1976, The ion nitriding process-thermochemical treatment of steel and cast iron materials, The Metallurgist and Materials Technologist, v.8, p 426.
37. EDENHOFER,B., 1976, Production ion nitriding, Metal Progress, v.109, p.38.
38. FANCEY,K.S., LEYLAND,A., TORRES,D., MATTHEUS,A., 1995, The influence of process gas characteristics on the properties of plasma nitrided steel, Surface and Coatings Technology, v.76, p.694.
39. FAST,J.D., VERRIJP,M.B., 1954, Diffusion of nitrogen in iron, Journal of the Iron and Steel Institute, v.176, p.24-27.
40. Fatigue Theory, 1997, İnternet yayını,
41. FOWLER,G.J., 1976, The influence of non-metallic inclusions on the threshold behaviour in fatigue, Materials Science and Engineering A, v.39, p.121-126.
42. FU,Y., LOH,N.L., TAN,K.W., BATCHELOR,A.W., 1998, Effect of lubrication by mineral and synthetic oil on the sliding wear of plasma nitrided AISI 4140 stainless steel, Wear, v.219, p.169-176.
43. GENEL,K., 1999, İyon nitrülenmiş AISI 4140 çeliğinin yorulma ve korozyonlu yorulma davranışı, Doktora tezi (yayınlanmamış), 1-127, İTÜ.
44. GENEL,K., DEMIRKOL,M., 1999, Effect of case depth on fatigue performance of AISI 8620 carburized steel, International Journal of Fatigue, v.21 , p.207-212.

45. GENEL,K., DEMIRKOL,M., GULMEZ,T., 2000, Corrosion fatigue behaviour of ion nitrided AISI 4140 steel, *Materials Science and Engineering A*, v.288, p.9.
46. GENEL,K., DEMIRKOL,M., ÇAPA,M., 2000, Effect of ion nitriding on fatigue behaviour of AISI 4140 steel, *Materials Science and Engineering A*, v.279, p.207.
47. GRIEVESON,P., TURKDOGAN,E.T., 1964, Kinetics of reaction of gaseous nitrogen with iron part II: kinetics of nitrogen solution in alpha and delta iron, *Transaction of the Metallurgical Society of AIME*, v.230, p.1604-1609.
48. GUAGLIANO,M., VERGANI,L., 1997, Effect of nitriding on low-cycle fatigue properties, *International Journal of Fatigue*, v.19, n.1, p.67-73.
49. HAYES,P., GRIEVESAN,P., 1975, The nitriding of Fe-5wt%Mo, *Scripta Metallurgica*, v.9, p.39-50.
50. HEKKER,P.M., ROZENDAAL,H.C.F., MITTEMEIJER,E.J, 1985, Excess nitrogen and discontinuous precipitation in nitrided iron-chromium alloys, *Journal of Materials Science*, v.20, p.718-729.
51. HEINZ,J.S., 1993, Fatigue behaviour of nitrided steels, *Steel Research*, v.64, n.8/9, p.441-448.
52. HOCK, K., SPIES,H.J., LORISCH,B., 1996, Wear resistance of prenitrided hardcoated steels for tools and machine components, *Surface and Coatings Technology*, v.88, p.44-49.
53. HODGSAN,C.C., BORAN,H.G., 1956, The tempering and nitriding of some %3 chromium steels, *Journal of the Iron and Steel Institute*, p.256-265.
54. HUDIS,M., 1973, Study of ion-nitriding, *Journal of Applied Physics*, v.44, n.4, p.1483-1496.
55. HULETT,D.M., TAYLOR,M.A., 1985, Ion nitriding and ion implantation: a comparison, *Metall Progress*, August, p.18-21.
56. HUTCHINGS,I.M., 1992, *Tribology: friction and wear engineering materials*, London.
57. INOKUTI,Y., NUSHIDA,N.,OHOSH,N., 1977, *Source Book on Nitriding*, American Society for Metals, Metals Park OH.
58. INAL,O.T., ROBINO,C.V., 1982, Structural characterization of some ion nitrided steels, *Thin Solid Films*, v.95, p.195-207.
59. INAL,O.T., OZBAYSAL,K., 1986, Mechanism of ion nitriding in Cr, Al, and Cr+Al containing 1040 steel, *Proceedings of an International Conference on Ion Nitriding*, ASM, Cleveland, Ohio, USA, p31-36.

