

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ELEKTROLİTİK PLAZMA TEKNOLOJİSİ İLE
ÇELİKLERE UYGULANAN YÜZEY MODİFİKASYON
İŞLEMLERİ**

DOKTORA TEZİ

Met. ve Malz. Yük. Müh. Levent Cenk KUMRUOĞLU

Enstitü Anabilim Dalı : MET. ve MALZ. MÜH.

Tez Danışmanı : Doç. Dr. Ahmet ÖZEL

Aralık 2012

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

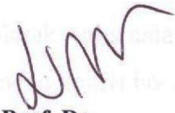
**ELEKTROLİTİK PLAZMA TEKNOLOJİSİ İLE
ÇELİKLERE UYGULANAN YÜZEY MODİFİKASYON
İŞLEMLERİ**


DOKTORA TEZİ

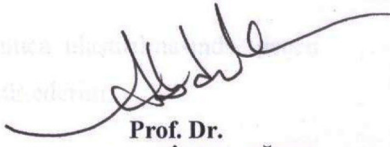
Met. ve Malz. Yük. Müh. Levent Cenk KUMRUOĞLU

Enstitü Anabilim Dalı : Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

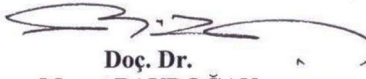
Bu tez 25 / 12 /2012 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.


**Prof. Dr.
Hüseyin ÇİMENOĞLU**
Jüri Başkanı


**Prof. Dr.
Fatih ÜSTEL**
Üye


**Prof. Dr.
Abdullah MİMAROĞLU**
Üye

**Doç. Dr.
Ahmet ÖZEL**
Üye


**Doç. Dr.
Murat BAYDOĞAN**
Üye

ÖNSÖZ

Tezimin hazırlanmasında, deneylerimin yapılabilmesi için her türlü imkanı sağlayan Sakarya üniversitesi ve Sheffield Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölüm Başkanlıklarına teşekkür ederim.

Deneylerde kullandığım malzemelerin hazırlanmasında ve çalışmalarımda yardımlarından dolayı Teknisyenler Ebubekir Cebeci ve Metin Günay ile Uzmanlar Fuat Kayış, Şehzat Açıkgöz ve Garip Erdoğan'a teşekkür ederim.

Ayrıca, çalışmalarım boyunca yardım ve desteklerini esirgemeyen dostlarım Yük. Müh. Orhan Çakır ve Yrd. Doç. Dr. Hüseyin Şevik'e teşekkür etmek isterim.

Yoğun ve yorucu doktora çalışmam boyunca her zaman desteklerini aldığım ve yardımlarını gördüğüm Prof. Dr. S. Can Kurnaz'a ve Prof. Dr. Abdullah Mimaroglu'na teşekkür ederken, laboratuvarını ve bilgi birikimlerini benimle paylaşan Dr. Aleksey Yerokhin ve Prof. Dr. Allan Mathews'e şükranlarımı sunarım.

Ayrıca tüm tez çalışmam boyunca her konuda desteğini ve yardımlarını gördüğüm sayın hocam Prof. Dr. Fatih Üstel'i hatırlamayı bir borç bilirim.

Son olarak çalışmalarımın programlanmasında ve sonuca ulaştırılmasında, geçen emeğinden dolayı hocam Doç. Dr. Ahmet Özel'e teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	ii
İÇİNDEKİLER	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ	ix
TABLolar LİSTESİ.....	xx
ÖZET.....	xxii
SUMMARY.....	xxiii

BÖLÜM 1.

GİRİŞ.....	1
------------	---

BÖLÜM 2.

YÜZEY İŞLEMLER.....	6
2.1. Yüzey İşlem Teknikleri.....	7
2.1.1. Yüzey kaplamalar	7
2.1.2. Yüzey modifikasyon İşlemleri.....	9
2.1.2.1. Yüzeyin kimyasal bileşimini değiştirerek yapılan termokimyasal yüzey sertleştirme işlemleri.....	10
2.1.2.1.1. Karbürleme.....	10
2.1.2.1.1.1. Katı ortamda karbürleme.....	11
2.1.2.1.1.2. Gaz karbürleme.....	11
2.1.2.1.1.3. Sıvı karbürleme.....	12
2.1.2.1.1.4. Plazma karbürleme.....	13
2.1.2.1.2. Nitrürleme.....	13
2.1.2.1.3. Karbo-Nitrürleme.....	14
2.1.2.1.4. Borlama.....	14

2.1.2.2. Yüzeyin kimyasal bileşimi değişmeden yapılan termal yüzey sertleştirme işlemleri.....	14
2.1.2.2.1. Alevle yüzey sertleştirme.....	17
2.1.2.2.2. İndüksiyonla yüzey sertleştirme.....	21
2.1.2.2.3. Lazer ile yüzey sertleştirme.....	25
2.1.2.2.4. Elektron ışını ile yüzey sertleştirme.....	26

BÖLÜM 3.

ELEKTROLİTİK PLAZMA TEKNOLOJİSİ.....	27
3.1. Elektrokimya ve Elektroliz.....	27
3.2. Elektrolitik Plazma Teknolojisi (EPT).....	32
3.2.1. Elektrolitik Plazmanın Fiziksel ve Kimyasal Temellerde İncelenmesi.....	34
3.3. Elektrolitik Plazma Sertleştirme.....	44
3.3.1 Elektrolitik Plazma Sertleştirme Uygulamaları.....	49

BÖLÜM 4.

DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	53
4.1. Çalışma Programı.....	53
4.2. Deneysel Numuneler.....	54
4.3. Deneysel Yöntem.....	54
4.3.1. Elektrolitik plazma (Ept) sertleştirme yöntemi.....	54
4.3.2. Elektrolitik plazma (Epd) difüzyon yöntemi.....	57
4.3.3. Elektrolitik plazma ile geleneksel sertleştirme yöntemlerinin karşılaştırılması.....	58
4.4. Elektrolitik Plazma Prosesi ve etkileyen faktörler.....	59
4.4.1. Elektrolit iletkenliği.....	59
4.4.2. Elektrolit sıcaklığı.....	62
4.4.3. Anot-katot arası mesafe (Gap).....	73
4.4.4. Numune kalınlığının ısıtmaya etkisi.....	79
4.4.5. Gerilim ve akım özellikleri.....	80
4.5. Deneysel Cihazlar.....	80

4.6. Metalografik Çalışmalar.....	82
4.7. Sertlik Ölçümleri.....	82
4.8. X-Işını Analizleri.....	83
4.9. Elektrolit ve Özellikleri.....	83
4.10. SEM – EDS Analizleri.....	83
4.11. Glow Deşarj Optik Emisyon Spektroskopi.....	83
4.12. Yüzey Pürüzlülük İncelemeleri.....	83
4.13. Aşınma Deneyleri	84
4.14. Korozyon Deneyleri.....	84
4.15. Sıcaklık Ölçümü.....	85

BÖLÜM 5.

DENEYSEL VERİLER.....	86
5.1. Giriş.....	86
5.2. Deneysel Numunelerin İşlemsiz Haldeki Sertlik Değerleri.....	86
5.3. Elektrolitik Plazma Sertleştirme İşlemlerine Ait Veriler.....	86
5.3.1. AISI 1040 çeliği.....	87
5.3.2. AISI 4140 çeliği.....	89
5.3.2.1. Sabit voltaj ile elektrolitik plazma sertleştirme.....	89
5.3.2.2. Darbeli gerilim ile elektrolitik plazma sertleştirme.....	91
5.3.2.3. İndüksiyon ile sertleştirme çalışmaları.....	92
5.3.3. 1.2333 çeliğinin darbeli gerilimler altında sertleştirme işlemleri.....	92
5.3.3.1. 1.2333 çeliği aşınma deneyi sonuçları.....	93
5.4. Elektrolitik Plazma Difüzyon Deney Sonuçları.....	94

BÖLÜM 6.

DENEYSEL SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	101
6.1. AISI 1040 Çeliği.....	101
6.1.1. AISI 1040 çeliği elektrolitik plazma işlemleri.....	101
6.1.2. AISI 1040 çeliği X-ışınları incelemeleri.....	108
6.2. AISI 4140 Çeliği.....	112
6.2.1. AISI 4140 çeliği elektrolitik plazma işlemleri	112

6.2.2. AISI 4140 çeliğinin darbeli gerilimler altında ept işlemleri.....	122
6.2.3. AISI 4140 çeliğinin indüksiyonla sertleştirme işlemleri.....	128
6.3. 1.2333 Çeliği.....	130
6.3.1. 1.2333 çeliğinin darbeli gerilimler altında Ept işlemleri.....	130
6.3.2. XRD ve yüzey pürüzlülük incelemeleri.....	135
6.3.3. Aşınma deneyleri.....	140
6.3.4. Korozyon deneyleri.....	147
6.4. 316 L Paslanmaz Çelik	148
6.4.1. 316 L paslanmaz çelik elektrolitik plazma difüzyon işlemleri..	148
6.4.1.1. H ₂ N-CO-NH ₂ içeren elektrolit ile yapılan difüzyon çalışmaları.....	149
6.4.1.2. NH ₄ NO ₃ içeren elektrolit ile yapılan difüzyon çalışmaları..	158
6.4.1.3. H ₃ BO ₃ içeren elektrolit ile yapılan difüzyon çalışmaları.....	164
6.4.2. Sertlik ve pürüzlülük incelemeleri.....	171
6.4.3. Difüzyon deneyleri aşınma deney sonuçları.....	173
6.4.4. Kırılma geriliminin difüzyona etkisi.....	186
BÖLÜM 7.	
SONUÇLAR VE ÖNERİLER	
7.1. Sonuçlar.....	189
7.2. Öneriler.....	191
KAYNAKLAR.....	193
EKLER.....	203
ÖZGEÇMİŞ.....	207

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

EPT	: Elektrolitik plazma teknoloji
YMK	: Yüzey merkezli kübik
HMT	: Hacim merkezli tetragonal
ms	: Mili saniye
mS/cm	: Mili Simens
Gap	: Anot nozulu ile katot arası mesafe
N	: Newton
FWHM	: Pik yüksekliğinin yarısı (full width half maximum)
γ	: Ostenit
α	: Ferrit
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
GDOES	: Glow deşarj optik emisyon spektroskopi
OM	: Optik mikroskop
EDS	: Enerji dağılımlı spektroskopi
XRD	: X ışını difraksiyonu
μ	: Sürtünme katsayısı
$^{\circ}\text{C}$: Santigrat derece
EPD	: Elektrolitik plazma difüzyon (doyurma)
PED	: Plazma elektrolitik biriktirme
PEC	: Plazma elektrolitik karbürleme
PEC/N	: Plazma elektrolitik karbonitrürleme
PEN	: Plazma elektrolitik nitrürleme
PEB	: Plazma elektrolitik borlama
A	: Amper (Akım)
V	: Volt (Gerilim)
DC	: Doğru akım

AC	: Alternatif akım
TDS	: Toplam çözünmüş katı
SCE	: Saturated calomel elektrot
i	: İmpuls, Darbeli gerilimde uygulanan yüksek voltaj (Isıtma)
p	: Pause, Darbeli gerilimde uygulanan düşük voltaj (Bekletme)
c	: Çevrim sayısı (Cycle)
H	: Sertlik derinliği
D	: Sertleşen bölge çapı uzunluğu
İs	: İndüksiyonla sertleştirme
OES	: Optik emisyon spektrometresi
Sn.	: Saniye
Dk.	: Dakika

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1	Yüzey mühendisliği teknolojileri ve sektörler arasındaki etkileşimi.....	6
Şekil 2.2	Stabil ve metastabil sistemler için demir-karbon faz diyagramı.....	16
Şekil 2.3	Alevle yüzey sertleştirmenin prensibi.....	18
Şekil 2.4	Düz bir yüzey üzerinde ilerleyen üfleç sistemi ile sertleştirme.....	18
Şekil 2.5	İş parçasının döndürülmesi ile sertleştirme.....	19
Şekil 2.6	Isıyı yüzeye uygulama prensibi.....	22
Şekil 2.7	Manyetik akının zamanla değişimi.....	23
Şekil 2.8	Karbon içeriğine bağlı yüzey sertlik değerleri.....	24
Şekil 3.1	Sulu çözeltilerde elektrolitik proses ve elektroliz.....	28
Şekil 3.2	Doğru Akım (a) ve Alternatif Akım (b) formlarının şematik gösterilişi.....	31
Şekil 3.3	Plazma elektroliz işlemi için karakteristik akım-voltaj eğrisi..	35
Şekil 3.4	Farklı rejimlere ait akım-voltaj eğrisi ve bu resimlerin görünüşleri.....	37
Şekil 3.5	EPT'nin şematik mekanizması, (a) iş parçası yüzeyinde kabarcık oluşumu, (b) soğuyan plazma kabarcıklarının oluşturduğu şok dalgaları, (c) plazma kabarcıkların çöküşü ve yüzeyin temizlenmesi, (d) mikro krater oluşumu, (e) eğer çözeltide iyonik olarak eklenmişse; kaplama, (f) kaplamanın devam etmesi.....	39
Şekil 3.6	Etanol çözeltisi içinde, sırası ile 470, 500, 600 ve 700 Voltta buhar örtüsünün oluşması.....	42
Şekil 3.7	Elektrolitik plazma prosesinde, geleneksel elektrolizde oluşan temel elektrot prosesleri ve plazma elektrolizde oluşan fiziksel-kimyasal prosesler arasındaki ilişki.....	44
Şekil 3.8	Elektrolit plazma nozul tasarımı.....	46

Şekil 3.9	Elektrolitik plazma işleminde metalik anot, elektrolit ve katot kesiti.....	48
Şekil 3.10	EPT için farklı işlevlere sahip nozul tasarımları.....	49
Şekil 3.11	EPT işlemine tabi tutulmuş değişik iş parçaları, a) Disk testere, b) Değirmen kırıcı milleri, c) Krank şaft, d) Aşınmaya maruz kalan silindirik disk, e) Sabitleme dişlisi, f) Aşınma yüküne maruz bağlantı burcu.....	50
Şekil 3.12	Silindir ve merdanelerin yüzey sertleştirme işlemi.....	50
Şekil 3.13	Sondaj delme borusunun elektrolitik plazma ile sertleştirilmesi.....	51
Şekil 3.14	Sondaj delme borusunun elektrolitik plazma ile iç yüzey sertleştirilmesi.....	51
Şekil 3.15	Ept ile krankmili sertleştirme.....	52
Şekil 3.16	Ept ile sertleştirilen AISI 1050 çeliğe ait sertleştirilmiş bölge görüntüsü.....	52
Şekil 4.1	Numuneler için, termokupul ve infrared pirometre yerleşimi, ölçüleri ve katı modeli çizimi.....	55
Şekil 4.2	Isıtma-bekletme formları için voltaj, akım ve zaman çizelgesi.....	56
Şekil 4.3	Elektrolitik plazma işlemine ait çalışma şeması.....	57
Şekil 4.4	İndüksiyonla sertleştirme işlemleri (a) Numunenin sabitlenmesi ve indüktör sistemi, (b) İndüktör bobini ve numune, (c) Isıtma işlemi, (d) Su verme işlemi.....	59
Şekil 4.5	Na ₂ CO ₃ miktarının şebeke suyu ile hazırlanan elektrolitin iletkenliğine etkisi.....	61
Şekil 4.6	Sıcaklığın iletkenlik ve toplam çözünmüş katı miktarına etkisi (Şehir şebeke suyu kullanılmıştır).....	61
Şekil 4.7	21 °C elektrolit sıcaklığındaki voltaj–amper davranışı (Numune 2).....	64
Şekil 4.8	50 °C elektrolit sıcaklığındaki voltaj–amper davranışı (Numune 5).....	65
Şekil 4.9	Farklı elektrolit sıcaklıklarında, EPT işlem zamanı boyunca kayıtlı edilen ortalama voltaj–amper değerleri.....	66
Şekil 4.10	Isıtma ve bekletme rejimlerindeki voltaj-amper saçınım değerleri (21 °C).....	67

Şekil 4.11	Isıtma ve bekletme rejimlerindeki voltaj-amper saçınım değerleri (50 °C).....	67
Şekil 4.12	21, 30, 40 ve 50 °C deki elektrolit sıcaklığının numune ısınmasına etkisi (Sıcaklık değerleri plazma yüzeyinin 2 mm üzerinden alınmıştır).....	68
Şekil 4.13	Elektrolit sıcaklığının ısıtma hızı üzerine etkisi.....	70
Şekil 4.14	Elektrolit sıcaklığının soğuma üzerine etkisi.....	71
Şekil 4.15	21 °C, 30 °C, 40 °C, 50 °C elektrolit sıcaklığının sertlik derinliğine etkisi.....	71
Şekil 4.16	21 °C, 30 °C, 40 °C, 50 °C elektrolit sıcaklığının plazma yüzeyindeki Rockwell C ve Vickers sertliklerine etkisi.....	72
Şekil 4.17	Elektrolit sıcaklığı 21 °C (a), 30 °C (b), 40 °C (c) 50 °C (d), olan numunelere ait EPT sonrası yüzey fotoğrafları.....	73
Şekil 4.18	AISI 1040 çeliğinin 160 V ve 1, 2, 3, 4, ve 5 mm gap mesafelerindeki ısınma eğrileri.....	74
Şekil 4.19	AISI 1040 çeliğinin 180 V ve 1, 2, 3, 4 ve 5 mm Gap mesafelerindeki ısınma eğrileri.....	75
Şekil 4.20	AISI 1040 çeliğinin 200 V ve 2, 3, 4 ve 5 mm Gap mesafelerindeki ısınma eğrileri.....	75
Şekil 4.21	AISI 1040 çeliğinin 230 V ve 2, 3, 4 ve 5 mm Gap mesafelerindeki ısınma eğrileri.....	76
Şekil 4.22	AISI 1040 çeliğinin 260 V ve 2, 3, 4 ve 5 mm Gap mesafelerindeki ısınma eğrileri.....	77
Şekil 4.23	AISI 1040 çeliğinin 360 V ve 2, 3, 4 ve 5 mm Gap mesafelerindeki ısınma eğrileri.....	78
Şekil 4.24	10 mm ve 15 mm kalınlıklarındaki AISI 1040 çeliğinin 280 V, 22-23 saniye süresince kayıt edilen ısıtma ve soğutma eğrileri.....	79
Şekil 4.25	AISI 1040 çeliğinin elektrolitik plazma işlemlerine ait voltaj-akım karakteristiği ve efektif plazma ısıtmanın gerçekleştiği plato bölgesi.....	80
Şekil 4.26	(a) Elektrolitik plazma cihazı güç ünitesi ve elektrolit tankı (DC 500Volt - 100Amper), (b) (DC 600V-35A Varyak Kontrollü Cihaz).....	81
Şekil 5.1	Difüzyon işleminde kullanılan sodyum karbonat XRD paterni.....	95

Şekil 5.2.	Difüzyon işleminde kullanılan $H_2N-CO-NH_2$ (Üre) XRD paterni.....	95
Şekil 5.3.	Difüzyon işleminde kullanılan NH_4NO_3 (Amonyum Nitrat) XRD paterni.....	96
Şekil 5.4.	Difüzyon işleminde kullanılan H_3BO_3 (Borik Asit) XRD paterni.....	96
Şekil 5.5.	İşlemsiz haldeki 316 L numune aşınma deneyi, sürtünme katsayısı-zaman grafiği (3N).....	98
Şekil 5.6.	$H_2N-CO-NH_2$ ile 5 saniye difüzyon yapılan numune sürtünme katsayısı-zaman grafiği (3N)	99
Şekil 5.7.	NH_4NO_3 ile 5 saniye difüzyon yapılan numune sürtünme katsayısı-zaman grafiği (3N)	99
Şekil 5.8.	H_3BO_3 ile 5 saniye difüzyon yapılan numune sürtünme katsayısı-zaman grafiği (3N)	99
Şekil 5.9.	$H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile (a) 1, (b) 15 ve (c) 30 dakika difüzyon yapılan numunelere ait sürtünme katsayısı mesafe eğrileri (1200 metre-3N).....	100
Şekil 6.1	AISI 1040 çeliği işlem yapılmamış halde mikro yapı fotoğrafı ve mikro sertlik ölçümleri.....	101
Şekil 6.2	AISI 1040 çeliğinin elektrolitik plazma ile sertleştirilen bölgeden itibaren çekirdeğe doğru mikro yapı ve sertlikler (a) 40 μm -293HV300gf- (b) 500 μm -243HV300gf (200V-21 sn.).....	102
Şekil 6.3	200 Volt gerilim ile 21-47 saniye ısıtılan numunelere ait sertlik derinlikleri.....	102
Şekil 6.4	Sertleştirilen bölgeden çekirdeğe doğru 50 μm , mesafelerdeki mikro yapıları (200 V-36 saniye) (799 HV300gf).....	103
Şekil 6.5.	Sertleştirilen bölgeden çekirdeğe doğru 50, 3000 ve 9000 μm mesafedeki farklı mikro yapı ve 50-300 gf yük altındaki mikro sertlik değerleri (200 V-36 saniye).....	103
Şekil 6.6	Sertleştirilen bölgeden çekirdeğe doğru 8500 μm 680 HV300gf mesafelerdeki sertlik izine ait mikro yapı (200 V-47 sn.).....	104
Şekil 6.7	280 Volt gerilim ile 22-24 saniye ısıtılan numunelere ait sertlik derinlikleri.....	104

Şekil 6.8	AISI 1040 çeliğinin 300 V gerilimde farklı sürelerdeki ısınma ve soğutma eğrileri.....	105
Şekil 6.9	300 Volt gerilim ile 14-25 saniye ısıtılan numunelere ait sertlik derinlikleri.....	106
Şekil 6.10	320 Volt gerilim ile 15-18 saniye ısıtılan numunelere ait sertlik derinlikleri.....	106
Şekil 6.11	340 Volt gerilim ile 15-16 saniye ısıtılan numunelere ait sertlik derinliği.....	107
Şekil 6.12	360 volt gerilim ile 13-18 sn ısıtılan numunelere ait sertlik derinliği.....	107
Şekil 6.13	300, 320, 340 ve 360 volt gerilim ile 16 sn. ısıtılan numunelere ait sertlik derinliği.....	108
Şekil 6.14	EPT ile 200 volt gerilim, farklı ısıtma süreleri uygulanarak sertleştirilen yüzeylerden çekilen XRD sonuçları.....	109
Şekil 6.15	EPT ile 200 volt gerilim, farklı ısıtma süreleri uygulanarak sertleştirilen yüzeylerden çekilen XRD sonuçlarından hesaplanan yarı yükseklik genişliği değerleri.....	110
Şekil 6.16	İşlemsiz AISI 1040 çeliğinin (a) ve 200 V gerilim ile 25 sn., 29 sn, 36 sn., 44 sn, 47 sn. EPT uygulanmış numunelerin ostenit dane boyutu mikroyapıları.....	111
Şekil 6.17	300 V gerilimde farklı süreler uygulanarak sertleştirilen yüzeylerinden çekilen XRD sonuçları	112
Şekil 6.18	AISI 4140 çeliği işlemsiz haldeki mikroyapısı.....	113
Şekil 6.19	260 volt gerilim uygulanan EPT işlemine ait numune ısınma ve soğuma eğrileri.....	113
Şekil 6.20	260 V-16 saniye EPT işlemi panoramik görüntü.....	114
Şekil 6.21	Elektrolitik plazma ile 260 V gerilim altında farklı sürelerde sertleştirilen AISI 4140 çeliğinin yüzeyden çekirdeğe doğru mikrosertlik - mesafe grafiği.....	114
Şekil 6.22	AISI 4140 Çeliği 260 Volt-28 saniye işlem gören numuneye ait (a) Plazma ile temas eden yüzeyin (b) 5000 µm içerideki geçiş zonuna ait SEM görüntüleri.....	115
Şekil 6.23	300 volt gerilim uygulanan EPT işlemine ait numune ısınma ve soğuma eğrileri.....	116

Şekil 6.24	Elektrolitik plazma ile 300 V gerilim altında farklı sürelerde sertleştirilen AISI 4140 çeliğinin yüzeyden çekirdeğe doğru mikrosertlik - mesafe grafiği.....	116
Şekil 6.25	320 volt gerilim uygulanan EPT işlemine ait numune ısınma ve soğuma eğrileri.....	117
Şekil 6.26	Elektrolitik plazma ile 320 V gerilim altında farklı sürelerde sertleştirilen AISI 4140 çeliğinin yüzeyden çekirdeğe doğru mikrosertlik-mesafe grafiği.....	118
Şekil 6.27	Elektrolitik plazma ile sertleştirilen yüzeyden çekirdeğe doğru mikro yapıdaki değişime bağlı olarak mikro sertlik değişimi (320 V-14 saniye).....	118
Şekil 6.28	Elektrolitik plazma ile sertleştirilen yüzeyden çekirdeğe doğru mikro yapıdaki değişime bağlı olarak mikro sertlik değişimi (320 V-18 saniye).....	119
Şekil 6.29	320 V-14 sn (a) ve 320 V-18 sn (b) EPT ile sertleştirilen yüzey kesit görüntüsü (10X).....	120
Şekil 6.30	300 V-22 sn (a) ve 300 V-25 sn (b) EPT ile sertleştirilen yüzey kesit görüntüsü (10X).....	121
Şekil 6.31	AISI 4140 300 V-25 sn EPT ile sertleştirilen yüzeyde çatlak hasarına ait SEM görüntüsü.....	122
Şekil 6.32	Darbeli gerilim uygulanan EPT 5 işlemine ait zamana bağlı gerilim ve akım grafiği.....	122
Şekil 6.33	4140 Çeliği, EPT1, EPT2, EPT3, EPT4, EPT6 ve EPT7 işlemlerine ait ısınma-soğuma eğrileri.....	123
Şekil 6.34	4140 Çeliği, EPT1, EPT2, EPT3, EPT4, EPT6 ve EPT7 işlemlerine ait soğuma hızları.....	124
Şekil 6.35	AISI 4140 Çeliği EPT 1-2-3-4-5-6-7 çevrimleri sonrası sertlik derinlikleri.....	124
Şekil 6.36	4140 Çeliği, EPT 1-7 çevrimleri sonrası numune yüzeyinde oluşan plazma spotları.....	125
Şekil 6.37	4140 Çeliği EPT 7-8-9 çevrimleri sonrası farklı kalınlıklara ait sertlik derinlikleri.....	126
Şekil 6.38	4140 Çeliği, EPT çevrimleri sonrası plazma spotları HRC sertlik ve genişlikleri.....	126
Şekil 6.39	4140 Çeliği, İşlemsiz numune ve EPT 1-7 işlemleri sonrası XRD sonuçları.....	127

Şekil 6.40	4140 Çeliği, İşlemsiz numune ve EPT 1-7 işlemleri sonrası XRD-FWHM sonuçları.....	127
Şekil 6.41	İndüksiyonla farklı ısıtma sürelerinde sertleştirilen AISI 4140 çeliğinin yüzeyden çekirdeğe doğru mikrosertlik-mesafe grafiği.....	128
Şekil 6.42	İndüksiyonla sertleştirme sırasında İS-5 numunesinde yüzeyden çekirdeğe doğru oluşan çatlak hattına ait görüntü(AISI 4140).....	129
Şekil 6.43	AISI 4140 çeliğinin farklı yöntemlerle sertleştirilmesine ait sertlik derinlikleri.....	129
Şekil 6.44	1.2333 Çeliği EPT 1-2-3-4-5-6 çevrimleri sonrası plazma spotları ve sertlik derinlikleri.....	130
Şekil 6.45	1.2333 Çeliği, EPT (1sn320-5sn250)*6, (2sn320-4sn250)*6, (3sn320-3sn250)*6 çevrimleri sonrası sertlik derinlikleri.....	131
Şekil 6.46	1.2333 Çeliği, EPT çevrimleri sonrası enerji tüketim grafiği.....	132
Şekil 6.47	Numunelerin plazma yüzeyine paralel yapılan mikrosertlik sertleşme genişliği sonuçları.....	133
Şekil 6.48	EPT işlemi sonrası sertleşen yüzey ve arayüzey tipik stereo mikroskop görüntüsü (1.2333).....	134
Şekil 6.49	Sertleştirilen yüzeye ait farklı bölgelerden çekilmiş SEM görüntüleri (a) EPT 5, (b) EPT 6.....	135
Şekil 6.50	EPT-4 Numunesine ait 0,5-6 derece ışın gelme açılarında çekilen XRD paternleri.....	136
Şekil 6.51	EPT-5 Numunesine ait 0,5-6 derece ışın gelme açılarında çekilen XRD paternleri.....	136
Şekil 6.52	EPT-6 numunesine ait 0,5-6 derece ışın gelme açılarında çekilen XRD paternleri.....	137
Şekil 6.53	EPT-6 Numunesine ait 20-100 derece aralığında numunenin sabitlenerek ve 360 derece döndürülerek çekilen XRD paternleri.....	137
Şekil 6.54	Aşırı ısıtılmış numuneye 20-100 derece aralığında çekilen XRD paternleri.....	138
Şekil 6.55	6 Derece X ışını gelme açısı ile çekilen XRD paternleri.....	138
Şekil 6.56	Sertleştirilen yüzeylerin pürüzlülük profile.....	139

Şekil 6.57	Tüm numuneler için 10 N-30 dakika aşınma deneyi şartlarındaki aşınma kayıpları.....	140
Şekil 6.58	Sertleştirme işlemi sonrasında yüzeyde oluşan spot üzerindeki farklı bölgelere ait aşınma izleri (EPT4).....	141
Şekil 6.59	Plazma spotundan 5 mm mesafe ile dışa doğru yapılan aşınma deney sonuçları (EPT4).....	141
Şekil 6.60	Spot üzerindeki farklı bölgelere ait aşınma deneyleri sırasında kayıt edilen sürtünme katsayıları.....	142
Şekil 6.61	Plazma spot alanı içinde yük-aşınma kaybı grafiği (EPT5, EPT6, İşlemsiz) Mesafe 180 m.....	143
Şekil 6.62	Plazma spot alanı içinde kayma mesafesi-aşınma kaybı grafiği (EPT5, EPT6) Yük 10N.....	144
Şekil 6.63	Plazma işlemi sonrası aşınma iz ve ürünlerine ait SEM-EDS analizi(10N 30 Dk-EPT5).....	144
Şekil 6.64	Plazma işlemi sonrası aşınma iz ve ürünlerine ait SEM-EDS analizi (20N 30 Dk-EPT5).....	145
Şekil 6.65	Plazma işlemi sonrası aşınma iz ve ürünlerine ait SEM-EDS analizi(30N 30 Dk-EPT5).....	146
Şekil 6.66	Plazma işlemi sonrası aşınma iz ve ürünlerine ait SEM-EDS analizi (10N 30 Dk-EPT5).....	146
Şekil 6.67	Plazma işlemi sonrası ve işlem öncesi elektrokimyasal korozyon deneyi sonuçları.....	147
Şekil 6.68	Plazma işlemi sonrası yüzeye uygulanan GDOES analiz sonuçları.....	148
Şekil 6.69	H ₂ N-CO-NH ₂ içeren elektrolitle (a) 5 saniye (b) 1 dakika (c) 15 dakika ve (d) 30 dakika işlem görmüş numuneler ait optik mikroskop görüntüsü.....	150
Şekil 6.70	H ₂ N-CO-NH ₂ çözeltisi ile 5 saniye plazma işlemi gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi.....	151
Şekil 6.71	H ₂ N-CO-NH ₂ çözeltisi ile 1 dakika plazma işlemi gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi.....	151
Şekil 6.72	H ₂ N-CO-NH ₂ çözeltisi ile 15 dakika plazma işlemi gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi.....	152
Şekil 6.73	H ₂ N-CO-NH ₂ çözeltisi ile 30 dakika plazma işlemi gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi.....	153

Şekil 6.74	5 saniye işlem yapılan numune indentasyon izi (183 HV _{0,1}) ve kesit görüntüsü.....	153
Şekil 6.75	1 dakika işlem yapılan numune (a) indentasyon izi (250 HV _{0,1}) ve (b) kesit görüntüsü.....	154
Şekil 6.76	15 dakika işlem yapılan numune (a) indentasyon izi (513 HV _{0,1}) ve (b) kesit görüntüsü.....	154
Şekil 6.77	30 dakika işlem yapılan numune (a) indentasyon izi (535,9 HV _{0,1}) ve (b) kesit görüntüsü.....	154
Şekil 6.78	1dk H ₂ N-CO-NH ₂ ile yapılan numune SEM görüntüleri ve EDS analizi.....	155
Şekil 6.79	H ₂ N-CO-NH ₂ çözeltisi ile 5 sn. plazma uygulanan numune SEM görüntüsü ve EDS analiz.....	155
Şekil 6.80	H ₂ N-CO-NH ₂ deneyleri ve başlangıç numunesine ait XRD paternleri ve çözümleri.....	156
Şekil 6.81	Amonyum nitrat elektrolitle (a) 5 saniye, (b) 1 dakika , (c) 15 dakika ve (d) 30 dakika işlem görmüş numunelere ait optik mikroskop görüntüleri.....	158
Şekil 6.82	NH ₄ NO ₃ çözeltisi ile 5 sn. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi	159
Şekil 6.83	NH ₄ NO ₃ çözeltisi ile 1 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi.....	160
Şekil 6.84	NH ₄ NO ₃ çözeltisi ile 15 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi.....	160
Şekil 6.85	NH ₄ NO ₃ çözeltisi ile 30 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi.....	161
Şekil 6.86	Mikro sertlik izleri, değerleri ve kesit görüntüleri (a) 30 dk.-280-400 HV, (b) 15 dk. 500 HV (c) 1 dk.-250 HV ve (d) 5 sn.-170 HV.....	162
Şekil 6.87	NH ₄ NO ₃ deneyleri 15 dk. difüzyon yapılan numune SEM görüntüsü.....	162
Şekil 6.88	NH ₄ NO ₃ deneyleri 5 difüzyon yapılan numune SEM görüntüsü-EDS analizleri.....	163
Şekil 6.89	NH ₄ NO ₃ deneyleri ve başlangıç numunesine ait XRD paternleri ve çözümleri.....	163

Şekil 6.90	H ₃ BO ₃ elektrolit ile (a) 5 sn, (b) 1 dk., (c) 15 dk. (d) 30 dk. işlem uygulanan numunelere ait optik mikroskop görüntüleri.....	164
Şekil 6.91	H ₃ BO ₃ çözeltisi ile 5 sn. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi.....	165
Şekil 6.92	H ₃ BO ₃ çözeltisi ile 1 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi.....	165
Şekil 6.93	H ₃ BO ₃ çözeltisi ile 15 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi.....	166
Şekil 6.94	H ₃ BO ₃ çözeltisi ile 30 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi	166
Şekil 6.95	30 dk. H ₃ BO ₃ deneyi mikro sertlik izleri ve kesit görüntüsü (205 HV0,1 - 424 HV0,1 – 1235 HV0,1).....	167
Şekil 6.96	15 dk. H ₃ BO ₃ deneyleri (a) mikrosertlik değer ve görüntüleri (b) tabaka kalınlığı.....	168
Şekil 6.97	1 dk. H ₃ BO ₃ çözeltisi ile yapılan difüzyon deneylerine ait (a) mikrosertlik değer ve görüntüleri (b) tabaka kalınlığı (c) 5 sn. işlem gören numune sertlik ve kesit görüntüsü.....	168
Şekil 6.98	H ₃ BO ₃ çözeltisi deneyleri 30 dk.'lık numune SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	169
Şekil 6.99	H ₃ BO ₃ çözeltisi deneyleri 30 dk.'lık numune EDAX-SEM görüntüsü ve EDS Alan analizi.....	169
Şekil 6.100	H ₃ BO ₃ çözeltisi deneyleri 1 dk.'lık numune SEM görüntüsü ve EDS analizi.....	170
Şekil 6.101	H ₃ BO ₃ deneyleri ve başlangıç numunesine ait XRD paternleri ve çözümleri	171
Şekil 6.102	H ₂ N-CO-NH ₂ , NH ₄ NO ₃ , H ₃ BO ₃ çözeltileri ile farklı sürelerde uygulanan plazma işlemleri sonrasında ölçülen yüzey sertlikleri.....	172
Şekil 6.103	H ₂ N-CO-NH ₂ , NH ₄ NO ₃ , H ₃ BO ₃ çözeltileri ile farklı sürelerde uygulanan plazma işlemleri sonrasında ölçülen yüzey.....	173
Şekil 6.104	Difüzyon sonrası 1N yük-100 metre mesafede uygulanan aşınma deneyi ağırlık kaybı verileri.....	173
Şekil 6.105	Difüzyon sonrası 3N yük-100 metre mesafede uygulanan aşınma deneyi ağırlık kaybı verileri.....	174

Şekil 6.106	Difüzyon sonrası 3N yük-1200 metre mesafede uygulanan aşınma deneyi ağırlık kaybı ve sürtünme katsayısı verileri....	177
Şekil 6.107	316L numune aşınma izi SEM-EDS incelemesi(3N-1200 m).	178
Şekil 6.108	5 saniye difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri ($H_2N-CO-NH_2$).....	179
Şekil 6.109	1 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri ($H_2N-CO-NH_2$)).....	180
Şekil 6.110	15 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri ($H_2NCO-NH_2$)	180
Şekil 6.111	30 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri ($H_2N-CO-NH_2$)	181
Şekil 6.112	5 saniye difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (NH_4NO_3 elektrolit)	181
Şekil 6.113	1 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (NH_4NO_3 elektrolit)	182
Şekil 6.114	15 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (NH_4NO_3 elektrolit)	183
Şekil 6.115	30 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (NH_4NO_3 elektrolit)	183
Şekil 6.116	5 saniye difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (H_3BO_3 Elektrolit)	184
Şekil 6.117	1 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri (H_3BO_3 Elektrolit)	185
Şekil 6.118	15 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (H_3BO_3 Elektrolit)	185
Şekil 6.119	30 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (H_3BO_3 Elektrolit)	186
Şekil 6.120	$H_2N-CO-NH_2$ elektroliti kullanılarak 15 dakika difüzyon yapılan numuneye ait gerilim ve akım değerleri.....	187

TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1	Kaplama yöntemlerinin sınıflandırılması.....	8
Tablo 2.2	Yüzey modifikasyon yöntemlerinin sınıflandırılması.....	9
Tablo 2.3	Alevle sertleştirilebilen çelikler.....	20
Tablo 2.4	Alev ve indüksiyonla sertleştirme yöntemlerinin karşılaştırılması.....	24
Tablo 4.1	AISI 1040, 4140, 1.2333 ve 316L çeliğinin kimyasal içeriği..	54
Tablo 4.2	Elektrolit sıcaklığının etkisi.....	64
Tablo 5.1	Elektrolitik plazma işlemi öncesi deneysel numunelere ait sertlik değerleri.....	86
Tablo 5.2	Elektrolitik plazma sertleştirme proses ve sertlik verileri (AISI 1040)	87
Tablo 5.3	Elektrolitik plazma sertleştirme mikro sertlik ve sertlik derinliği verileri (AISI 1040)	88
Tablo 5.4	Uygulanan voltaj ve ısıtma süresine bağlı ısıtma çalışmaları (2 mm gap).....	89
Tablo 5.5	AISI 4140 çeliği sabit voltaj işlemleri sertlik derinlikleri....	90
Tablo 5.6	AISI 4140 çeliğinin darbeli voltaj ile EPT sertleştirme işlemleri ve sonuçları.....	91
Tablo 5.7	AISI 4140 çeliğinin darbeli voltaj işlemleri sertlik derinlikleri.....	92
Tablo 5.8	AISI 4140 çeliğinin indüksiyonla sertleştirme işlemleri ve sonuçları.....	92
Tablo 5.9	AISI 4140 çeliğinin indüksiyonla sertleştirme işlemleri ve sonuçları.....	92
Tablo 5.10	1.2333 (Carmo) çeliği darbeli gerilim ile EPT işlemleri ve merkezlerinden ölçülen sıcaklık sonuçları.....	93

Tablo 5.11	EPT işlemleri sonrası 1.2333 çeliği aşınma deneyi ölçüm sonuçları	93
Tablo 5.12	1.2333 çeliği aşınma deneyi sonrası aşınma izi ölçüm sonuçları (EPT 3).....	93
Tablo 5.13	1.2333 çeliği aşınma deneyi sonrası aşınma izi ölçüm sonuçları (EPT 5).....	94
Tablo 5.14	Difüzyon tuzlarına ait EDS analizleri.....	94
Tablo 5.15	Elektrolitik plazma difüzyon deney verileri ve kırılma voltajları.....	97
Tablo 5.16	Difüzyon deneyleri sonrası uygulanan aşınma deney sonuçları (3N - 1200 m).....	98
Tablo 6.1	İşlem görmemiş AISI 1040 çeliğine ait XRD verileri.....	109
Tablo 6.2	AISI 316 L çeliğine ait parlatılmış yüzeyden alınmış EDS analiz sonuçları.....	149
Tablo 6.3	Elektrolitik plazma difüzyon deney verileri ve kırılma voltajları.....	187

ÖZET

Anahtar Kelimeler: Elektrolitik Plazma, Yüzey Modifikasyonu, Aşınma, Sertlik

Bu çalışmada, endüstriyel olarak yaygın kullanılan AISI 1040, AISI 4140, EU 1.2333 ve AISI 316 L çelik malzemelerinin, elektrolitik plazma teknolojisi kullanılarak, yüzey özelliklerini iyileştirmek amaçlanmıştır.