60. INAL,O.T., OZBAYSAL,K., METIN,E.S., 1989, A review of plasma surface modification: process, parameters, and microstructural characterization, 2nd International Conference on Ion Nitriding and Ion Carburizing, Ohio, USA, p.57-65.
61. JACK,K.H.,1975 , Nitriding, Heat Treatment'73, The Metal Society, p.39-50.
62. JONES,C.K., STURGES,D.J., MARTIN,S.W., 1973, Glow-discharge nitriding in production, Metal Progress, p.62-63.
63. JONES,C.K., 1975, Ion Nitriding, Heat Treatment '73, p.71-77,
64. JONES,B.K., MARTIN,J.W., 1977, Residual stress distribution in nitrided EN 41 B steel as function of case depth, Metals Technology, p.520-523.
65. JONES,B.K., MARTIN,J.W.,1978, Fatigue failure mechanisms in a nitrided EN 41B steel, Metals Technology, p.217-221.
66. KARAKAN,M., ALSARAN,A., CELIK,A., 2003, Effects of various gas mixtures on plasma nitriding behaviour of AISI 5140 steel, Materials Characterization, 5543, p 6.
67. KARAMIS,M.B., STAINES,A.M., 1989, An evaluation of the response of 722M24 steel to high-temperature plasma nitriding treatments, Heat Treatment of Metals, v.3, p.79-82.
68. KARAMIS,M.B., 1991, An investigation of the properties and wear behaviour of plasma-nitrided hot-working steel (H13), Wear, v.150, p.331-342.
69. KARAMIS,M.B., 1991, Tribological behaviour of plasma nitrided 722M24 material under dry sliding conditions, Wear, v.147, p.385-399.
70. KARAMIS,M.B.,1991, Friction and wear behaviour of plasma-nitrided layers on 3%Cr-Mo steel, Thin Solid Films, v.203, p.49-60.
71. KARAMIS,M.B., 1992, Some effects of the plasma nitriding process on layer properties, Thin Solid Films, v.217, p.38-47.
72. KARAMIS,M.B., 1993, Experimental study of the abrasive wear behaviour of plasma nitrided gearing steel, Wear, v.161, p.199-206.
73. KARAMIS,M.B., 1993, Wear properties of steel plasma nitrided at high temperatures, Materials Science and Engineering A, v.168, p.49-53.
74. KARAMIS,M.B., GERCEKCIOGLU,E., 2000, Wear behaviour of plasma nitrided steels at ambient and elevated temperatures, Wear, v.243, p.76-84.
75. KARAOGLU,S., 1998, Plasma nitriding behavior of AISI 5140 steel, Ph.D. Thesis (unpublished), 1-87, Dokuz Eylül University.