Çalışma esnasında, gerek akademik gerekse endüstriyel anlamda yeni bir konu olan elektrolitik plazma teknolojisi detaylı olarak incelenmiştir. Elektrolitik plazma yöntemi optimize edildikten sonra, çeliklerin yüzeyleri modifiye edilmiştir. Optik mikroskop kullanılarak, çeliklere uygulanan farklı parametrelerin modifikasyon tabaka kalınlığını ve yapısını değiştirdiği gözlenmiştir. Ayrıca, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve EDS analizlerinde modifikasyon tabakasındaki dönüşümler ve tane yapıları incelenmiştir.

Modifikasyon tabakasından alınan XRD analizlerinde Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , FeO piklerine rastlanmıştır. Mikrosertlik ölçümlerinde mesafeye ve elektrolitik plazma parametrelerine göre değişen sertlik değerleri elde edilmiştir. Modifikasyon işlemi uygulanmadan yaklaşık 180 HV olan çeliğin sertlik değeri 750-950 HV bandına kadar 12-36 saniye gibi çok kısa sürelerde çıkarılmıştır. Aynı zamanda yüzey sertlik değerleri 10 HRC den 55-60 HRC ye çıkartılarak, 10 mm'ye varan muazzam sertlik derinlikleri elde edilmiştir.

180, 360, 540 ve 720 m için 0.1 m/sn hızda 5N, 10N, 20N ve 30N yük altında çizgisel (linear) aşınma deneyi yapılmıştır. Numunelere uygulanan çizgisel aşınma deneyi sonrası yük değişimiyle sürtünme katsayısının ve aşınma miktarlarının değiştiği gözlemlenmiştir. Sürtünme katsayısı bir miktar azalırken, aşınma dayanımlarının beş kata kadar arttığı görülmüştür. Yöntemin mevcut ısı işlem ve modifikasyon işlemlerine karşı bir alternatif olabileceği ve endüstriyel uygulamalarda kullanılabileceği belirlenmiştir.

Ayrıca elektrolitik plazma difüzyon işlemleri, farklı çözeltiler kullanılarak 316 L paslanmaz çelik altlıklar için gerçekleştirilmiştir. Elektrolitler suda çözünebilen O, N ve B gibi arayer elementi içeren inorganik tuzlardan seçilmiştir. Birinci elektrolit $H_2N-CO-NH_2$, ikincisi NH_4NO_3 üçüncüsü ise H_3BO_3 esaslı olarak seçilmiştir. Plazma difüzyon süresi 5 saniye ile 30 dakika arasında seçilmiştir. 1N ve 3N yük kullanarak 100 metre ve 1200 metre mesafelerde aşınma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Aşınma deney sonuçları difüzyon yapılan numunelerin aşınma direncinin arttığını ve sürtünme katsayısının düştüğünü göstermiştir.

SURFACE MODIFICATION APPLICATIONS OF STEELS BY ELECTROLYTIC PLASMA TECHNOLOGY

SUMMARY

Key Words: Electrolytic Plasma, Surface Modification, Wear, Hardness

In this study, an attempt has been made to develop the surface properties of conventional AISI 1040, AISI 4140, EU 1.2333 and AISI 316 L steels using electrolytic plasma technic. During study, the electrolytic plasma technology is one of the innovative technologies that have been investigated extensively at both of academic and industrial levels. After optimization of electrolytic plasma technology, surface of AISI 1040, AISI 4140, EU 1.2333 and AISI 316L steel has modified. It is observed that layer thickness and structure change with different parameter settings using optical microscopy. Also, transformation of modification layer and grain structure was investigated by using scanning electron microscopy with attached energy dispersive spectrometry (SEM-EDS).

XRD results revealed that Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , FeO phases were found in the modified surfaces. According to micro-hardness test results, it is observed that the value of micro-hardness of the samples changes with different distance and parameter. While the value of micro-hardness of the samples was found approximately 180HV without modification treatment, this value was raised up to 950 HV within very short time from 12 to 36 second after the treatment. Furthermore, the amount of macro-hardness on the surface of the samples was increased from 10 HRC to approximately 60 HRC. Dry sliding wear tests were performed using a linear wear machine. The wear tests were carried out at the sliding speed of 0.1 ms^{-1} using applied load of 5N, 10N, 20N and 30N for various distances (180, 360, 540 and 720 m). The wear results have shown that wear resistance of modified samples increased approximately five times, while friction coefficient decreased slightly. Furthermore, in this study, the utilization of electrolytic plasma treatment in the industry discusses and compares with conventional treatments.

Also, using different electrolytic solutions, electrolytic plasma diffusion treatment was performed on polished 316 L stainless steel substrates. The electrolytes were chosen from inorganic salts for their soluble diffusion elements such as O, N and B. The first electrolyte was consisting $\text{H}_2\text{N-CO-NH}_2$, the second one was NH_4NO_3 and the last one was H_3BO_3 . The plasma diffusion duration was chosen in the range of 5 sec. to 30 min. Dry sliding wear tests were performed using 1N and 3N applied load for 100 m and 1200 m distance. The wear results have shown that wear resistance of diffused samples increased, while friction coefficient decreased.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Malzemelerin yüzey özellikleri, kullanıldıkları ortamlardaki davranışları bakımından kritik bir rol oynamaktadır [1]. En önemli mühendislik malzemesi olan çelikler yüksek mekanik özelliklerinden [2] iyi işlenebilme, düşük maliyet [3], yüzey sertleştirme işlemlerine elverişli olmasından kaynaklı olarak [4], çok geniş bir alanda özellikle makine elemanı, şekillendirme ve işleme takımları olarak kullanılmaktadır [5]. Ağır çalışma şartları etkisinde kalan makine elemanları, özellikle; aşınma, erozyon, korozyon, yorulma, oksidasyon ve yüksek sıcaklığa dayanım konularında ki talepleri tam olarak karşılayamayarak [6,7] mekanik ve/veya kimyasal etkilerle bozulmalara maruz kalmaktadırlar [7]. Endüstriyel operasyonlarda meydana gelen birçok problem aşınma olayından kaynaklanmaktadır [8]. Bahsi edilen yüzey özelliklerinden biri olan aşınma dayanımını arttırmak ve sertlik gibi mekanik özellikleri geliştirmek için çeşitli yöntemler kullanılmaktadır [4,7,9]. Bu yüzey sertleştirme yöntemleri, İndüksiyon, Alevle, Kondüktif, Elektron Işınları ve Lazerle Sertleştirme olarak bilinen ve sertleştirilen yüzeyin kimyasal kompozisyonunda değişiklik gerektirmeyen yöntemlerdir [4]. Malzeme yüzeyinde kimyasal kompozisyonunun değiştirilmeksizin yüzeyin sertleştirilmesi, tüm parçanın ısıtılmasından sonra yalnızca sertleştirilecek bölgenin hızlı bir şekilde soğutulması ya da yalnızca yüzeyin bölgesel olarak ısıtılması ve hızlı bir şekilde soğutulmasıyla sağlanabilmektedir. Çelik malzemelerin yüzeyinin kimyasal bileşimini değiştirmeden, yüzey sertleştirme işlemi uygulanabilmesi için, malzemenin karbon oranının sertleştirme için yeterli olması gerekir. Bu karbon oranı, sade karbonlu alaşımsız çeliklerde % 0.30-0.70 sınırları arasında bulunur. Yüzeylerindeki karbon oranı sertleşme sınırı üzerinde bulunan çelikler; fırında (ocakta), alevle ya da indüksiyon akımı ile yüzey sertleştirilebilir. Genellikle sertleştirme işlemlerinde yalnızca yüzey bölgesinin ısıtılıp bölgesel olarak hızlı soğutulmasıyla sertleştirilmesi tercih edilmektedir. Böylece malzemenin iç kısımlarında bir değişim engellenmektedir. Ancak, bu işlemlerde yüzeyin ısıtılmasının çok kısa bir surede

yapılması gerekmektedir. İş parçası yüzeyinin ısıtılması, oksii-asetilen aleviyle, orta ya da yüksek frekanslı girdap akımları etkisiyle, yüksek sıcaklıkta tuz ya da metal banyolarında parçaların tutulmasıyla [10], CO₂ veya Nd-YAG olarak bilinen lazer sistemlerinde üretilen lazer ışınının iş parçası üzerinde belirli bir bölgeye doğrultulması ve bölgenin ostenit sıcaklığına [11] ani ısıtılıp soğutulması ile [12], son olarak elektron ışınlarının iş parçası üzerine gönderilmesi ve hedef bölgenin ergime sıcaklığının altına ısıtılması ve takiben kendiliğinden soğutulması ile gerçekleştirilmektedir [8]. Kuşkusuz, bahsedilen konvansiyonel yüzey sertleştirme yöntemlerinin avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır ayrıca bu yöntemler farklı işlem durumlarında uygulanabilmektedirler [13].

Genel olarak çeliklere tatbik edilen konvansiyonel yüzey sertleştirme işlemleri yüksek sıcaklıklarda uygulanmaktadır, iş parçası olan çelik malzemenin karbon içeriğine bağlı olarak 800 °C - 1200 °C aralığında değişen yüksek sıcaklıklara ısıtılması ve (4 saat) uzun süreler bekletilmesi, [14] takiben yapılan hızlı soğutma veya su verme işlemi [15] ve nihai temperleme işlemleri [16] hem yüksek maliyetli donanım gerektirmektedir hem de yüksek operasyon maliyetlerine neden olmaktadır [13,17,18].

Alevle yüzey sertleştirme işlemi; fırında ısıtılması pratik olmayan veya parça üzerinde bölgesel yüzey sertleştirme gerektiren durumlarda kullanılan bir yöntemdir. İşlem parçanın yüzey bölgesinin oksii-asetilen veya oksii-hidrojen [7,19] hamlacı kullanılarak direk olarak yüksek sıcaklık alevinin yüzey bölgesine tatbik edilmesi ile yüzey bölgesi sıcaklığının ostenit bölgesine çıkarılması ve martenzitik sert yapı teşekkülü için hızla soğutulması şeklinde gerçekleştirilmektedir. İşlem kontrolü tamamen el becerisi yapıldığı için ustalık gerektiren ve homojenlik açısından güvenilirliği düşük bir yöntem olduğu düşünülmektedir [19]. Alevle sertleştirme yöntemi indüksiyon ile sertleştirmeye göre daha kaba bir işlemdir. Hassasiyet düşük ve daha kalın bir tabaka elde edilmektedir [7].

İndüksiyonla yüzey bölgesi sertleştirme işlemi malzeme yüzey bölgesinin indüksiyon akımı ile ostenitik yapıya getirilmesi ve yüzey bölgesinde martenzitik yapı oluşturmak için su verilmesi prensiplerine dayanmaktadır. Yüzey bölgesinin

ısıtılması için parça, yüksek frekanslı alternatif akımın geçtiği bobinler içerisine konulmaktadır. Bobinlerin imal edilmesi ve geliştirilmesi oldukça pahalı olabilmektedir ayrıca komplike bobin sargıların gerektiği durumlarda ve bunun yanında parça sayısı da çok az ise sertleştirme maliyeti çok artmaktadır [20]. Bobinde oluşan hızlı alternatif manyetik alan parçanın yüzeyinde devamlı akıma neden olmaktadır. Bu akımda malzeme elektrik direnci ile birlikte ısının oluşumunu sağlamaktadır. Alternatif akım frekansı ısıtma derinliğini etkilemektedir. Frekansın yükselmesi ısınan yüzey bölgesi derinliğini düşürmektedir [19].

Lazerle yüzey bölgesi sertleştirmede malzeme yüzey bölgesinde ince bir tabakanın lazer kaynaklı ısı ile ostenitik bölge sıcaklığına getirilip yüzeyde martenzitik yapının oluşumu için soğutulması işlem adımları mevcuttur. Soğutma için malzemenin kendisi, işlem gören yüzey bölgesi derinliğinin düşük olması nedeni ile çoğunlukla yeterli olmaktadır. Kompleks geometrili parça yüzey bölgelerinin homojen bir biçimde sertleştirilmesinde başarı ile uygulanabilen bir yöntemdir. Lazer maliyetinin yüksekliği yöntemin seri imalatta kullanımının yaygın olmayışının nedenidir [19].

Yukarıda bahsedilen yüzey sertleştirme yöntemleri imalat sanayinde çözümler sunmasına rağmen [21], genel itibarı ile yüksek makine maliyeti veya yüksek işletme maliyetini de beraberinde getirmektedir [17]. Metallerin yüzey özelliklerini geliştirmek hem düşük maliyetli, hem pratik, hem de çevreye duyarlı yöntemler geliştirmek için uzun yıllardır araştırmalar yapılmaktadır. Bu araştırmalar sonucunda yukarıda bahsedilen yüzey işlem yöntemlerine alternatif olabilecek bir yöntem ileri sunulmuştur. Bu yöntem Plazma Elektroliz [22], Elektrolitik Plazma Proses [23], Elektrolitik Plazma Sertleştirme [24], Elektrolitik Plazma Teknoloji (EPT) [25] ve Sulu Çözeltilerde Elektrolitik Isıl İşlem [17] gibi terimlerle anılmıştır. Elektrolitik Plazma Teknolojisi, özellikle son yıllarda araştırmacılar tarafından ilgi odağı olmasına rağmen, mevcut yüzey sertleştirme yöntemlerine alternatif olarak kullanılabilme şartları net bir şekilde ortaya konmamıştır.

Elektrolitik plazma yüzey işlemler teknolojisi, elektrik boşalımı sağlayan anot elektrot ve yüzey işlemleri yapılmak istenen iş parçası (katot) arasında, su bazlı elektrolite yüksek voltaj uygulanarak katot yüzeyinde (çalışma parçası) plazma

tabakası oluşturmak sureti ile ısıtma ve yine ısıtılan bu iş parçasının su esaslı elektrolitle ani soğutulması işlemidir [26]. Elektrolitik plazma sertleştirme metalurji endüstrisinde standart makine parçalarının sertleştirilmesinde kullanılır. Sertleşme verimi 1-3 m²/saate kadar yükselmektedir. Ayrıca bu yöntem parçaların imalatında esnekliği ortaya koyar ve malzemelerin maliyetinde azalmayla birlikte, bu teknoloji ısıtma ve makine maliyetlerinde de bir fiyat düşüşü sağlar [27]. Bu teknoloji ile 50-500 °C/s aralığında ısıtma – soğutma çevrimi uygulanabilmektedir [18] bu yüzden işlem uygulanan parçanın yüzeyinden itibaren 0.1-10 mm' ye kadar sertleşme derinliği ve yüzeyde ise 60-65 HRC sertliğinde tabaka elde etmek mümkün olabilmektedir aynı zamanda termo kimyasal işlemler ile yüzey temizleme işlemleri de yapılabilmektedir [22,24]. İşlem yapılacak parçaların ölçülerine ve sınıflandırmalarına bağlı olarak bir sınırlama yoktur. İlave olarak çalışma parçasına bir ön yüzey hazırlama işlemi uygulamak da zorunlu değildir. Büyük ebatlardaki ve ağırlıklardaki; örneğin; sondaj borusu, şaft, krank, mil gibi makine elemanlarının bölgesel olarak sertleştirilmesinde nozul ve sistem esnekliğinden dolayı son derece pratik mühendislik çözümleri üretebilmektedir.

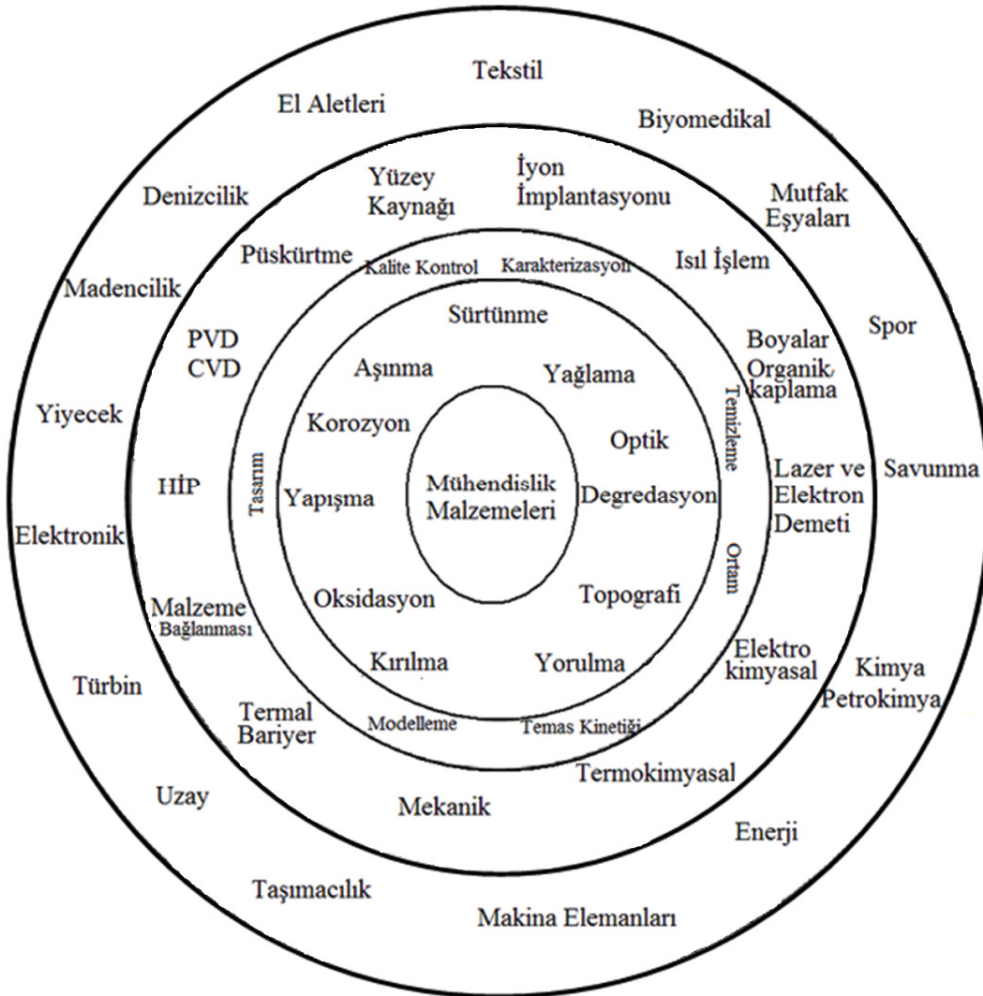
Yapılan bu çalışmada, düşük maliyetli, yaygın olarak kullanılan bir çelik grubu seçilerek, Elektrolitik Plazma Teknolojisi ile yüzey özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda; silindirik olarak hazırlanan AISI 1040, AISI 4140 ve DIN 1.2333 çeliklerinin yüzeylerine elektrolitik plazma sertleştirme işlemi uygulanmış ve işlem parametrelerinin sertleştirme işlemine etkisi incelenmiştir. Ayrıca elektrolitik plazma teknolojisi ile sertleştirilmiş AISI 4140 gurubu disklerin sertleşme karakteristiği induksiyonla sertleştirme yöntemi ile karşılaştırılmıştır.

Elektrolit plazma işlemi ile mevcut yüzey sertleştirme yöntemlerinde uygulanması güç ve pahalı olan, yüzey kimyasal yapısını değiştirebilme çalışmaları da incelenmiştir. Elektrolitik plazma difüzyon bölümünde incelenen bu işlemlerde, altlık malzemesi olarak AISI 316 L paslanmaz çelik levhalar kullanılmıştır. Bu çelik düşük karbon ve azot içeriği aynı zamanda düşük sertlik değeri nedeni ile tercih edilmiştir. Elektrolit içerisine azot ve bor içeren ve suda çözülebilen kimyasallar ilave edilerek bu çözeltilerin iş parçası yüzeyine difüze edilerek iş parçası yüzeylerinin modifiye edilmesi amaçlanmıştır. Difüzyon işlemleri 5 saniye, 1 dakika,

15 dakika ve 30 dakika sürelerde gerçekleştirilmiştir. Üretilen modifikasyon tabakaları farklı karakterizasyon yöntemleri ile incelenmiştir. Yüzeyde belirli seviyelerde azot difüzyonu ile birlikte oksit oluşumlar gerçekleşmiştir. Oluşturulan bu difüzyon tabakasının aşınma testleri de çizgisel aşınma deneyleri ile test edilmiştir.

BÖLÜM 2. YÜZEY İŞLEMLER

Yüzey işlem teknolojileri son yıllarda giderek artan bir önem arz etmektedir. Yüzey işlemleri ile malzemenin sertlik, yorulma, sürtünme, aşınma ve korozyon özellikleri geliştirilmektedir. Bunlardan tribolojik özelliklerin geliştirilmesi önem açısından ilk sırayı teşkil etmektedir. Yüzey işlemleri, daha ucuz ve daha kolay elde edilmesi mümkün olan altlık malzemesinin yüzeyini, çeşitli işlemlerle değiştirerek, istenilen özellikte malzeme elde edilmesi ve bunu çok amaçlı kullanarak ekonomik fayda kazanılmasını sağlamaktadır [7].



Şekil 2.1 Yüzey mühendisliği teknolojileri ve sektörler arasındaki etkileşimi [7]

Bu işlemlerin en önemli avantajı, ucuz bir altlık malzeme yüzeyine yapılacak işlemlerle yüzey-ortam etkileşimine dayanan optik, manyetik, elektriksel, termal, kimyasal, korozyon, oksidasyon ve tribolojik gibi özellikleri istenilen şekilde değiştirilebilmesidir. Malzeme tasarımı, özellikleri, yüzey mühendisliği teknolojileri ve endüstriyel sektörler arasındaki karşılıklı etkileşim Şekil 2.1'de verilmektedir. Şekilde de görüleceği üzere malzemelerin öncelikle karşılaşıcağı problemler, daha sonra bu problemlerin karakterizasyonu ve nasıl çözümlenebilecekleri, bu amaçla malzeme yüzeylerine uygulanabilecek yüzey geliştirme prosesleri ile malzemelerin tüm sektörlerle olan ilişkilerini açıklamaktadır.

2.1. Yüzey İşlem Teknikleri

Yüzey işlemleri kaplama ve modifikasyon esaslarına dayanarak iki temel gruba ayrılmaktadır.

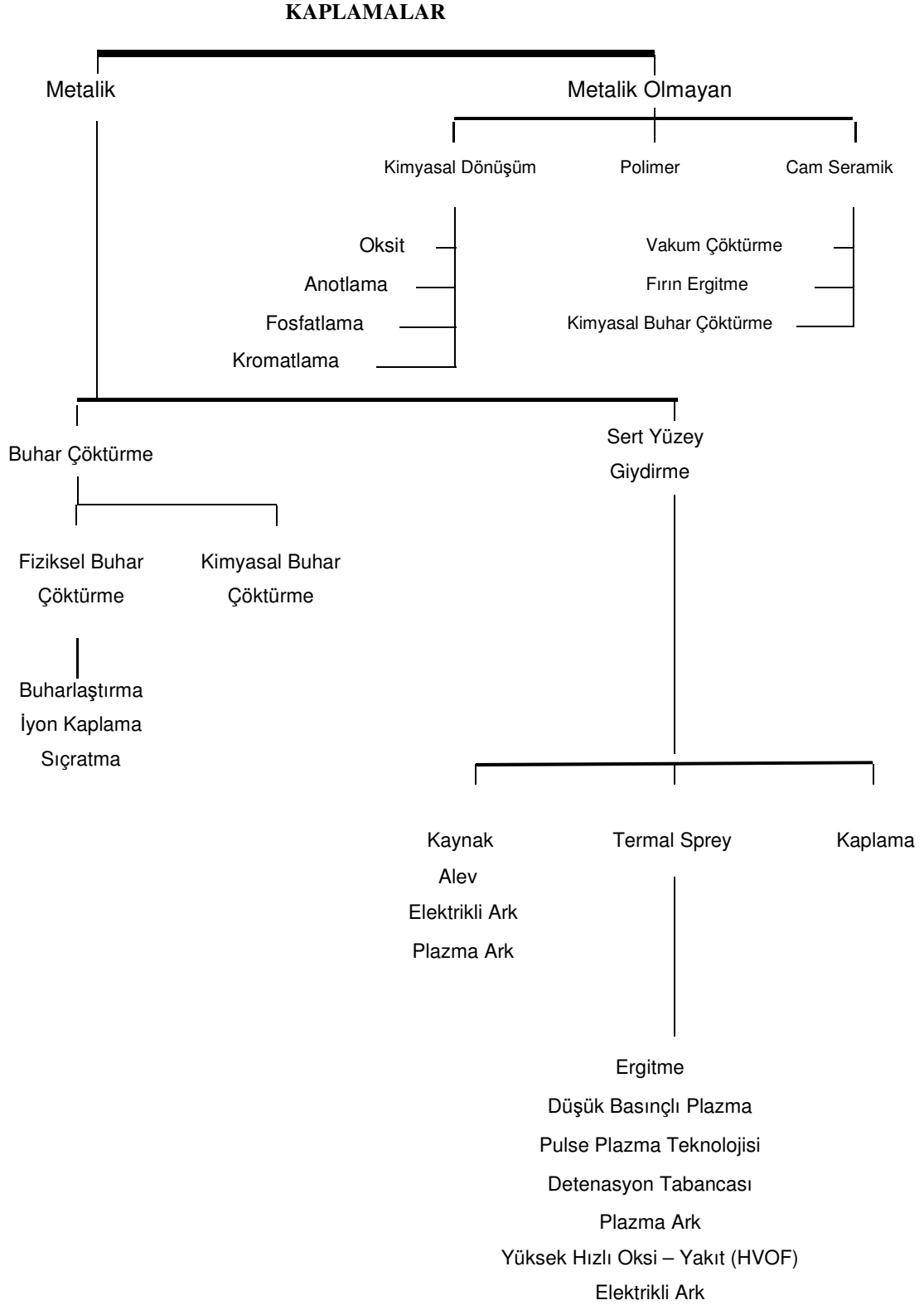
2.1.1. Yüzey kaplamalar

Bir malzeme yüzeyine başka bir malzemenin katılması, tutunması ya da çöktürülmesi kaplama olarak adlandırılmaktadır. Yüzey kaplamaları altlık malzemesinin termodinamiği ile ilgili olmadığından geniş bir uygulama olanağı sunmaktadır.

Ucuz malzemelerin yüzeyleri daha üstün tribolojik, dekoratif ve pek çok diğer arzu edilen özelliklere kavuşurken, malzeme mukavemet özelliklerini korur. Bu da aynı yüzey özelliklerine sahip pahalı farklı hammaddelerden üretilecek malzemelere göre, enerji ve malzeme kayıplarını büyük oranda azaltır. Aşınan takımların ve iş parçalarının değiştirilme sıklığı azaldığından, buna bağlı olarak masraflar azalmaktadır [10].

Yüzey kaplamaları temel olarak malzemeyi kullanıldığı ortam etkilerinden korumak ve görünümünü iyileştirmek amacıyla uygulanır. Bu amaçla Tablo 2.1'de sınıflandırılmış çok sayıda kaplama yöntemi verilmiştir. Tabloda verilen sınıflandırmada, kaplama yöntemleri metalik ve metalik olmayan şeklinde iki temel gruba ayrılmıştır.

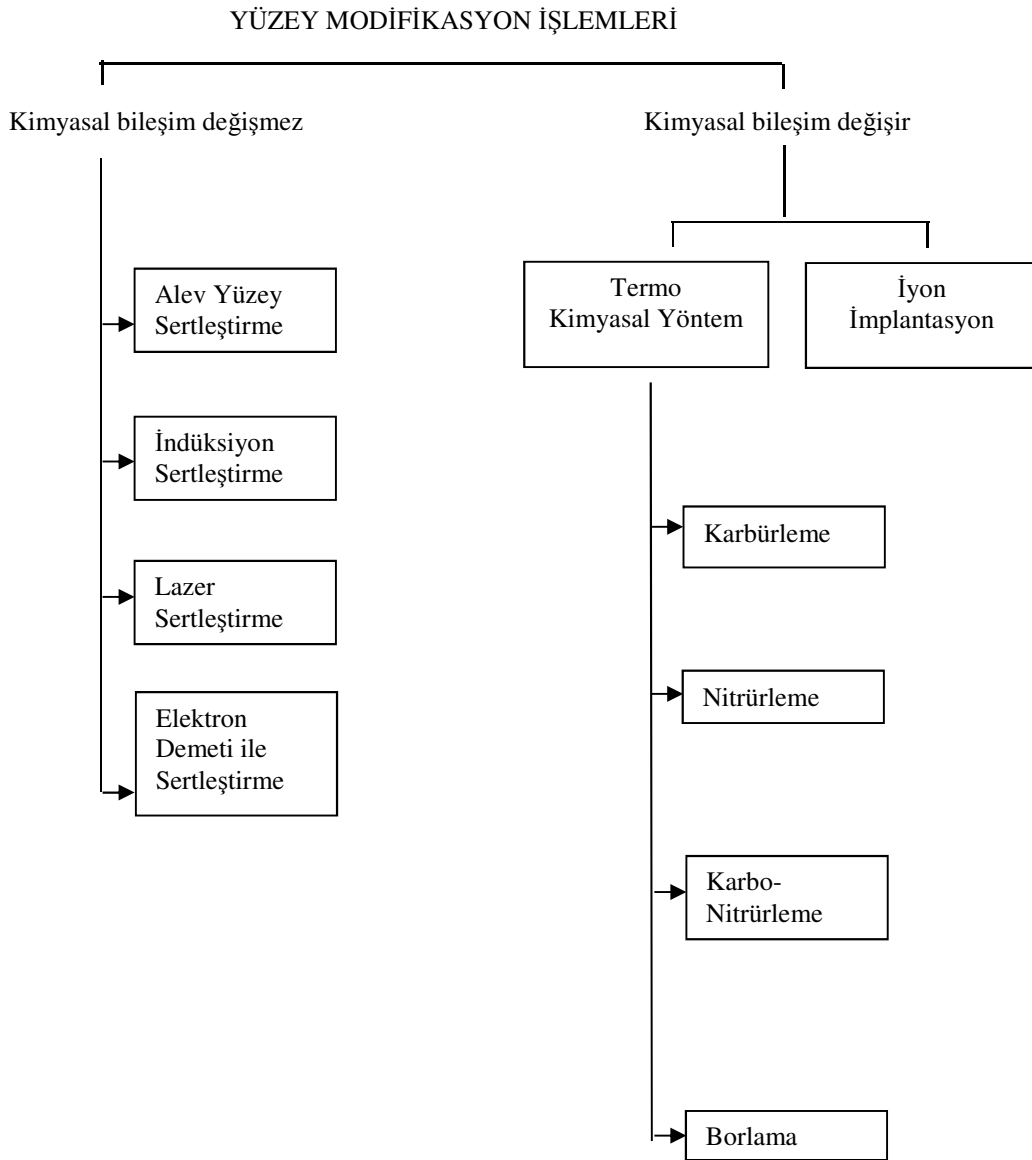
Tablo 2.1. Kaplama yöntemlerinin sınıflandırılması [7]



2.1.2. Yüzey modifikasyon işlemleri

Yüzeyde sertliğin artırılması için, başlıca iki ana yöntem olarak malzemenin yüzeyinin kimyasal bileşimi değiştirmeden yapılan işlemler ve kimyasal bileşimini değiştirerek yapılan işlemler olarak iki gruba ayırım yapmak mümkündür. Yaygın olarak kullanılan bu ana iki yöntemin dışında, yüzeye çelik püskürterek, özel haddeleme uygulayarak, soğuk şekillendirme ile de yüzey sertliği artırılabilir [28]. Bahsi edilen yüzey modifikasyon işlemleri Termal teknikler olarak da adlandırılmaktadır [29].

Tablo 2.2. Yüzey modifikasyon yöntemlerinin sınıflandırılması [10]



2.1.2.1. Yüzeyin kimyasal bileşimini değiştirerek yapılan termokimyasal yüzey sertleştirme işlemleri

Termokimyasal yüzey modifikasyon işlemleri genel olarak, karbürleme, borlama, nitrüleme, kromlama, silikonlama gibi veya bu işlemlerin kombinasyonu şeklinde olan karbo-nitrüleme türü yüzey işlemler olarak gruplandırılmaktadır [30,31].

2.1.2.1.1. Karbürleme

Karbürleme, üst dönüşüm sıcaklığı olan A_3 üzerindeki sıcaklıklarda çeliğin yüzeyine karbon emdirme veya yüzeyin karbonca doyurulması anlamına gelmektedir [19]. Karbürleme işlemi iş parçası yüzeyine karbon emdirmek sureti ile gerçekleştirilen bir işlemdir [7]. Ortam karbonca zengin iş parçası yüzeyi de karbonca fakir olacaktır ve iş parçasının karbon içeriği düşük olmalıdır. Karbürleme, ostenit (γ) faz alanında yapılır (900-930 °C). Ostenit zamana bağlı olarak bünyesinde karbon çözebilmektedir. Çözünen karbon zamanın ve sıcaklığın fonksiyonudur. Fakat 950 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda yapılan karbürleme işlemleri çok azdır. İşlem yüzeyde elde edilmesi istenen tabaka kalınlığına göre 8-12 saat sürebilir. İş parçasının yüzeyinde karbon miktarı %0.7-1 civarında olabilir. Ancak genellikle yüzeyde %0,65-0,8 oranında karbon kompozisyonu tercih edilmektedir. Karbürleme işlemi yapılmış çeliğin, karbürleme sıcaklığından oda sıcaklığına yavaş soğuması durumunda çözülmüş karbon çözelti içerisinde ferrit-demir karbür ve perlit fazlarına ayrışır. Hızlı soğutma veya su verme bu çözünme işlemini önlemektedir. Hızlı soğutma ile karbon kafes yapısı içerisinde hapsolür ve kafes yapısı hacim merkezli tetragonal martenzit yapıya dönüşmüş olur. Martenzitik yapının sertliği yüzeydeki karbon miktarına bağlı olmakla beraber 700-900 HV arasında olabilmektedir [32]. Ostenitin martenzite dönüşüm sırasında %4 oranında hacim artışı meydana gelir. Bu sebepten ötürü, ostenitin martenzite dönüşümü sırasında çarpılma ve su verme çatlakları da oluşabilen hasarlar arasındadır. Yüksek sıcaklıklardaki uzun süreli ısıtma, tutmalar da kaçınılmaz olarak çarpılmayı beraberinde getirmektedir. Karbürleme işlemin bir diğer dezavantajı ise yavaş olmasıdır, difüzyona bağlı olduğu için yavaş gerçekleşmekte [32,33] bu sürecin uzunluğunun sonucu olarak, yüksek sıcaklıklarda tane büyümesine neden olmasıdır [7].

2.1.2.1.1.1. Katı ortamda karbürleme

İş parçaları, karbon verici herhangi bir dökme demir talaşı, odun kömürü, kok kömürü, meşe kömürü, linyit kömürü, ile alkali bileşiklerin küçük taneler halinde karışımı olan kapalı ortamda ısıtılır. En etkili alkali bileşikleri baryum oksit ve baryum karbonattır. Bu maddelerin kuru olması ve çok ince toz halinde olması gerekir [33]. Genelde katı ortamda yapılan işlem uzun süreli ve büyük parçalara uygulanır. Yüzey tabakası kalınlığı homojen olmayabilir [7]. Karbürleme esnasında karbürleyici ortam bünyesinde bazı gazlar meydana çıkar. Bu gazlar, karbon monoksit ve karbondioksitten meydana gelen bir gaz karışımıdır. Karbon monoksit (CO) gazı yüksek sıcaklıklarda malzemenin karbon almasını sağlar. Karbürleme işleminde kullanılan kutular kapalı ve hava geçirmez özellikte olmalıdır. Sürekli ve düzenli kullanım için genellikle yüksek oranda krom ve nikel içeren çeliklerden yapılır. Kutuların büyüklüğü yüzeyi sertleştirilecek malzemeye uygun olmalıdır. Örneğin, büyük ebatlı bir malzeme için kullanılan kutunun ebadı gereğinden küçük olması durumunda, yeteri miktarda toz katı karbürleyici malzeme konulamayacağından istenilen sertleşme derinliği sağlanamaz. Küçük parçalar için büyük kutuların kullanımı durumunda ise, fazla miktarda katı karbürleyici madde kutu içine konur. Bu durumda ilk ısınma süresi çok artar. Karbürleme işleminde parçalar, karbürleyici toz ile karıştırıldıktan sonra hava geçirmeyen kapalı karbürleme kutularında yaklaşık 900 °C’de tavllanır. Uzun karbürleme süresine bağlı olarak tane kabalaşması oluşur. Oluşan bu tane kabalaşmasını azaltmak için karbürleme sıcaklığı 830-850 °C’ye düşürülebilir. Fakat düşük sıcaklık süreyi çok artıracığından tane kabalaşması yine görünebilir. Bu sebeple daha yüksek sıcaklık ve kısa süre tercih edilir. Bu nedenle günümüzde 900-950 °C sıcaklıklar kullanılır. Çok büyük karbürleme derinliklerinde 1000 °C’ ye kadar çıkılabilir. 930 °C, karbürleme sıcaklığı için, 1 mm derinliğe 4 saatte ulaşılır. Karbürleyici tozun ısı iletimi kötü olduğundan ısıtma süresi uzundur [33].

2.1.2.1.1.2. Gaz karbürleme

Gaz karbürleme yönteminde, genel olarak katı karbürleme yönteminde kullanılan sıcaklık dereceleri kullanılabilir. Fakat bu yöntemde karbon verici olarak gaz

karışımları kullanılır. Gaz olarak doğal gaz, metan, etan, propan ve hava gazı kullanılabilir. Bu gazlardan metan gazı yüksek sıcaklıklarda parçalanarak demire karbon verir. Bu karbon atomlarının demirin alabileceğinden fazla olmaması gerekir. Hava gazı ise diğer gazlara oranla önemli miktarda karbondioksit (CO₂) içerir. Metan gazının parçalanmasını kolaylaştırmak ve karbonu, karbon monoksit (CO) haline dönüştürmek için gazla birlikte hava da kullanılır. Bu işlem 1000 °C' deki jeneratörlerde yapılır. Gaz jeneratörden geçtiğinde metan (CH₄) gazının yanında az oranda karbon monoksit (CO) ve hidrojen (H₂) içerir. Hava gazındaki karbondioksit miktarı düşük olmalıdır. Çünkü karbondioksit, karbon monoksit'i redükler. Karbürleme etkisini artırmak için bu gazlara az miktarda propan ilave edilir. Küçük karbürleme tesislerinde direkt hava ve propanla işlem yapılabilir. Bu yöntemde kurumu önlemek için gaz-hava karışımına amonyak (NH₃) ilave edilir. Katı ortamda yapılan karbürleme de karşılaşılan uzun işlem zamanları ve ısıl işlem uygulama güçlüğü gaz karbürleme de oluşmamaktadır. Gaz karbürleme yöntemi de katı ve sıvı karbürlemede olduğu gibi önce karbon oranı düşük olan malzemelerin, yukarıda anlatılan gazlar ve ısı aracılığı ile karbon oranı artırılarak sertleştirme işlemi için yeterli düzeye getirilir. Bu işlemden sonra malzeme kendi halinde soğutulur. Soğutma işleminden sonra yüzeyi sertleştirmek için malzeme tekrar tavllanır ve uygun soğutma ortamında sertleştirme işlemi yapılır [33].

2.1.2.1.1.3. Sıvı karbürleme

Sıvı karbürleme yönteminde malzeme daha önceden hazırlanmış tuz banyoları içerisine konulur ve yaklaşık 850-930 °C' de tavllanır. Bu sayede parça yüzeyi karbonca zenginleştirilir. Karbonca zenginleşen parça uygun soğutma ortamında soğutularak sertleştirme işlemi yapılır. Sıvı karburizasyon yönteminde parçanın karbon miktarı eriyik tuz banyoları aracılığı ile artırılır. Bu işlemde genelde sodyum siyanür (NaCN), düşük oranlarda potasyum siyanür (KCN) tuz banyoları kullanılır. Fırın içine konulan bu tuzların eriyik hale getirilmesi sağlanarak tuz banyosu oluşturulur. Yüksek sıcaklıkta siyanür parçalanarak karbon ve bir miktar da azot verir. Azot karburizasyonu kolaylaştırır. Tuz içerisinde ayrıca karbonun parça yüzeyine geçişini hızlandıran (aktifleştirici) madde olarak da baryum klorür yada stronsiyum klorür veya her ikisi birden kullanılır. Banyonun karbon değeri sürekli

kontrol edilmeli ve yeni tuz takviyesi ile sabit tutulmalıdır. Tuz eriyiği banyo kabının imal edildiği kutu veya kap ile reaksiyona girer. Ayrıca uzun süre çalışmalarda banyo kabında korozyon hasarı oluşur. Sıvı karbürlemede kullanılan siyanür tuzları kurutulmalı ve havalandırılmalıdır. Tuzlar zehirli olduğundan taşınması, giriş ve çıkışları çok sıkı kontrol edilmelidir. Siyanür tuzlarının su ile taşınma ihtimaline karşı sertleştirme atölyelerinin tabanında kesinlikle su bulunmamalı veya tabanlar su ile temizlenmemelidir. Sıvı karbürleme işleminde, tuz banyosunda ısıtma sırasındaki hızlı sıcaklık değişiminden dolayı parçada gerilme oluşmasını önlemek veya azaltmak için parçalar ön tavlama işlemine tabi tutulur. Bu ön tavlama sıcaklıkları 300-600 °C arasındadır [33].