76. KATO,H., EYRE,T.S., Wear maps for nitrided steels, Surface Engineering, Volume II: Engineering Applications, p.42-50.
77. KELLER,K., 1971, Layer structure of iron materials nitrided in a glow discharge, Hart. Tech, Mitt, v.26, p 125-131.
78. KEMBAIYON,K.T., et al, 1989, Ion nitriding of titanium and Ti-6Al-4V alloy, 2nd International Conference on Ion Nitriding and Ion Carburizing, USA, p.119-130.
79. KIRKWOOD,D.H., ATASOY,O.E., KEOWN,S.R., 1974, The structure of nitrided and annealed iron-titanium alloys, Metal Science, v.8, p.49-55.
80. KINDLIMANN,L.E., ANSELL,G.S., 1970, Kinetics of the internal nitridation of austenitic Fe-Cr-Ni-Ti alloys, Metallurgical Transactions, v.1, p.163-170.
81. KOVACS,W., RUSELL,W., 1986, An introduction to ion nitriding, Proceedings of an International Conference on Ion Nitriding, ASM, Cleveland, USA, p 9-17.
82. KRAUSS,G., 1980, Principles of Heat Treatment of Steel, American Society for Metals, Ohio, p.267-269.
83. KURNY,A.S.W., MOHAN RAO,M., MALLYA,R.M., 1986, Design and construction of a laboratory model ion-nitriding unit, Indiana Journal of Technology, v.24, p.671-675.
84. KRUNY,A.S.W., MALLYA,R.M., MOHAN RAO,M., 1986, A study on the nature of the compound layer formed during the ion nitriding of EN 40B steel, Materials Science Engineering, v.78, p.95-100.
85. KRUNY,A.S.W., MALLYA,R.M.,1988, On the formation of austenite during ion nitriding armco iron, Journal of Less Common Metals, v.144, p.201-207.
86. LANKFORD,J., 1977, Effect of oxide inclusions on fatigue failure, International Metals Reviews, v.22, p.221-228.
87. LEE,S.C., HO,W.Y., PAO,W.L., 1995, Process and properties of CrN coating deposited on plasma nitrided high-speed steel, Surface&Coatings Technology, v.73.
88. LESLIE,W.C., 1982, The Physical Metallurgy of Steels, Mc Graw-Hill, Tokyo
89. LIANG,W., YUZHOU,G., BIN,X., 2000, Plasma vapor deposition hard coating on pre-nitrided low alloy steel, Surface and Coatings Technology, v.131, p.452-456.
90. METALS HANDBOOK, 1991, Heat Treating, 10th Edition, vol 4, American Society for Metals, Metals Park OH.
91. METIN,E., INAL,O.T., 1986, Characterization of ion nitrided structures of Ti and Ti6242 alloy, Proceedings of an International Conference on Ion Nitriding, ASM, Cleveland, Ohio, USA, p.61-75.

92. METIN,E., INAL,O.T., 1987, Formation and growth of iron nitrides during ion-nitriding, *Journal of Materials Science*, v.22, p.2783-2788.
93. MITTEMEIJER,E.J., VOGELS,A.B.P., Vonderschaef,P.J., 1980, Morphology and lattice distortions of nitrided iron and iron-chromium alloys and steels, *Journal of Materials Science*, v.15, p.3129-3140.
94. MITTEMEIJER,E.J., 1983, Fatigue of case-hardened steels; role of residual macro and microstresses, *Journal of Heat Treatment*, v.3, n.2,p.114-119.
95. MRIDHA,S., JACK,D.H., 1982, Characterization of nitrided %3 chromium steel, v. 16, p. 398-404.
96. MIYAMURA,H., TAKADA,J., HIDEYUKI,K., 1986, Ion nitriding behaviour of Fe-Ti Alloys in the α -phase region, *Journal of Materials Science*, v.21, p.2514-2518.
97. MITTEMEIJER,E.J., 1985, Nitriding response of chromium-alloyed steels, *Journal of Metals*, September, p.16-20.
98. NEVAZ,G.M., 1985, An expression for the optimum case thickness of notched cylindrical carburized fatigue members, *Materials Science and Engineering*, v.69, p.21-24.
99. NITRION GmbH, 2000, Nitrierbetriebe Bayern, Plasma nitriding in comparison gas nitriding.
100. NOWILL,P.H., 1989, Ion nitriding aluminium extrusion dies, 2nd International Conference on Ion Nitriding and Ion Carburizing, Ohio, USA, p.165-168.
101. OVAKO STEEL, Technical Report, 1/1999, Properties of Nitrided components; A result of the material and the nitriding process; Sweden,ISSN 0284-3366.
102. OZBAYSAL,K., INAL,O.T., ROMIG,A.D., 1986, Ion nitriding behaviour of several tool steels, *Materials Science and Engineering*, v.78, p179-191.
103. OZBAYSAL,K., INAL,O.T., Surface hardening of marage steels by ion nitriding without reduction in core hardness, *Proceedings of an International Conference on Ion Nitriding*, ASM, Cleveland, Ohio, USA, p.97-115.
104. PENG,Q.F., 1989, Improving abrasion wear by surface treatment, *Wear*, v.129, p.195-203.
105. PELLIZZARI,M., MOLINARIA,A., STRAFFELINI,G., 2003, Thermal fatigue resistance of gas and plasma nitrided 41CrAlMo7 steel, *Materials Science and Engineering A*, v.352, p.186-194.
106. PHILLIPS,V.A., SEYBOLT,A.U., 1968, A transmission electron microscopic study of some ion-nitrided binary iron alloys and steels, *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*, v.242, p.2415-2422.