2.1.2.1.1.4. Plazma karbürleme

Karbürleme işlemi, düşük karbonlu çeliklerde 850-925 °C arasında gerçekleştirilir. İşlemden kullanılan karbürleme gazı genellikle hidrokarbonludur (C_xH_y). Sistemin gaz basıncı 1-20 torr, anot ile katot arasındaki gerilim 1000 voltur. Karbürlenen parçalarda herhangi bir deformasyon söz konusu değildir, soğutma işlemi vakum ortamında yapılır. Kompleks geometriye sahip parçalara kolaylıkla uygulanabilir, homojen kalınlığa sahip, hassasiyeti yüksek, endüstriyel olarak yaygın kullanılan bir prosedir [34].

2.1.2.1.2. Nitrüleme

Bu metot, genellikle krom-alüminyumlu ve krom-molibden-vanadyumlu düşük alaşımlı çeliklere uygulanır. Bu yöntemde çelik, sıcaklığı 500-550 °C olan fırında amonyak gazı ortamında bekletilmesi sonucunda veya aynı sıcaklıklarda azot veren tuz banyosu içine konularak yüzeyde ince ve çok sert bir tabaka oluşur. Amonyak gazı yüksek sıcaklıklarda azot ve hidrojene ayrılır. Ayrışan bu gazlardan azot çeliğe difüzyon yolu ile girer ve yüzeyde çok sert bir yapıda nitrür tabakası oluşturur. Çelik parçanın dış yüzeyi ince ve çok sert bir yapı olurken, malzemenin iç yapısı yumuşak kalır. Nitrüleme işleminin en büyük avantajı işlem sonrasında parçanın tekrar tavlama ve sertleştirilmesine gerek olmamasıdır. Çünkü işlem sonrası elde edilen sertlik değeri yeterlidir. Bu yöntemle elde edilen sertlik değerini başka bir yöntemle elde

etmek mümkün değildir. Nitrürleme yönteminin yukarıdaki birçok üstünlüğünün yanında, işlemin çok zaman alması en olumsuz yönüdür. Çok ince bir nitrür tabakası elde etmek için parçayı fırında ve amonyak gazı içinde yaklaşık 20 saat kadar bekletmek gerekir [33].

2.1.2.1.3. Karbo-Nitrürleme

Karbonitrürleme, karbürlemenin azot ile modifiye edilmiş halidir. Karbürleme gazına azot vericilerin (örneğin NH_3) ilavesi ile azotun karbonla birlikte çelik sertleştirme yüzeyine difüzyonu sağlanır. Karbonitrürleme süreç içerisine giren azotun etkisi ile karbürlemeye göre daha kısa süre ve daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilebilir. Bu nedenle modifiye olmuş yüzey bölgesi kalınlığı karbürlemedeki kalınlığa nazaran daha düşüktür. Karbürlemeye göre daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesi nedeniyle daha düşük soğuma hızlarının varlığı işlem sonrası çarpılma yönüyle de yöntemin karbürlemeye göre avantajlı olmasını sağlar [19].

2.1.2.1.4. Borlama

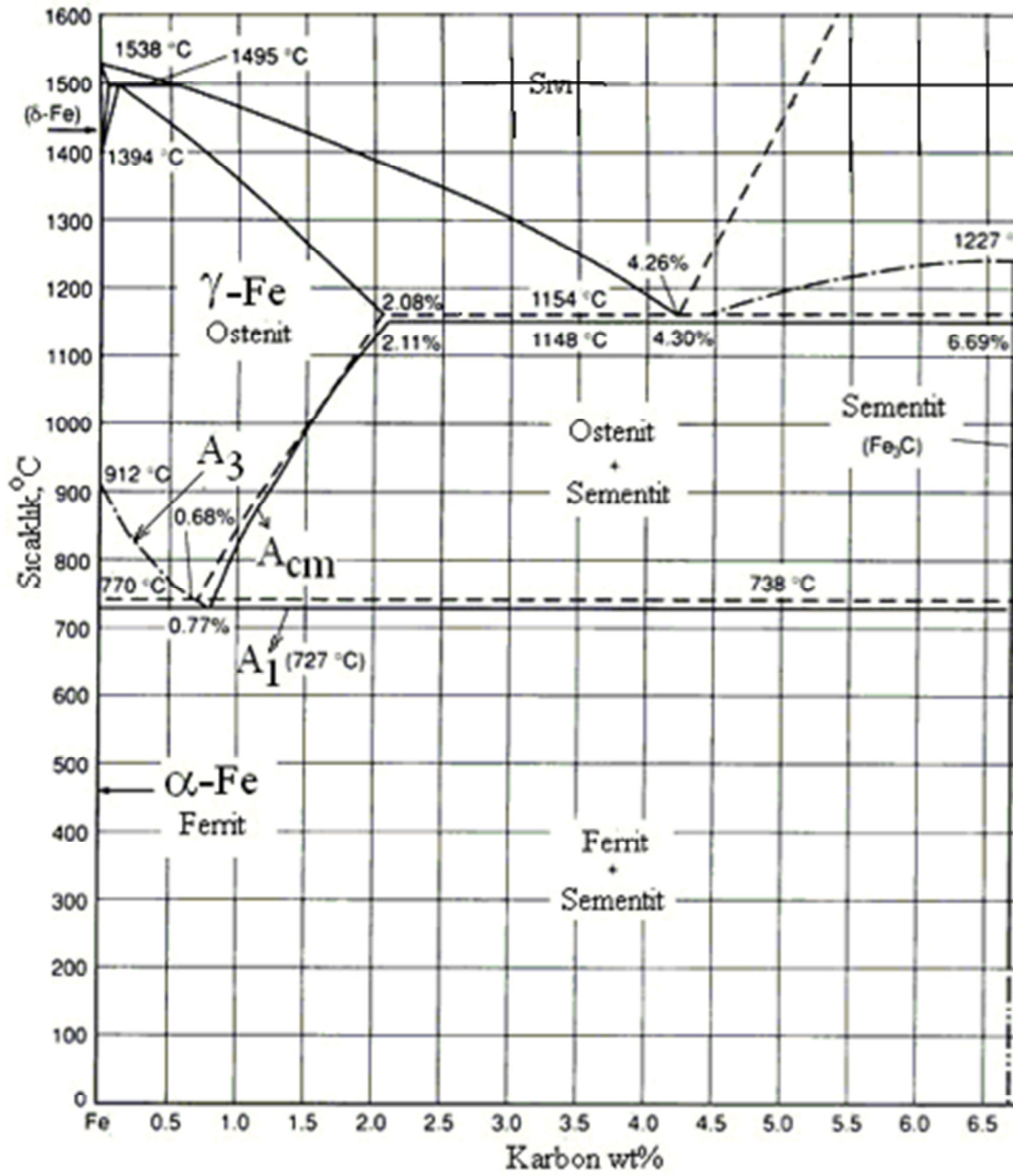
Borlama işlemi, demirli, demirli olmayan ve sinterlenmiş karbür malzemelerin geniş bir bölümüne uygulanabilen termokimyasal bir yüzey sertleştirme işlemidir. Bu işlem; malzemeyi 700 °C ile 1000 °C sıcaklıklar arasında tercihen 1 - 12 saat süre ile katı bor tozu, pasta, sıvı, gaz veya plazma şeklindeki bir ortamda ısıtılmasından ve bekletilmesinden ibarettir İş parçası yüzeyinde FeB ve Fe_2B oluşmakta ve tabakalar yüzey sertliği 1250 HV değerlerine kadar ulaşabilmektedir [35,36].

2.1.2.2. Yüzeyin kimyasal bileşimi değişmeden yapılan termal yüzey sertleştirme işlemleri

Çeliğe uygulanan termal yüzey işlemlerini iyi bir şekilde anlayabilmek için saf demirin allotropik dönüşümünün ve Fe-C faz diyagramının irdelenmesi önemlidir. Saf demir sıcaklığa bağlı olarak birden çok kafes yapısına sahip olan, allotropik bir metaldir. Saf demir 1536 °C'de kübik hacim merkezli kristaller halinde δ -demir'i olarak katılaşır. Bu yapıda her demir atomu üç boyutlu çevresinde sekiz komşu demir

atomu ile sarılmıştır. 1401 °C'de atomların daha da yaklaşması ile aniden kübik yüzey merkezli kristal yapısındaki γ -demir'i (ostenit) meydana gelir. Yeni yapıda her demir atomu üç boyutlu çevresinde on iki komşu demir atomu ile sarılmıştır. Bu sayede de bir önceki yapıya göre daha sıkı paket bir oluşmuştur. 1135 °C de maksimum karbon çözünürlüğü %2 dir. Normal olarak oda sıcaklığında kararlı bir faz değildir. Soğutma işlemi devam ettiği takdirde, 911 °C'de tekrar bir durak noktası ile karşılaşılır. Bu sıcaklıkta kübik hacim merkezli yeni kristaller oluşur ve α -demir'i (ferrit) olarak adlandırılır. α -Demiri, oda sıcaklığına kadar devam eden bir soğumada artık bir daha değişime uğramayan son kristal şeklidir. Gerçekte 768 °C' de diğer durak noktası mevcuttur; ancak bu sıcaklıkta her hangi bir kristal kafesi değişimi meydana gelmez. Demir bu noktada, ısıtma ve ergitme sırasında kaybolan manyetik özelliklerini tekrar kavuşur.

Demirin katı haldeki dönüşümleri büyük bir öneme sahiptir. Bu özellik, malzeme özelliklerinin belirli sınırlar içerisinde istenildiği gibi ayarlanmasını sağlar [28]. α -demirin, γ -demirine göre daha sıkı bir kafes yapısı vardır. Ferrit yumuşak, kolay şekil verilen ve manyetik özelliğe sahip bir yapıdır. Karbonun α demiri içinde erimesi sonucu oluşan katı eriyiğe ferrit adı verilir. Karbon α içinde en fazla 723 °C'de (A_1 sıcaklığı) % 0.025 kadar eriyebilir. Sıcaklık derecesinin düşmesine bağlı olarak bu oranda azalır. Oda sıcaklığında ise bu oran % 0.005'tir. Ferritin çözemediği karbon kristalin dışına atılır ve sementit oluşur [37]. Sementit gevrek ve kırılgan bir malzemedir. Çeliklerde, α -demiri yalnız bulunmaz. Sementitle birlikte perlit denilen yapıyı oluşturur. Bu yapıda sementit, ferrit içinde lamel şeklinde bulunur. Karbon miktarı tam %0.8 olunca doku yalnız perlitten oluşur [38]. Ferrit-ostenit-sementit fazlarının demir-karbon alaşımı bünyesindeki yerleri ve sıcaklıkları Şekil 2.2'de gösterilmektedir. [39]. Bu diyagramda gösterilen kesikli çizgiler stabil demir-grafit diyagramını sürekli çizgi ise yarı stabil Fe-Fe₃C diyagramını göstermektedir. Stabil şartlardaki diyagramın elde edilmesi çok uzun zaman almakta özellikle düşük sıcaklık ve düşük karbon aralıklarında dolayısı ile yarı kararlı diyagram daha fazla ilgi çekmektedir. Tanım olarak çelik; demir (Fe) ve ağırlıkça %2'ye kadar karbon (C) içeren alaşımıdır. Karbondan başka farklı oranlarda (yaklaşık %5 ağırlıkça) diğer alaşım elementleri ve empürite elementler de bulunabilmektedir [39,40].



Şekil 2.2. Demir-karbon faz diyagramı [39]

Malzeme yüzeyinde kimyasal bileşim değiştirilmeksizin yüzeyin sertleştirilmesi, tüm parçanın ısıtılmasından sonra yalnızca sertleştirilecek bölgenin hızlı bir şekilde soğutulması ya da yalnızca yüzeyin bölgesel olarak ısıtılması ve hızlı bir şekilde soğutulmasıyla sağlanabilir.

Genellikle sertleştirme işlemlerinde yalnızca yüzey bölgesinin ısıtılıp lokal olarak hızlı soğutulması tercih edilir. Böylece malzemenin iç kısımlarında bir değişim olmaz. Ancak bu işlemlerde yüzeyin ısıtılmasının çok kısa bir sürede

yapılması gerekmektedir. Parça yüzeyinin ısıtılması, oksii-asetilen aleviyle, orta ya da yüksek frekanslı girdap akımları etkisiyle, yüksek sıcaklıkta tuz ya da metal banyolarında parçaların kısa süreli tutulmasıyla gerçekleştirilir.

Çeliklerin yüzeyinin kimyasal bileşimini deęiřtirmeden, yüzey sertleştirme işlemi uygulanabilmesi için, malzemenin karbon oranının sertleştirme için yeterli olması gerekir. Bu karbon oranı, sade karbonlu alaşımsız çeliklerde % 0.30-0.70 sınırları arasında bulunur. Yüzeylerindeki karbon oranı sertleşme sınırı üzerinde bulunan çelikler; fırında (ocakta), alevle, lazerle, elektron demeti ile ya da indüksiyon akımı ile yüzey sertleştirilebilir. Bu yöntemlerde temel ilke; öncelikle malzeme yüzeyini ostenitleme sıcaklığına kadar ısıtmak, sonra da belirli soęutma hızı ($^{\circ}\text{C}/\text{sn}$) ve ortamlarında aniden soęutmaktır. Burada amaç; malzemenin yüzeyinin sert ve aşınmaya dayanıklı, iç bölgelerinin ve çekirdek kısmının ise yeterli derecede sünek ve tok olmasının sağlanmasıdır. Bu yüzden sertleştirilecek parçaların aşırı derecede ısıtılmasından kaçınılmalı ve sadece malzemenin yüzey bölgesinde homojen bir ısıtma yapılmalıdır [10].

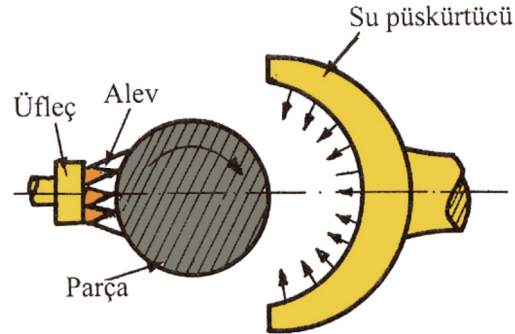
Yukarıda bahsedilen seçimli yüzey sertleştirme işlemleri olan alevle, lazerle, elektron demeti ile ya da indüksiyon akımı aşağıda açıklanmıştır. Ancak fırın içerisinde ısıtma ve fırın dışında su verme, iş parçasının tümünün ısıtılması suretiyle uygulandığı için bölgesel (seçimli) sertleştirme işlemleri gurubunun dışında tutulmuştur.

2.1.2.2.1. Alevle yüzey sertleştirme

Bir çelik parçanın alevle sertleştirme prensibi yüzeyin ostenitik sıcaklığına hızla ısıtılması ve daha sonra iş parçası yüzey katmanı üzerinde martensitik bir yapı oluşturmak için parçanın hızla soęutulmasını gerektirir.

Alevle sertleřtirmede çelięin yüzeyi, örneęin oksii-asetilen veya oksii-hidrojen üfleci kullanılarak, direkt olarak yüksek sıcaklık alevinin vurmasıyla hızlı bir şekilde ısıtılır. Alev sıcaklığı 3000-3200 $^{\circ}\text{C}$ arasında olabilmektedir. Yüzeyi gerekli sıcaklığa kadar ısıtılan parçaya aniden su verilir [41]. Bu işlem, genelde parçaya su

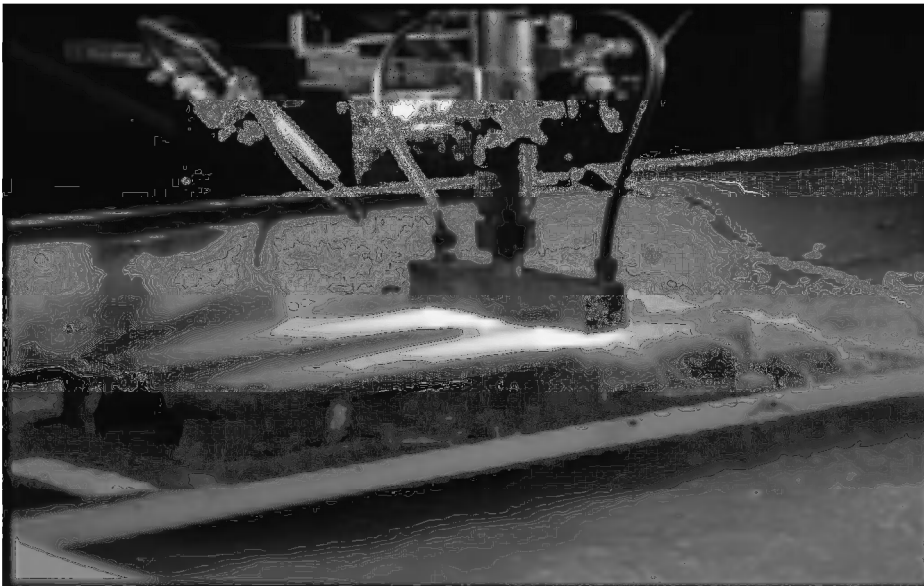
püskürtülerek veya suyun yanı sıra tuz çözeltisi ve hava kullanılarak gerçekleştirilir (Şekil 2.3).



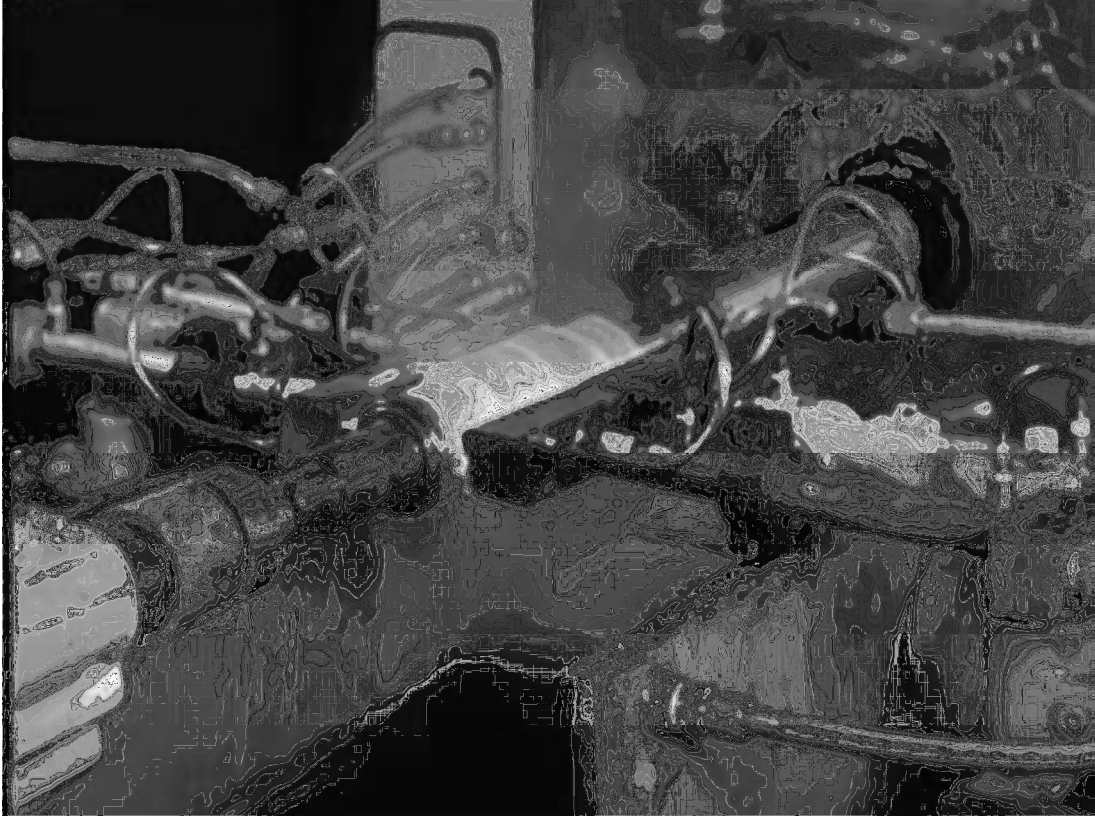
Şekil 2.3: Alevle yüzey sertleştirme prensibi [20]

Bazı durumlarda ise parçaya yağda su verilebilir. Su verme işleminden sonra parça 180–205 °C arasındaki bir sıcaklığa kadar ısıtılıp; havada soğutulmak suretiyle gerilim giderme işlemine tabi tutulur.

Alevle sertleştirme çeşitli metotlarla uygulanabilir. Prensip olarak bunlardan bazıları nokta veya sabit, ilerleyen (Şekil 2.4), dönen veya ilerleyen ve dönen (Şekil 2.5) düzeneğin birleştirildiği uygulamalardır [42,43].



Şekil 2.4. Düz bir yüzey üzerinde ilerleyen üfleç sistemi ile sertleştirme [42]



Şekil 2.5. İş parçasının döndürülmesi ile sertleştirme [42]

Alev, sertleştirilecek malzeme yüzeyine uygun mesafede uygulanmalıdır. Malzeme kalınlığı da alevin uygulanma mesafesini değiştirir.

Örneğin, kalın kesitli bir malzemeye alev uzun mesafede tatbik edilirse malzeme yüzeyi tam anlamıyla tavlalmaz. Farklı bir şekilde, çok ince kesitli bir malzemeye alev, gereğinden yakın tutularak tatbik edilirse aşırı tavlama meydana gelecektir.

Bu sebeple alev parça kalınlığına ve malzeme özelliğine göre normal mesafede yüzeye tatbik edilmelidir.

Sertleştirilecek malzemenin yüzeyinde homojen bir (bütün yüzeyde aynı oranda) tavlama sağlamak için alev, malzemenin bütün yüzeyine aynı mesafe ve oranda tatbik edilmelidir. Isıtımdan sonra hızlı soğutma işlemi sertleştirilecek yüzeyi soğuk bir metalle kapatma ve hızlı soğutma malzemesiyle ısı uzaklaştırılarak yapılır.

Tablo 2.3. Alevle sertleştirilebilen çelikler [44]

Malzeme	Su verme ortamına göre sertlik değerleri (HRC)		
	Hava	Yağ	Su
Orta Karbonlu Çelikler			
1025-1035	-	-	33-50
1040-1050	-	52-58	55-60
1055-1075	50-60	58-62	60-63
1080-1095	55-62	58-62	62-65
1125-1137	-	-	45-55
1138-1144	45-55	52-57	55-62
1146-1151	50-60	55-60	58-64
Alaşımli Çelikler			
1340-1345	45-55	52-57	55-62
3140-3145	50-60	55-60	60-64
3350	55-60	58-62	63-65
4063	55-60	61-63	63-65
4130-4135	-	50-55	55-60
4140-4145	52-56	52-56	55-60
4147-4150	58-62	58-62	62-65
4337-4340	53-57	53-57	60-63
4347	56-60	56-60	62-65
4640	52-56	52-56	60-63
52100	55-60	55-60	62-64
6150	-	52-60	55-60
8630-8640	48-53	52-57	58-62
8642-8660	55-63	55-63	62-64
Martenzitik Paslanmaz Çelikler			
410-416	41-44	41-44	-
414- 431	42-47	42-47	-
420	49-56	49-56	-
440	55-59	55-59	-
% 0,9-1,1 Karbon kompozisyonuna kadar sementede edilmiş sade karbonlu ve alaşımli çelikler.			

Alevle sertleştirme işlemi sırasında, çeliğin kimyasal bileşiminde herhangi bir değişme meydana gelmez. Çelik parçanın istenilen bölgesi uygun sıcaklığa kadar ısıtılıp, ostenitlendikten sonra su verilerek sertleştirilir. Bu nedenle söz konusu işlem, sertleşmeye elverişli ve genelde % 0.3 ile % 0.7 oranları arasında karbon içeren

çeliklere uygulanır. Alevle sertleştirilebilen çelikler ve bu çelikleri su verilme ortamlarına bağlı olarak elde edilen yüzey sertlikleri Tablo 2.1 de verilmektedir. Alevle sertleştirme çok geniş bir aralıktaki farklı demir esaslı iş parçalarına uygulanır. Bunlar çok büyük dişliler, kalıplar, şaftlar, merdaneler ve mil parçalarının fırında geleneksel şekilde ısıtılmalarının pratik olmadığı ölçülerdeki iş parçalarıdır. Diğer küçük ölçülerdeki iş parçalarına ise; valf sapmalarının uçları, itme çubukları, kamaların aşınması yüzeyleri, manivelalar gibi parçalar örnek olarak verilebilir.

Bu yöntemin avantajları; portatif oluşu, fırınlara sığmayacak kadar büyük olan parçalara uygulanabilmesi; parça yüzeyinde tufal oluşmaması, dekarbürizasyon olmaması olarak sıralanabilir.

Yöntemin dezavantajları: aşırı ısıtma sonucunda parçanın hasara uğrama olasılığı vardır. Bazı parçalarda bütün yüzeyi homojen olarak tavlama güç olabilir. Yüksek karbonlu ve kaba kesitli çelik malzemelere yüzeyde çatlama oluşabileceğinden uygulanmaz. Çok sayıda parçalara uygulanırsa (seri iş) pahalı bir yöntemdir [20,41]. Operatör ustalığı gerektirmektedir. Yanıcı gaz karışımı, üfleç ilerleme hızı, soğutma malzemesi debisi veya püskürtme şartları özenle kontrol edilmelidir [42].

2.1.2.2.2. İndüksiyonla yüzey sertleştirme

İndüksiyonla sertleştirme çok yönlü bir sertleştirme metodu olup, bir indüktör boyunca uygulanan yüksek frekanslı alternatif akımla oluşturulmuş manyetik alan içerisinde bir çelik iş parçasının yerleştirilmesi ile tatbik edilir [45]. İndüksiyon akımı ile yüzey sertleştirme işleminde alternatif akım uygulanan bobin sargısı, ısıtılacak yüzeyi sıkıca sarar. İşlem yapılacak parçayı saran bobinlerin içerisinde yüksek frekanslı alternatif akım geçirilerek, yüksek frekanslı bir manyetik alan elde edilir [44]. Oluşan yüksek frekanslı akımlar metalin yüzeyinde hareket eder. Metalin bu akımlara karşı gösterdiği direnç nedeniyle parça yüzeyi ısınır. Burada elektrik direkt olarak parçaya verilmez. Parçayı saran yük sargısına (bobine) verilir (Şekil 2.6). Bu sayede indüksiyon yolu ile parçanın yüzeyinde Eddy elektrik akımı meydana gelir ve yüzey birkaç saniye içerisinde sertleştirme (su verme) sıcaklığına ulaşır. Isınmanın

bu birkaç saniyeden fazla tutulması, parçanın içyapısının da ısınmasına sebebiyet verir. Bu sebeple ısıtma süresi iyi ayarlanmalıdır [41].



Şekil 2.6. Isıyı yüzeye uygulama prensibi

Çalışma parçasının merkezine doğru akım yoğunluğu üstel olarak azalır ve merkezde akım akışı neredeyse sıfır olur. Bütün akımın malzeme yüzeyinden itibaren erişebileceği derinliğe Nüfuz Derinliği denir [46]. Akımın nüfuziyet derinliği;

$$\delta = 503 \sqrt{\rho / \mu f} \quad 2.1$$

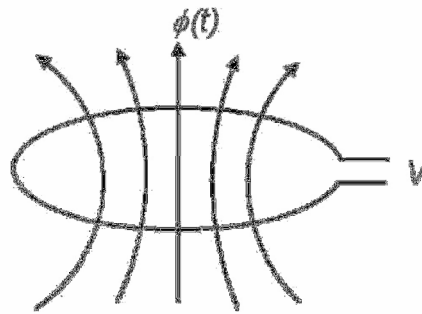
eşitliği ile verilir. Burada δ , akımın nüfuziyet derinliği (mm); ρ , elektriksel öz direnç ($\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{mm}$), μ , çeliğin manyetik geçirgenliği (gauss/oersted) ve f , akım frekansıdır (Hz). Akımın nüfuziyet derinliği sıcaklıkla artar. Bu artış çeliğin paramanyetik olduğu Kuri noktasının üzerinde oldukça şiddetlidir [41,47]. Çalışma parçasında indüklenen akımın genliği, yüzeye olan x mesafesi üstel olarak azalır.

$$I(x) = I_0 \cdot e^{-\frac{x}{\delta}} \quad 2.2$$

Burada I_0 , yüzeydeki akımdır. Çalışma parçasına geçen ısıtma gücü ise;

$$P = k \cdot I^2 \cdot \sqrt{\mu \rho f} \quad 2.3$$

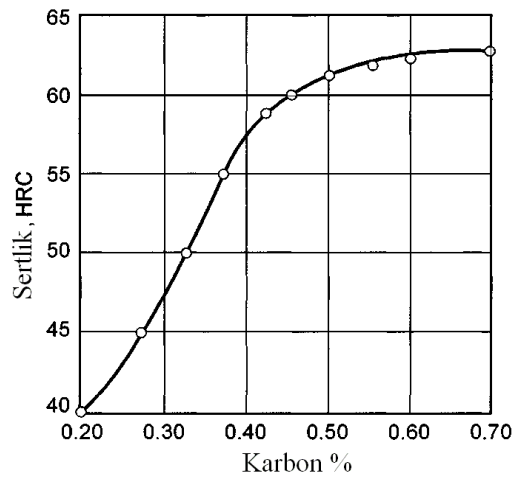
Burada, k , sabit; P , ısıtma gücü (w); I , indüksiyon bobininden geçen akım (A)'dır [46]. Herhangi bir frekansta, ısıtma süresi parçaya göre uzatılarak sertleşme derinliği artırılabilir. Sertleşme derinliği frekans veya alternatif akımın azalması ile artmaktadır. Buna ilaveten bobin akımı, ısıtma zamanı bobin tasarımı gibi değişkenlerde önemlidir [20,45,47]. İndüksiyonla ısıtma için yapılan bobin tasarımları ve bunların gelişimi, basit birçok indüksiyon geometrilerinden, örneğin sarmal bobinden, geniş kapsamlı deneysel verilerden elde edilen bilgiler üzerine kurulmuştur. Bobin tasarımında birçok durum göz önünde bulundurulmalıdır. Isıtılacak alanda bulunan malzemenin içinden maksimum miktarda manyetik akı çizgisinin geçmesi istenir. Malzeme üzerindeki manyetik akı yoğunlaştıkça malzeme içinde üretilen akım o derecede artar. Bir solenoitte akı çizgileri bobinin merkezinde birbirine doğru yaklaşır. Akı çizgilerinin sayısı bobinin içinde yoğunlaşmıştır ve burada maksimum ısınma elde edilir. Akı çizgilerinin sayısının bobin sarmallarına yakın noktalarda yoğunlaşmaları ve iletkenler uzaklaştıkça azalmaları nedeniyle bobinin geometrik merkezi yetersiz bir akı bölgesidir. Bu nedenle, manyetik alandan etkilenecek bir parça, bobinin geometrik merkezinin dışına yerleştirilecek olursa, bobin sarmallarına yakın bölgelerde daha çok sayıda akı çizgileriyle kesişir ve malzeme daha yüksek oranda ısınır (Şekil 2.7). Her zaman bobinin içindeki malzemeyi bobin merkezine koymak kolay olmadığından malzeme bu alandan biraz saptırılmalıdır. Ayrıca malzemenin her yerinde aynı etkiyi oluşturabilmek için eğer uygunsa malzeme bobin içinde döndürülmelidir [48].



Şekil 2.7. Magnetik akının zamanla değişimi [48]

İndüksiyonla ısıtmadan sonra, ani soğutma genellikle su ile yapılır. Gerilmeleri ve çatlama engellemek için 50-60 °C sıcaklığında su, tuz ya da yağ banyosu kullanılabilir. Genellikle motor kranklarının ana yatak muylusu, uzun miller, dişliler,

piton kolu ve kamaların yüzeyleri genelde indüksiyon yöntemi ile sertleştirilir [20]. Kimyasal bileşim bazında değerlendirecek olursak; Tablo 2.3’de verilen ve alevle sertleştirme işlemi uygulanabilen çelikler indüksiyonla yüzey sertleştirmeye de uygundur. Minimum karbon içeriğine bağlı yüzey sertlik değerleri Şekil 2.8’de verilmiştir. İndüksiyonla sertleştirme işlemi yapılacak alaşımların elektrik özellikleri de göz önüne alınmalıdır. Zira; elektrik ve manyetik özellik ısıtma karakteristiğinde çok önemli ölçüde fark yaratmaktadır. Buna bağlı olarak farklı özellikteki çelikler için farklı indüksiyon ısıtma parametreleri kullanılmaktadır [44].



Şekil 2.8. Minimum karbon içeriğine bağlı yüzey sertlik değerleri [44]

Özetle, İndüksiyon sertleştirme, teknolojik olarak bir çok avantaja sahiptir ve genellikle bir diğer bölgesel sertleştirme yöntemi olan alevle sertleştirme ile mukayese edilir. Bu mukayese sonuçları Tablo 2.4’de verilmektedir.

Tablo 2.4 Alev ve İndüksiyonla sertleştirme yöntemlerinin karşılaştırılması [44]

Özellik	Alev	İndüksiyon
Ekipman	Oksiyakıt üfleç, özel su verme düzeneği	Güç kaynağı, indüktör, su verme sistemi
Isıtma hızı	Birkaç saniye ve dakika	1-10 s
Proses	Bir seferde bir parça	Bir seferde bir parça
Parça limiti	Limitsiz	Bobine uygun olmalı
Operatör becerisi	Çok önemli derecede	Ayarlamadan sonra az seviye
Proses kontrolü	Çok dikkat gerektirir	Çok hassas
Maliyet(Cihaz)	Ucuz	Pahalı
Maliyet(Parça)	Büyük parçalara uygun	Küçük parçalara uygun

2.1.2.2.3. Lazer yüzey sertleştirme

Son 30 yıldır lazerler endüstriyel teknoloji alanında çok hızlı bir ilerleme göstermiştir. Lazerler metal kesme, kaynak, delme ve yüzey modifikasyonu gibi alanlarda uygulanmıştır. Ancak son yıllarda lazer modifikasyon uygulamaları daha fazla uygulanmaya başlamıştır. Lazer ile yapılan işlemlerde ki en önemli avantaj hızlı soğuma oranıdır. Literatürde soğuma hızının son derece hızlı olduğu rapor edilmiştir. Bu özellik yüzeyde üretilen amorf ve mikrokristalin yapı sayesinde yüzey özelliklerini hem mikro hem de makro seviyede artırma olanağı sağlamıştır.

Karbondioksit lazerler madencilik sondaj borularındaki dişlerin üzerleri gibi bölgesel alanlarının seçimli sertleştirmesinde [49] sade karbonlu çeliklerde [50] ve AISI 4340 [51] ve diğer çeliklerin dönüşüm sertleştirilmesinde kullanılmış olmalarına rağmen, CO₂ ile üretilen lazerin ışının dalga boyunun 10.6 µm (uzun) olmasından kaynaklı olarak birçok metal tarafından sürekli absorbe edilemez. Düzgün bir çelik yüzeyi % 85-90 oranında gelen enerjiyi yansıtır. Bu nedenden dolayı lazer enerjisini efektif bir şekilde kullanmak için absorbe özelliği olan, çinko fosfat, manganez, karbon gibi [49,52] bir kaplama ile kaplanmak zorunda kalınmaktadır. Ancak düzensiz bir kaplama düzensiz bir sertleştirme katmanını da beraberinde getirmektedir. Endüstriyel uygulamalar göz önüne alındığında kaplama ilave bir operasyon olup lazer sertleştirme işlemini külfetli ve maliyetli hale getirmektedir [49].

Lazer çok kısa sürede malzemelerin ısıveren, yüzeylerinde yüksek sıcaklık üretebilen yüksek enerji ışın türüdür. Yüzey işlemleri için lazerlerin iki farklı türü ticari olarak kullanılabilir (CO₂, Nd YAG lazer).

Lazer ile sertleştirme işleminde yüzeyden içeriye doğru daire parçası şeklinde olan sertleşmiş bir bölge oluşmaktadır. Bu bölgenin çapı 2.5 mm ye derinliği ise sert yüzey bölgesinden yumuşak çekirdeğe doğru azalan şekilde 1 mm ye kadar elde edilebilmektedir

Ancak, lazer ile yüzey sertleştirme işlemini gerçekleştirecek ekipmanın endüstriyel açıdan yatırım maliyeti diğer yöntemlere oranla çok yüksek olmaktadır. Maliyetin

yüksek olması da yöntemin yaygınlaşamamasına neden olmaktadır. Bir diğer dezavantajı ise demir grubu malzemelerin ışık absorbe etme özelliğinin kötü olmasında dolayı lazer ile sertleştirme veriminin düşük olmasıdır. Sertleştirilen parçanın yüzey pürüzlülük değeri de nispeten yüksek olmaktadır ve maksimum 2.5 mm ye kadar sertlik derinliği elde edilmektedir [39].

2.1.2.2.4. Elektron ışını ile yüzey sertleştirme

Elektron ışını ile sertleştirme yöntemi; lazer ile sertleştirme gibi martenzitik olarak sertleştirilebilen çelik yüzeylerinin sertleştirilmesinde kullanılır. Elektron ışını ile yüzey sertleştirme prosesi, yüksek hızlı elektronların yoğunlaştırılmış bir ışın şeklinde iş parçasının belirli bir yüzeyine çarptırılması ile ısıtılması şeklinde meydana gelir. Elektronlar; elektron ışın tabancası tarafından, doğrultulmuş ışın şeklinde oluşturulur ve hızlandırılır. Elektron ışını oluşturabilmek için 10^{-5} torr seviyesinde yüksek bir vakum gerekmektedir. İş parçası yüzeyine çarpan elektron ışını % 25 oranında geri saçılabilmektedir, buda ısıtma verimini düşürmektedir. Sertleşme işlemi lazerde olduğu gibi kendiliğinden gerçekleşir herhangi bir su verme sıvısına gerek yoktur. Ancak sertleştirilen parçanın kütlelerinin kendiliğinden soğumaya elverecek büyüklükte olması gereklidir. Elektron ışını ile 0.1-1.5 mm aralığında sertlik derinliği elde edilebilmektedir. Yüzey pürüzlülüğü 0.05 μm seviyesinden 1.5 μm seviyesine kadar artabilmektedir [39].

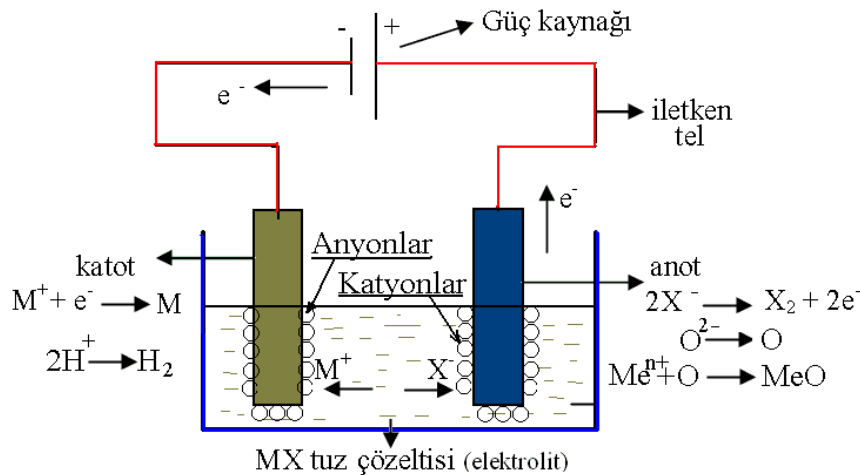
BÖLÜM 3. ELEKTROLİTİK PLAZMA TEKNOLOJİSİ

3.1. Elektrokimya ve Elektroliz

Elektrolitik plazma teknolojisinin fiziksel ve kimyasal prensiplerinin iyi anlaşılabilmesi için, elektrokimya ve elektroliz işlemlerinin temellerinin tartışılması faydalı olacaktır. Bu nedenle bu bölümde elektrokimya ve elektroliz işlemlerinin temel prensipleri izah edilmiştir.