107. PTM, Plasma Technik Munchen, 1978, Oberflacchenbehandlung van metallen.
108. PODGORNIK,B., VIZINTIN,J., LESKOVSEK,V., 1998, Tribological properties of plasma and pulse plasma nitrided AISI 4140 steel, Surface and Coatings Technology, v.108-109, p.454-460.
109. PODGORNIK,B., VIZINTIN.J., LARSSON,M., 1999, Wear Friction behaviour of duplex-treated AISI 4140 steel, Surface and Coatings Technology, v.120-121, p.502-508.
110. PROBUDEV,K.H.,1992, Heat Treatment of Steel.
111. QIAN,J., FATEMI,A., 1995, Cyclic deformation and fatigue behaviour of ion nitrided steel, International Journal of Fatigue, v.17, n.1, p.15-24.
112. REMBGES,W., 1986, Fundamentals, applications and economical considerations of plasma nitriding, Proceedings of an International Conference on Ion Nitriding, ASM, Cleveland, Ohio, USA, p.189-198.
113. REMBGES,W. 1988, Plasma nitriding of PM parts, MPR, November, p.765.
114. RIBET,F., 1986, Influence of the method of heating on ion nitriding, Proceedings of an International Conference on Ion Nitriding, ASM, USA, p. 83-93.
115. ROBINO,C.V., INAL,O.T., 1983, Ion nitriding behaviour of several low alloy steels, Materials Science and Engineering, v.59, p.79-90.
116. ROZENDAAL,H.C.F., MITTEMEIJER,E.J, COLIJN,P.F., 1983, The development of nitrogen concentration profiles on nitriding iron, Metallurgical Transactions A, v.14A, p.395-399.
117. SCHWERDTFEDER,K., GRIEVESO,P., TURKDOGAN,E.T.,1969, Growth rate of Fe₄N on alpha iron in NH₃-H₂ gas mixtures: self diffusivity of nitrogen. Transaction of AIME, 245, p.2461-2466
118. SILVA,J.R.G., MCLELLAN,R.B., 1976, Diffusion of carbon and nitrogen in B.C.C. iron, Materials Science and Engineering, v.26, p.83-87.
119. SMITH,A.P., GONE,N., The coating of high speed steel tools by ion nitriding.
120. SPIES,H.J., HOECK,K., HERR,W., 1993, PVD hard coatings on prenitrided lowalloy steel. Surface and Coatings Technology, v.60, p.441-445
121. SPALVINS,T., 1989, Advances and directions of ion nitriding/carburizing, 2nd International Conference on Ion Nitriding and Ion Carburizing, Ohio, USA, p.1-4.
122. STAIA,M.H., FRAGIELA., GOMEZ,B.J., 2000, Behaviour of the pulsed ion nitrided AISI 4140 steel CVD TiN coatings as tribological pair, Thin Solid Films, v.377-378, p. 650-656.