Asit, baz ve tuz eriyiklerinden bir elektrik akımı geçirilirse, bu sıvılar hem ısınır hem de iyonlarına ayrılarak parçalanırlar. Bu şekilde meydana gelen kimyasal olayların tümüne elektroliz denir. Elektrik akımını geçiren, asit, baz ve tuz eriyiklerinin iyonik olarak çözünmesi ile pozitif ve negatif yüklü iyonların ayrıştığı, elektroliz olayının olduğu sıvıya elektrolit (Çözelti), elektrolit içine batırılan ve elektrik akımının geçmesini sağlayan metallere elektrot denir. Elektrolitik iletkenlikte akıma bağlı olarak madde taşınması söz konusudur. İyon kristallerinin suda çözülmesiyle oluşan çözeltiler iyonik iletkenlik gösterirler. Bu iletkenliğin nedeni kristal içinde bağlı bulunan iyonların çözünme sonucu serbest hareket edebilir hale gelmesidir. Serbest hale geçen bu iyonlar elektrolit çözeltisi içinde hareket ederek elektrik akımının iletilmesine neden olurlar. İyonik kristallerin ergimişleri de iyonik iletkenlik gösterirler. Bunların iletkenlikleri dissosiyasyon ve akışkanlıkları tarafından belirlenir. Bir kısım tuzların eriyikleri (alkali, toprak alkali metalleri, gümüş ve kurşunun hidroksitleri) kuvvetli elektrolit oldukları halde bazı tuzların eriyikleri ($AlCl_3$ gibi) zayıf elektrolittir. Kuvvetli elektrolitlerin eriyikleri tamamen iyonlarına ayrıştıkları halde zayıf elektrolitlerin hem molekülleri hem de eriyikleri ortamda bulunur [53]. İyonik kristallerden başka HCl (Hidroklorik asit), CH_3COOH (Asetik asit) [54], gibi sıvıların suda çözünmeleri durumunda da iyonlar oluşur. Bu nedenle bu maddelerin çözeltileri de iyonik iletkenlik gösterir. Çözeltiler ideal gaz moleküllerinde olduğu gibi salt sıcaklıkla orantılı kinetik enerjiye sahiptirler.

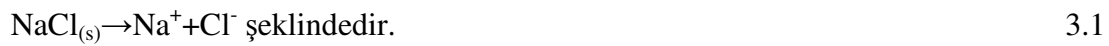
Çözeltinin sıcaklığı artırıldığında iyonların kinetik enerjileri artar ve hareketleri hızlanır. Böylece çözeltiler elektriği daha iyi iletir duruma gelir [33]. Elektroliz hücresinde katı iletken maddeler de kullanılmaktadır, genelde katı iletken olarak tanımladığımız maddeler metallerdir. Katı iletkenlerde elektrik akımını serbest elektronların belirli bir yöndeki hareketi oluşturur. Madde atomlardan meydana gelmiştir. Elektrik yüklü bir cisim veya gerilim kaynağı iletkene dokunduğunda elektronlar önlerine gelen atomların son yörüngelerine girerler. Atomlar özelliklerine bağlı olarak son yörüngelerinde artan elektronları kabul etmez. Serbest hale getirir. Serbest kalan elektron pozitif özellik gösteren yöne hareket eder. Son yörüngeye yerleşen elektron sayısının hızı artarsa akım da o kadar artış gösterir. Elektronların yoğun oldukları bir noktadan daha az oldukları bir noktaya doğru sürekli olarak akışları elektrik akımını meydana getirir. Bir elektrik akımının söz konusu olabilmesi için, bir noktadan sürekli olarak elektrik geriliminin gelmeye devam etmesi ve bu gerilimin ışık, ısı ya da hareket gibi başka bir enerji türüne dönüşmesi gerekir. Elektrik geriliminin sürekli olarak geldiği bu noktaya gerilim kaynağı denir. Gerilim kaynağının artı kutbuna bağlı olan elektrota anot, eksi kutbuna bağlı olanına katot denir. Anyonlar, atomların elektron almış halleridir ve eksi (-) yükle yüklenmiş atom veya atom grupları olarak da tanımlanabilir. Katyonlar ise atomların elektron vermiş halleridir ve pozitif (+) yükle yüklenmiş atom veya atom grupları olarak da tanımlanır. Bir elektrik akımı elde etmek için tam bir devre gereklidir, yani elektrik yükünün çıktığı noktaya dönebileceği kapalı bir devre bulunmalıdır.



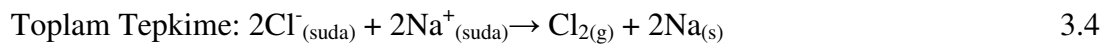
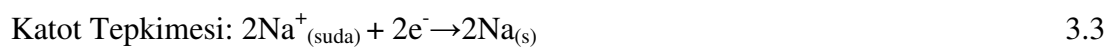
Şekil 3.1. Sulu çözeltilerde elektrolitik proses ve elektroliz [22,55]

Eğer tam devre içinde elektrolitik iletkenlik gösteren bir bileşen varsa elektrotlarda kimyasal reaksiyonlar olmalıdır. Böylece elektrik enerjisi kimyasal değişim meydana getirmek için kullanılır. Bu elektroliz olayının elektroliz devresi Şekil 3.1 deki gibi gösterilir. Elektrotlar serbest hareket etmekte olan M^+ ve X^- iyonlarını içinde bulunduran elektrolitik bir iletken içine daldırılmıştır. Devre kapandığı zaman, güç kaynağı bir elektrik alanı meydana getirir ve bu alan elektronları oklarla gösterilen yönlerde iter. Elektronlar sol yandaki elektrotta kalabalıklaşırlar ve sağ yandaki elektrotta uzaklaşırlar. Sol yandaki elektrotta elektronları harcayan ve sağ yandaki elektrotta elektronları meydana getiren bir olay olmadıkça devre tam değildir. Kimyasal değişimler olmalıdır. Soldaki elektrotta indirgenme olayı olmalıdır. Bu olayda bazı iyon ve moleküller elektron alarak indirgenirler. İndirgenme olayı her zaman katotta gerçekleşir. Sağdaki elektrotta bir iyon veya molekül tarafından elektronlar elektroda verilmelidir.

Bir elektrolizde yükseltgenme (oksidasyon) olayı olmaktadır. Yükseltgenme olayının olduğu elektrot her zaman anottur. Katotta indirgenme olayının sürmesi için iyonlar katoda doğru hareketi sürdürebilmelidirler. Bu iyonlar artı yüklü iyonlardır. Aynı anda eksi yüklü iyonlar anoda doğru hareket ederler. Örnek olarak NaCl çözeltisinde kristal sodyum klorürdeki sodyum ve klor iyonları ayrılmış durumdadır. Olayın denklemi



Elektroliz kabına konarak elektrik akımı uygulandığında negatif yüklü klor iyonları anottan klor gazı olarak açığa çıkarken, pozitif yüklü sodyum iyonları da katotta sodyum metali olarak toplanır. Anot, katot ve toplam reaksiyonlar aşağıdaki denklemlerde gösterilmektedir.



Elektroliz olayında, elektrotlarda açığa çıkan madde miktarı, Faraday kanunları ile bulunabilir. Bir elektroliz olayında, elektrotlarda açığa çıkan madde miktarı, elektroliz kabından geçen elektrik yükü miktarı ile doğru orantılıdır. Çeşitli elektrolitlerin her birinden aynı elektrik miktarı geçtiğinde, elektrotlarda toplanan madde miktarları bu maddelerin eşdeğer ağırlıklarıyla doğru orantılıdır [55]. Elektrolitik bozunma ürünlerinin miktarında (m), elektroliz hücresinden geçen akım miktarı (Q) ile doğru orantılıdır. Buna göre I akım şiddeti, t zaman denildiğinde

$$m = CQ = C.I.t \quad 3.5$$

burada; madde miktarı (gr) C: orantı katsayısı t: zaman (saniye) I: akım şiddeti (amp, coulomb sn⁻¹) temsil etmek üzere, Faraday'ın birinci bağıntısı yazılır.

Belli bir elektrik miktarının değişik elektrolitlerden ayırdığı maddelerin kütle oranları, bunların kimyasal eşdeğer ağırlıkları oranı gibidir. Bu kanundan yararlanılarak herhangi bir maddenin bir eşdeğer gramının ayrılması için gerekli olan elektrik miktarı bulunabilir. 1 Coulomb'luk akım bir gümüş kulonmetresinde 1,118 mg gümüş ayıran akım olarak tanımlanır. Gümüşün değerliği bir olduğundan eşdeğer ağırlığı atom ağırlığına eşit ve 107,870 g/mol veya g /eşdeğer gram olur. Buna göre bir eşdeğer gram gümüşü açığa çıkaran akım miktarı;

107,870 g/ eşdeğer gram /1,118.10⁻³ gr/ kulon= 9,649.10⁴ Coulomb/ eşdeğer gram olur. Bir elementin, 1 atom gr hidrojenle veya ½ atom gram oksijenle birleşebilen miktarı veya bir maddenin 1 mol elektron alabilen veya verebilen miktarı Eşdeğer gram olarak tanımlanır.1 eşdeğer gram; atom ağırlığının değerliğe bölümü şeklinde bulunur, değerlik ise; Asit ve bazlarda çözeltiliye verilen H⁺ veya OH⁻ sayısına, yükseltgen ve indirgenlerde verdiği veya aldığı elektron sayısına, tuzlarda ise toplam pozitif veya negatif yük sayısına eşittir. O halde Faraday kanununun 2. maddesine göre değişik maddelerin birer eşdeğer gramlarını açığa çıkarmak için gerekli olan akım miktarı 9,649.10⁴ C' dur ve Faraday sabiti olarak tanımlanır. Faraday sabiti F ile gösterilir. Genellikle bu sabit 96500 coulomb olarak alınır. Elektroliz hücresinden bir faradaylık akım geçtiğinde ayrılan madde miktarı: “z” değerlik, “M” mol ağırlığı, olmak üzere m=M / z olur. Bu bağıntı 1. Faraday kanununda yerine konulacak olursa

$$m = M \cdot I \cdot t / zF$$

3.6

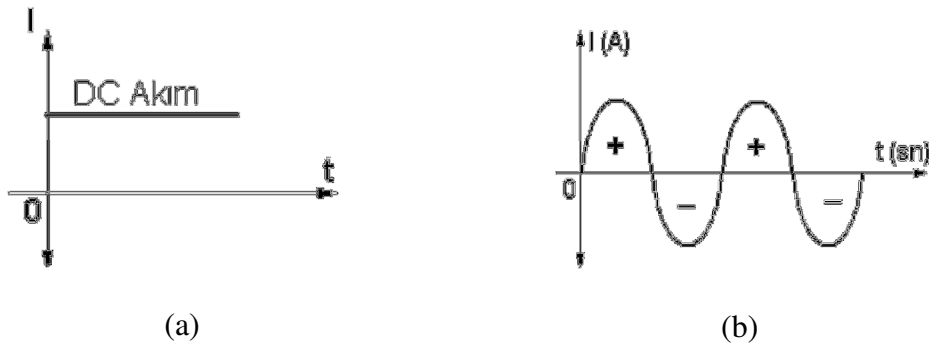
denklemleri elde edilir [33]. Öte yandan gaz ortamlarında iletkenlik irdelenecek olursa; içine gaz doldurulmuş tüpün uçlarına pozitif ve negatif yükler bağlanırsa, tüp içinde nötr durumda bulunan gaz atomlarının yörüngelerine girerek serbest elektronlar meydana gelir. Aynı anda pozitif yük kendine en yakın noktada bulunan atomun eksi yüklü elektronunu çeker, noksanlaşan elektron negatif yük tarafından tamamlanır. Bu şekilde gaz içinden akım geçişi sağlar.

Bir elektrik devresinde bir saniyede akan elektrik yük miktarına elektrik akım şiddeti ya da elektrik akımı denir. Elektrik akımının birimi (A) Amper'dir. Bir iletkenin kesitinden bir saniyede $6,25 \cdot 10^{18}$ elektron (1C) geçiyorsa bu akımın şiddeti 1 Amperdir.

$I = Q/t$ formülüyle bulunur.

3.7

Burada; I : Elektrik akım şiddeti (Amper), Q: Elektrik yükü miktarı (Coulomb)
t : Elektrik yüklerinin geçtiği zaman (Saniye), Elektrik akımı I harfiyle gösterilir ve bir elektrik devresinden geçen akım alıcıya seri bağlanan ampermetre ile ölçülür.



Şekil 3.2. Doğru Akım (a), Alternatif Akım (b) formlarının şematik gösterilişi [55]

Elektrik akımının yönü ve şiddeti, geçen zamanla birlikte değişime uğrar. Bu değişime göre elektrik akımını ikiye ayrılmaktadır. Zamana bağlı olarak yönü değişmeyen akıma doğru akım denir. DC veya DA harfleriyle gösterilir. Bir pil veya akü bir ampule bağlandığında geçen akım, zamana bağlı olarak yönü değişmeyen,

fakat şiddeti değişen doğru akım şeklindedir (Şekil 3.2(a)). Zamana bağlı olarak yönü ve şiddeti değişen akımlara alternatif akım denir. AA veya AC harfleriyle gösterilir (Şekil 3.2(b)).

Elektrik akımı bir serbest elektron yük akışıdır. İletken bir maddeye elektrik gerilimi uygulanarak elektronların harekete geçmesi sağlanır. Bu hareket sonucu elektronlar sürtünme kuvveti ile karşılaşır. Nasıl ki iki avucunuzu birbirine sürttüğünüzde elleriniz ısınıyorsa, yüklerin sürtünmesi sonucunda da iletken madde ısınır ve etrafına sıcaklık verir. Yani, gerilim kaynağının elektrik enerjisi kinetik enerjiye dönüşerek elektronları harekete geçirir, harekete geçen elektronlar sürtünme ve çarpma sonucunda iletkende bir ısı enerjisi oluşturmuş olur. İçinden akım geçen iletkende oluşan ısı miktarı; iletkenen geçen akımın karesi, iletkenin direnci ve akımın geçtiği zamanla doğru orantılıdır. Bu ifadeye joule kanunu denir. Bu iletkendeki ısı miktarı

$$Q = 0,24. I^2. R. T \quad 3.8$$

$$Q = 0,24. U . I . t \quad 3.9$$

formülü ile bulunur. İletkendeki ısı miktarı (Cal), U : Uygulanan gerilim (volt), I : İletkenden geçen akım (amper) R : İletkenin direnci (ohm) t : İletken üzerinden akımın geçtiği zaman (saniye) olarak temsil edilmektedir [55].

3.2. Elektrolitik Plazma Teknolojisi (EPT)

Elektrolitik plazma (Plasma Electrolysis) teknolojisi (EPT), metallerin yüzey sertleştirme [56-58], temizleme [59-61], termokimyasal difüzyon [22,62] ve kaplama uygulamaları [23,25,61] için, geleneksel elektroliz ile atmosferik plazma prosesinin birlikte uygulandığı çevreye duyarlı modern bir yöntemdir. Yöntem; şeklen standart elektroliz işlemlerinde olduğu gibi gerçekleşmektedir, ancak uygulanan voltaj farklı olarak; kırılma voltajı adı verilen ve elektrot üzerinde kıvılcımlar, arklar ve plazma oluşturduğu voltaj değerine kadar artırılmaktadır. Yüzey işlemi yapılmak istenen iş parçası anodik veya katodik olarak elektroliz devresine bağlanabilmekte ve elektrotlar arası doğru akım veya alternatif akım uygulanması sureti ile

gerçekleştirilmektedir. Anodik işlemlerde oksidasyon, katodik işlemlerde ise modifikasyon işlemleri yapılabilmektedir. [1,22]. EPT işlemlerinde amaç, metalin sertlik, aşınma ve korozyon direnci ile yorulma ve oksidasyon dayanımını arttırmaktır. İşlem gören malzemelerde ki farklı özellikler, proses parametreleri ve aşağıda sıralanacak olan özelliklerinden dolayı EPT yüzey mühendislik işlemlerinin farklı bir gurubu olarak değerlendirilebilir. İlk olarak, iş parçası ve karşı elektrot arasında farklı elektrik potansiyellerinin uygulanması ile sıvı ortamın elektrolizi gerçekleşir. Sonra, iş parçası yüzeyinin çevresinde elektriksel deşarj (boşalma) oluşur. Elektriksel deşarj olayının elektroliz ile ilişkilendirilmiş olması ile beraber bir asırdan daha da evvel Sluginov tarafından keşfedilmiş ve 1930'lerde ayrıntılı bir şekilde Günterschlutze ve Betz tarafından incelenmiştir. McNiell ve Gruss Nb (Niobyum) içeren bir elektrolit içerisinde kadmiyum anot üzerine kadmiyum niobat biriktirme için kıvılcım (spark) deşarj kullanmışlardır. Elektrolit ve plazma olaylarının birlikte kullanıldığı hibrid uygulamalar 1964'te Kellogg tarafından yapılmıştır. 1970'lerde anot üzerine oksit biriktirme geliştirilmiş ve araştırılmıştır, daha sonra bu proses 'mikro-ark oksidasyon' olarak da adlandırılmıştır. 1980'lerde Rusya'da Snezhko, Markov, Fyedorov, Gordienko ile Almanya'da Kurze ve arkadaşları tarafından, yüzey deşarjlarının yardımı ile çeşitli metaller üzerine oksit biriktirme çalışmaları daha ayrıntılı olarak araştırılmış ve ilk sanayi uygulamaları da bu dönemlerde ortaya konulmuştur. Takiben, araştırmacılar Çin ve ABD'de bu alanla ilgilenmeye başlamışlardır. Bu gelişmelere paralel olarak, sıvı elektrolitlerde yüzey deşarjlarının ısıtma etkileri Lazarenko ve arkadaşları tarafından gözlemlenmiş ve metal ısıtma işlemleri amacıyla kullanılmıştır. Bu işlem plazma elektrolitik ısıtma olarak adlandırılmıştır. Duradzhy ve arkadaşları tarafından iş parçası yüzeyine elektrolitik elementel difüzyon olayı fark edilmiş ve plazma elektrolitik ısıtma esnasında termal yayılımının etkileri araştırılmıştır. 1980'li yıllarda bu araştırmalar kütleli malzemelerin çeşitli elementlerle yüzeylerinin doyurulması amacı ile ilgili yöntem geliştirmek amacıyla kullanılmıştır; böylece 'plazma elektrolitik doyurma (plasma electrolytic saturation) olarak adlandırılan tekniğin endüstriyel uygulamaları için yeni olasılıklar ortaya çıkmıştır.

Ayrıca, bu tekniğin hızlı ısıtma özelliğine bağlı olarak altlık yüzeyi ve iç kısmı arasında yüksek sıcaklık farkları yaratabilen geleneksel indüksiyonla sertleştirmeye

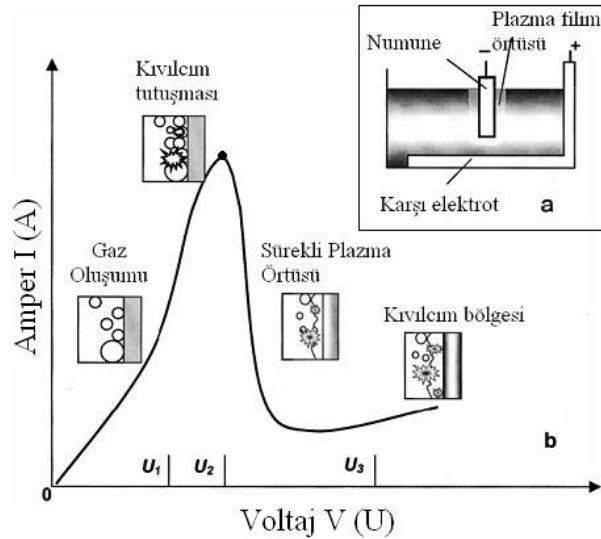
bir alternatif olarak da kullanılabilceği önerilmiştir [22]. Plazma elektrolitik yüzey sertleştirme işlemi literatürde AISI 1040 [63], AISI 1045 [57], AISI 1050 [21] olarak anılan orta ve yüksek karbonlu çeliklerin yüzeyinin sertleştirilmesinde kullanılmıştır [64]. Orta ve düşük karbonlu [62,65], çelikler ile takım çelikleri [3] üzerine araştırmalar yapılmıştır. Saf demir ve AISI H13 çeliğinin plazma elektrolitik karbürizasyonu da araştırılmıştır [62,66]. Paslanmaz çeliklerin ve titanyumun plazma elektrolitik karbonitrüleme işlemi üzerine de çalışmalar yapılmış olup [65,67]. Bunların yanı sıra yüksek hız çeliğine plazma elektrolitik borosulfokarbonitrüleme işlemi üzerine de çalışmalar devam etmektedir [68]. Son yıllarda EPT metal yüzeylerinin temizlenmesi [1,60,69] ve PVD yöntemi ile biriktirilmiş TiN kaplamaların uzaklaştırılması [59,70] amacı ile de araştırmalara başlanmıştır.