123. STRAFFELINI,G., AVI,G., PELIZZARI,M., 2002, Effect of three nitriding treatments on tribological performance of 42CrAlMo7 steel in boundary lubrication, *Wear*, v.252, p.870-879.
124. STRAVER,W.T.M., ROZENDAAL,H.C.F., MITTEMEIJER,E.J., 1984, Consequences of the heterogeneous nitriding of α -iron: dislocation production and oriented precipitation, *Metallurgical Transactions A*, v.15A, p.627-637.
125. SEYBOLT,A.U., 1969, Some observations on the metallurgy of ion nitriding, *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*, v.245, p.769-778.
126. SOMARS,M.A.J., MITTEMEIJER,E.J, 1995, Layer growth kinetics on gaseous nitriding of pure iron; evaluation of diffusion coefficient for nitrogen in iron nitrides, *Metall. Trans.*, v.26 A, p.57-74.
127. SPALVINS,T., 1983, Tribological and microstructural characteristics of ion-nitrided steels, *Thin Solid Films*, v.108, p.157-163.
128. SPIES,H.J., LERISCH,B., HOCK,K., SCHRODER,H.J., 1995, Adhesion and wear resistance of nitrided and TiN coated low alloy steels, *Surface and Coatings Technology*, v.74-75, p.178-182.
129. ASM., 1977, *Source Book on Nitriding*, American Society for Metals Metals.
130. SUN,Y., BELL,T., 1991, Plasma surface engineering of low alloy steel, *Materials Science and Engineering A*, v.140, p.419-434.
131. TAUSCHER,H., çeviren, GULEC,Ş. ve ARAN,A., 1983, Çelik ve Dökme Demirlerin Yorulma Dayanımı, TÜBİTAK, MBEAE Matbaası-Gebze.
132. TAYLOR,A.M., TOOKEY,K.M., 1981, Ion-nitriding process with a future, *Metallurgia*, p.64-66.
133. TECHNICAL NOTE, 1972, Glow-discharge nitriding of Nitralloy 135M and AISI 304 stainless steel. *Journal of the Iron and Steel Institute*, p.631-632.
134. THELNING, K.E., Çev: TEKİN, A., 1987, Çelik ve Isıl İşlemi, İstanbul.
135. TIBBETS,G.G., 1974, Role of nitrogen atoms in 'ion-nitriding', *Journal of Applied Physics*, v.45, n.11, p. 5072-5073.
136. TOPBAŞ, M.A., 1998, Çelik ve Isıl İşlem El Kitabı, İstanbul.
137. TOSIC,M.M., GLIGARIJEVIC,R., 1991, Plasma nitriding improvements of fatigue properties of modular cast iron crankshaft. *Material Science and Engineering*, v.140, p.469-472.
138. TOSIC,M.M., OGNJENOVIC,M., 1994, Fatigue improvements of glow-discharge plasma nitridied steel rotary specimens, *Surface&Coatings Tech*, v.63.

139. TTEJO-LUNA,R., CORTA,L., 1995, An auger electron study of nitrogen in ion nitrided steels, *Scripta Metallurgica*, v.19, p. 1297-1300.
140. WANG,Y., AKID,R., 1996, Role of nonmetallic inclusions in fatigue, pitting and corrosion fatigue, *Corrosion Science*, p.92-102.
141. WASZ,M.L., MCLELLAN,R.B., 1993, Nitrogen diffusion in BCC iron, *Scripta Metallurgica et Materialia*, v.28, p.1461-1463.
142. WIGGEN,P.C.V., ROZENDAAL,H.C.F., MITTEMEIJER,E.J., 1985, The nitriding behaviour of iron-chromium-carbon alloys, *Journal of Materials Science*, v.20, p.4561-4582.
143. XU,X., WANG,L., YU,Z., HEI,Z., 1996, Transmission electron microscopy study on the cross-sectional microstructure of on ion-nitriding layer, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.27A, p.1347-1352
144. YASUMARU,N., TSUCHIDA,K., SAJI,E., IBE,T., 1993, Mechanical properties of type 304 austenitic stainless steel coated with titanium nitride after ion-nitriding, *Materials Transactions, JIM*, v.34, no.8, p.696-702.

KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER

1. SARI,N.Y., ŞİRİN,Ş.Y., KALUÇ,E., TÜLBENTÇİ,K., 1997. Makine Parçalarının Aşınmasını Önlemede Modern Yüzey İşlemleri, MM Makine Magazin, Türkiye.
2. ŞİRİN,Ş.Y., SARI,N.Y., KALUÇ,E., 1997. Titanyum ve Alaşımlarının Kaynağı, MM Makine Magazin, Türkiye.
3. ŞİRİN,K., ŞİRİN,Ş.Y., KALUÇ,E., 1997. Yüksek Frekans İndüksiyon Kaynaklı Boru Üretiminde Proses Parametrelerinin Kaynak Kalitesi Üzerindeki Etkileri. Kaynak Teknolojisi I. Ulusal Kongre ve Sergisi, Ankara.
4. ŞİRİN,Ş.Y., ŞİRİN,K., UZMAN,İ., 1997. Soğuk Çekilmiş Elektrik Direnç Kaynaklı Borulardaki Yeniden Kristalleşme Davranışı. Kaynak Teknolojisi I. Ulusal Kongre ve Sergisi, Ankara.
5. ŞİRİN,K., ŞİRİN,Ş.Y., KALUÇ,E., 1998. Control of Welding Parameters Using Metallographic Investigation in the HF Induction Welded Pipes. Pipeline Welding '98, İstanbul.
6. ŞİRİN,K., ŞİRİN,Ş.Y., 1998. Isıl İşlem Fırınlarında Egzotermik Esaslı Koruyucu Gaz Atmosfer Kullanımı. Isıl İşlem Sempozyumu, İstanbul.
7. ŞİRİN,Ş.Y., KALUÇ,E., 2002. İyon Nitrürleme İşleminin Az Alaşımli Çeliklerde Yorulma Dayanımına Etkisi, Metal Dünyası, sayı 110, sayfa no.63-67, İstanbul.
8. ŞİRİN,K., ŞİRİN,Ş.Y., 2003. Optimization of the Inner Surface Zinc Layer Thickness in the Steel Pipe Galvanizing. Intergalva Conference-03, Amsterdam.
9. ŞİRİN,K., ŞİRİN,Ş.Y., KALUÇ,E., 2003. A Computer Program for Choosing Welding Parameters in Spirally Welded Pipe Production. 13th International Conference on Computer Technology in Welding, American Welding Society (AWS), Florida-USA.
10. ŞİRİN,K., ŞİRİN,Ş.Y., KALUÇ,E., 2003. Tozaltı Kaynağı İle Spiral Dikişli Boru Üretiminde Akım Şiddeti İle Tel Ergime Hızı Arasındaki İlişkinin İncelenmesi. Kaynak Teknolojisi IV. Ulusal Kongre ve Sergisi, Kocaeli.

ÖZGEÇMİŞ

1970 yılında İzmit 'te doğdu. Evli ve iki çocuk annesidir. İlk, orta ve lise eğitimini İzmit 'te tamamladıktan sonra, Yıldız Üniversitesi Kocaeli Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği bölümünden 1992 yılında iyi derece ile mezun oldu. Kısa bir dönem İzmit Büyük Şehir Belediyesi 'nde çalıştıktan sonra, 1994 yılında Kocaeli Üniversitesinde Araştırma Görevlisi olarak çalışmaya başladı. 1996 yılında, Kocaeli Üniversitesi 'de yüksek lisansını tamamlayarak aynı yıl içinde doktora başladı. Çeşitli ulusal ve uluslararası sempozyumlara katılarak bildiri sunmuştur.