3.2.1. Elektrolitik plazmanın fiziksel ve kimyasal temellerde incelenmesi

Sulu çözeltilerdeki elektrolitik işlemler bir dizi elektrot prosesinden oluşmaktadır. Anodik yüzeylerde oksijen gazı çıkışı ve/veya metalin oksitlenmesi meydana gelmektedir. Elektrolit ve metalin kimyasal aktivitesine bağlı olarak, oksidasyon işlemi ya yüzey çözünmesi ya da yüzeyde oksit filim oluşumu yönünde ilerler. Aynı zamanda, katot yüzeyinde hidrojen gazı çıkışı ve/veya katyon indirgenmesi meydana gelmektedir. Elektrolitik plazma yöntemi şeklen geleneksel elektroliz işlemine (elektrokaplama, elektrokimyasal işleme, anodizasyon, vs.) benzer. Ancak, elektrolitik plazma yönteminde uygulanan elektrot potansiyeli çok daha fazladır. [22,25,28].

Maddenin katı, sıvı, gaz ve plazma olmak üzere 4 halden oluşmaktadır. Bu haller arasındaki temel fark sahip oldukları enerjidir. Yani maddenin konumunun değiştirilmesi, verilecek enerji ile ilgilidir. Örneğin katı haldeki bir maddeye, enerji vererek sıvı, sıvı hale enerji vererek gaz, ve gaz durumundaki maddeye de belirli bir enerji vererek plazma haline geçirmek mümkündür. Bu işlemin terside yapılarak yani verilen bu enerjileri geri alarak tekrar plazma halinden gaz, sıvı ve katı hale geçirmek mümkündür. Plazma, içerisinde iyon, elektron, uyarılmış atom, foton ve nötral atom veya molekül içeren bir karışımdır. Pratikte plazma, ısı enerjisi verilerek, ışınla veya elektriksel boşalma ile elde edilir. Plazma elde etme yöntemlerinin en önemlisi ve en

yaygın olarak kullanılan elektrik deşarj yöntemidir. Elektrik deşarj mekanizması, bir elektrik gerilim kaynağı, gaz içinde bulunan iki iletken plaka arasına bağlanırsa belirli şartların gerçekleşmesi durumunda, tatbik edilen gerilim plakalar arasındaki gazın delinme geriliminin üzerinde ise, bu iki plaka arasında bir elektrik boşalması olur ve bu iki iletken plaka arasında bir elektrik akışı olarak gerçekleşir. İletkenden geçen akımın büyüklüğüne göre ortaya çıkan elektrik deşarj sistemleri sınıflandırılabilir [71]. Elektrolitik plazma işlemi de değişen akım ve voltaja bağlı olarak kendine has bir elektrik deşarj karakteristiğine sahiptir. Şekil 3.3 elektrolitik plazma işlemine ait akım-voltaj eğrisini ve buna bağlı olarak gaz çıkışının olduğu anot veya katot üzerindeki metal-elektrolit ara yüzey etkileşimini göstermektedir.



Şekil 3.3. Plazma elektroliz işlemi için karakteristik akım-voltaj eğrisi [22]

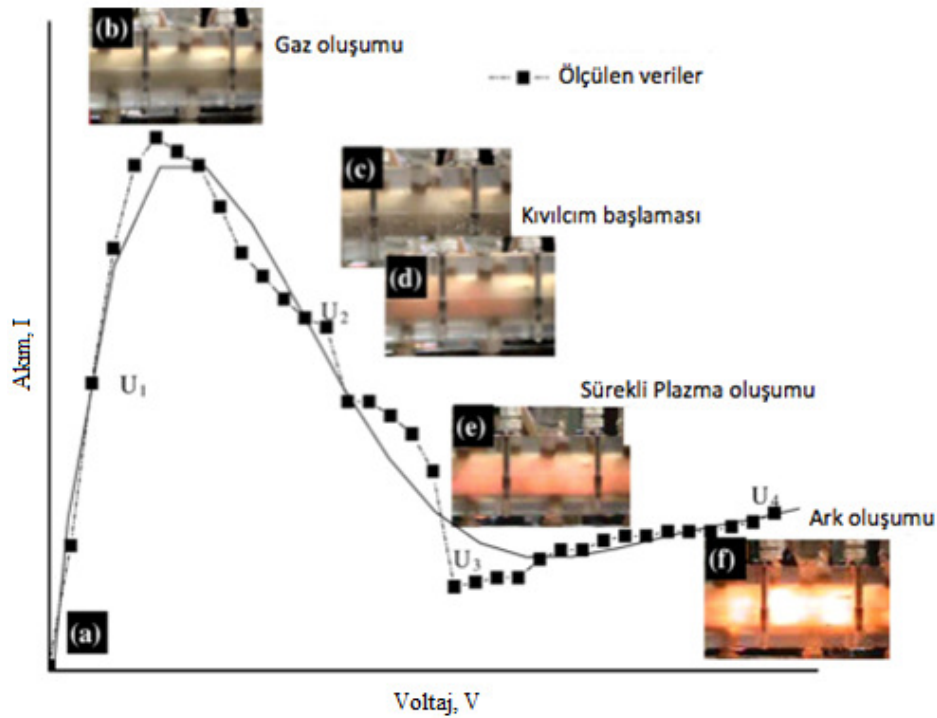
Düşük voltajlarda, akım gerilim ilişkisi; Faraday kuralına uyar ve Ohm kanununa göre davranış gösterir. Bu nedenle, voltajın artması akımın orantılı yükselmesine öncülük eder (0-U₁). Ancak, belirli bir kritik voltaj (U₁) değerinde sistemin davranışı önemli ölçüde değişmektedir. Pratik sistemler için elektrolitik plazma akım-voltaj karakteristiğinin incelenmesi ile kritik voltaj analiz edilerek, teorik ve deneysel bulgularla hesaplanabilmektedir. U₁, elektrot etrafını çevreleyen gaz tabaka boyunca oluşan kritik alan kuvvetine karşı değerlendirilebilir ve aşağıdaki denklemle hesaplanır.

$$E_{c1} = bpln \frac{\alpha}{ap} \quad 3.10$$

Burada, E kritik alan kuvveti, a ve b sabit, p (Pa) buhar basıncı, α buhar içerisindeki türlerin çarpma iyonizasyon katsayısını temsil etmektedir [22,72]. Deneysel olarak gözlenen kıvılcımların başlama voltajı hem anodik hem de katodik proses için 40-80 V arasında değişmektedir. U_1 - U_2 bölgesinde voltajın artırılması; elektrolit kompozisyonu [22] ve sıcaklığı, elektrotun elektrolit içerisine daldırıldığı alan veya elektrolitin akış dinamiği, elektrot geometrisi [22,25], elektrotlar arası mesafe faktörlerine bağlı olarak, kararsız ışıltıdan eşlik ettiği akım dalgalanmasına neden olur. Akımın yükselmesi, elektrot yüzeyinde oluşan reaksiyon ürünü gazların (O_2 veya H_2) kısmi kabuk gibi davranması ile kısıtlanır. Elektrotun sıvı ile temas ettiği bölgelerde, akım yoğunluğu artışı sürdürür ve elektrolitin bölgesel kaynamasına sebep olur. U_2 voltaj değerinin üzerinde elektrot, hidrodinamik olarak istikrarlı olan ve elektrik iletkenliği düşük bir gaz plazma buharı ile sarılır. Elektrotu saran gaz plazma buharının teşekkülü ile devrenin voltajı düşüş gösterir. Bu bölgedeki elektrik alan kuvveti 10^5 ile 10^8 V/m arasında bir değere yaklaşır ki bu da oluşan buhar filmin iyonlaşmasını [22] ve takiben iyonize gaz moleküllerin plazma formuna [73] dönmesi için yeterlidir. İyonlaşma olayı başlangıçta elektrot yüzeyinde saçılan gaz kabarcıkları içinde çok hızlı hareket eden kıvılcımlar şeklinde gözlenir ve daha sonra hızlı kıvılcımlar buhar plazma örtüsü boyunca yayılan sürekli parıltıya (glow) dönüşür. U_2 - U_3 bölgesine ait voltaj değerleri, buhar kabarcıklarının sürekli kaynayan film şekline dönüştürülmesi ile, Joule ısı yoğunluğundan W_c tahmin edilebilir.

$$jU(2-3)=W_c \quad 3.11$$

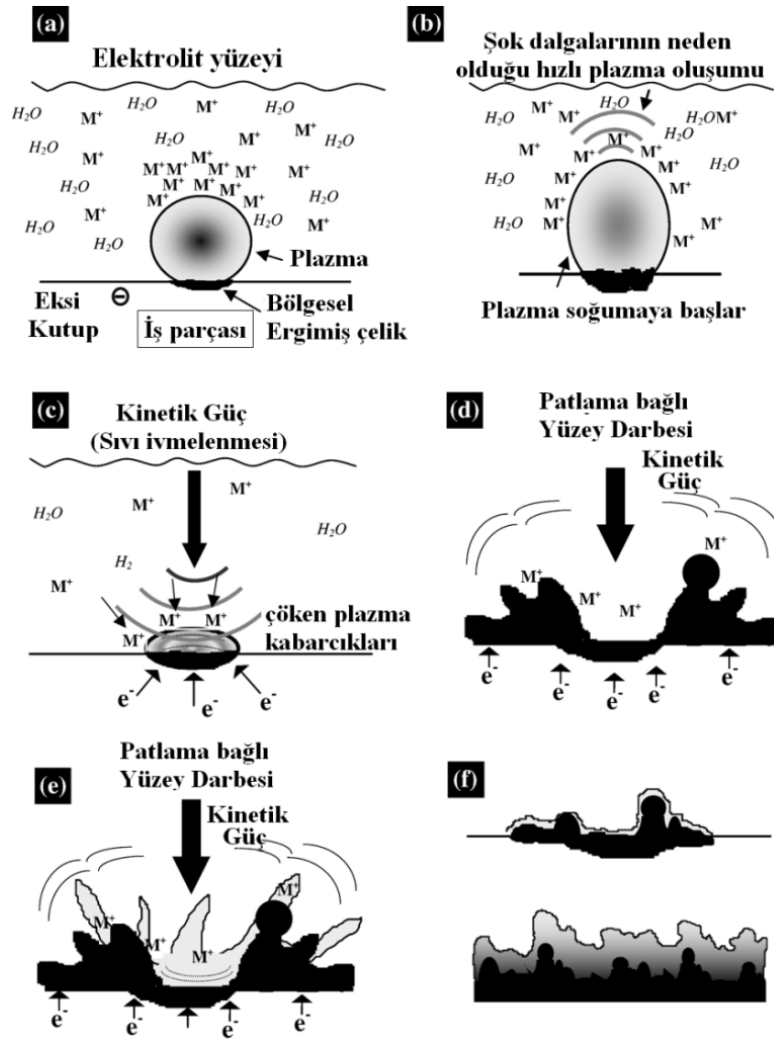
Bu denklemde j akım yoğunluğu temsil etmektedir. W_c nin ise sulu çözelti elektroliz işlemlerdeki kaynayan su kritik yoğunluğuna yaklaştığı ve j nin 4-10 kA/m² aralığında değiştiği varsayılırsa; $U_{(2-3)}$ voltaj değerlerinin 80 ve 200 V arasında olacağı öngörülebilmektedir. Gerilim U_3 değerine yükseldiğinde, akımda keskin bir düşüş gözlenir ve katot (iş parçası) yüzeyi karakteristik düşük frekanslı ses yayan sürekli plazma ark deşarjları ile sarılır [22,74]. Şu ana kadar bahis edilen; U_1 , U_2 ve U_3 seviye potansiyellerin AISI 1080 çelik işlem parçasına katodik rejimde uygulaması ile katot yüzeyinde ve elektrolitik plazma reaktörü içinde teşekkül eden kabarcık, gaz, kıvılcım, plazma ve ark fotoğrafları Şekil 3.4'de verilmektedir [25].



Şekil 3.4. Farklı rejimlere ait akım-voltaj eğrisi ve bu safhalardaki etkileşimleri gösteren karakteristik fotoğraflar [25]

Gupta [25] ve arkadaşları, katodik rejimde uygulanan elektrolitik plazma akım-voltaj karakteristiğinin ilk safhası olan tipik elektrokimyasal reaksiyonlar çerçevesinde davranan U_1 aralığı olarak bilinen, akımın ve voltajın Faraday yasalarındaki gibi lineer olarak artış gösterdiği alanı a ve b noktaları arasında tanımlamışlardır. Bu aralıkta başlıca Hidrojen gazı açığa çıkışı gözlenmektedir. Voltajın daha artırılması ile, parlak ışıklı gazların ve dalgalı akımın hakim olduğu “c” ve “d” (U_2) aralığına erişilir. Parlak ışıklı gazların renginin çözelti içerisindeki iyonlarla ilişkili olduğu ileri sürülmüştür. Örneğin, iş parçası yüzeyinde plazma deşarj sırasında, turuncu renkteki plazma NaHCO_3 (sodyum bikarbonat) çözeltisinde (Na iyonları), mavi renkli plazma ise ZnSO_4 (Çinkosülfat) çözeltisinde (Zn iyonları) gözlemlenmektedir ve farklı elementlerin farklı dalga boylarında ışık ürettiği görüşü ile ilişkilendirilmektedir. U_3 voltajında ve (e) ile gösterilen bölgede iş parçası etrafında sürekli plazma kabuğu oluşmasına bağlı olarak akımın net bir şekilde düşüşü kayıt edilmektedir ve EPT için yüzey işlemlerinin kontrol edildiği plazmanın kararlı olduğu operasyon aralığı olarak tanımlanmaktadır. Bu rejim, ilk olarak Kellogg tarafından keşfedilmiştir dolayısı ile Kellogg bölgesi olarak anılmaktadır. Kararlı

plazmanın çeşitli halleri üzerine yapılan araştırmalarda, kaynayan sıvıların sıcak bir duvar ile temas durumunda gözlenen, kaynama dönümü veya yanma olarak bilinen olay Helmholtz ve Taylor'ın hidrodinamik kararsızlık teorileri kullanılarak kararlı plazma oluşumu incelenmiştir. Sengupta ve arkadaşları tarafından artan anot çapına bağlı olarak kararlı plazma elde etmek için yüksek voltaj ve akım yoğunluğu gerektiği ortaya konulmuştur. Voltajın U_4 ile gösterilen seviyeye artırılması ise şiddetli bir plazma oluşumuna sebebiyet vermektedir ancak bu şiddetli iş parçalarının yüzeylerinde olumsuzluk yaratabilmektedir. Benzer akım-voltaj karakterlerine bağlı kararsız plazma aralıkları Hickling tarafından da rapor edilmiştir. Literatürdeki elektrolitik plazma çalışmalarının birçoğunda statik sistem kullanılmıştır. Statik sistemde iş parçası elektrolit banyosuna sabit bir şekilde daldırılmaktadır. Mazza ve arkadaşları, banyo geometrisi ve mekanik vibrasyonun kritik akım yoğunluğu ve plazma oluşumu üzerine etkili olduğunu ileri sürmüşlerdir [25]. Tyurin ve arkadaşları bir nozul içerisinden elektroliti geçirerek iş parçası üzerine yönlendirmek sureti ile dinamik EPT kullanmıştır. Çalışma sonucundan buhar-gaz oluşumunu 80 V un üzerinde, deşarj oluşumunu ise 120 V ve üzerindeki potansiyellerde gözlemlemişlerdir. Bu çalışmalar dinamik EPT reaktörlerinde kritik voltaj değerinin daha yüksek değerlere ötelendiğini göstermiştir [18]. Şekil 3.5'de, EPT işlemine ait anahtar mekanizmalarının şematik olarak gösterilmektedir. Elektrotlar arasında uygulanan yüksek voltaj, çözelti bünyesindeki pozitif iyonların katot yüzeyine çok yakın yerlerde, çoğunlukla gaz kabarcıkları üzerinde yoğunlaşmasına neden olmaktadır. Bu yoğunlaşma katot ve pozitif yükler arasında bölgesel olarak çok bir 10^5 V/m ve daha yüksek değerlere varan yoğun elektrik alan kuvveti ile sonuçlanır. Bu kadar yüksek seviyede bir elektrik alanı erişildiğinde kabarcıklar içindeki gaz boşlukları iyonize olur ve plazma deşarjları başlar. Şekil 3.5.'de iş parçasının yüzeyinde oluşması muhtemel reaksiyonlar şematik olarak verilmiştir. Gerçekte kabarcığın etrafında çok sayıda plazma kabarcık olması gerekirken, temsil amaçlı tek kabarcık çizilmiştir (Şekil 3.5(a)). Plazma sıcaklığı, bölgesel olarak 2000°C ye kadar çıkabilmektedir. Optik emisyon spektrometre (OES) ile yapılan bir çalışmada, anodik elektrolitik plazma işleminde plazma deşarj sıcaklığının $6-7 \times 10^3$ K değerine ulaştığı gözlenmiştir. Bu derece sıcak olan plazma kabarcıkları, başlangıçta soğuk elektrolit (kaynayan su) ile çevrilmiş durumdadır. Sonrasında kabarcıklar metal yüzeyinde içeri doğru patlamaktadır (Şekil 3.5 (b-d)).



Şekil 3.5. EPT'nin şematik mekanizması, (a) iş parçası yüzeyinde kabarcık oluşumu, (b) soğuyan plazma kabarcıklarının oluşturduğu şok dalgaları, (c) plazma kabarcıklarının çöküşü ve yüzeyin temizlenmesi, (d) mikro krater oluşumu, (e) eğer çözeltide iyonik olarak eklenmişse; kaplama, (f) kaplamanın devam etmesi [25]

Her bir plazma deşarj süresi 10^{-6} saniye olduğu düşünülmektedir. Kabarcıkların içeri doğru patlamasına dair iki durum olduğu tahmin edilmektedir. Birincisi, kabarcıklar etrafında yoğunlaşan pozitif iyonların, katoda doğru hızlanması ki bu durum karakteristik elektron çığına benzemektedir. İkinci durumda ise, kabarcık patladığında, depolanan enerji gaz tabakanın içine doğru salınır ve kinetik enerji sıvı katmandan iş parçası yüzeyine transfer edilir. Bu enerji yüzeyde oyukçuk oluşturabilecek ve kaplanacak iyonları hızlandırabilecek kadar yüksek olabilmektedir. Bu olay, elektrolit içerisine ilave edilen metal iyonlarının yüzeye biriktirilmesi önderlik eder (Şekil 3.5 (e)). Kabarcık çökmeleri devam ettikçe iyonların hareketi plazma boyunca hızlanmaktadır. Elektrolitin reaktör boyunca

hareket ettiği dinamik EPT sistemlerde, iyonlar plazma katmanına doğru daha hızlı taşınır. İş parçası yüzeyine doğru olan hidrodinamik akış ve iyon taşıma mekanizmalarının birleşimi EPT işleminde yüksek kaplama oranlarına sebebiyet vermektedir. Yüksek sıcaklıklardaki plazma kabarcıkları iş parçası yüzeyinde bölgesel olarak ergimelere neden olmaktadır. Ergiyen yüzeylerin etrafta bulunan elektrolitle çok hızlı soğuması, özgün bir mikroyapı oluşmasını sağlamaktadır. Bu yapı ultra ince hatta amorf yapı şeklinde olabilmektedir [23]. Aynı zamanda, yağlayıcılar, organik safsızlıklar ve gres gibi yüzey kalıntıları işlem gören yüzeydeki bölgesel yüksek sıcaklıklardan dolayı çok hızlı bir şekilde temizlenebilmektedir. Ayrıca, oksitlenmiş çelik bir iş parçasının işlem gördüğü durumlarda, plazma kabarcıklarındaki hidrojen kimyasal olarak yüzeydeki oksit pulları indirgemektedir. Böylece yüzeydeki oksit kabuklar, kabarcıkların içeri patlaması ile elde edilen mekanik enerji ve hidrojen oluşumu ile gerçekleşen kimyasal indirgenme ile uzaklaştırılmaktadır [25].

Elektrolitik plazmada, elektrot yüzeyindeki ısı dengesi; elektrota yakın bölgelerde açığa çıkan ısı ve metal altlık ile elektrolitin absorbe ettiği ısı şeklinde tarif edilmektedir. Net ısı akısı Q iki bileşen tarafından meydana getirilmektedir; birincisi; oluşan kimyasal reaksiyonlar ve ikincisi; devreden (I) çekilen akımın ohmik (Joule) ısıtma etkisi.

$$Q = \Sigma \Delta H_i + \Delta UI \quad 3.12$$

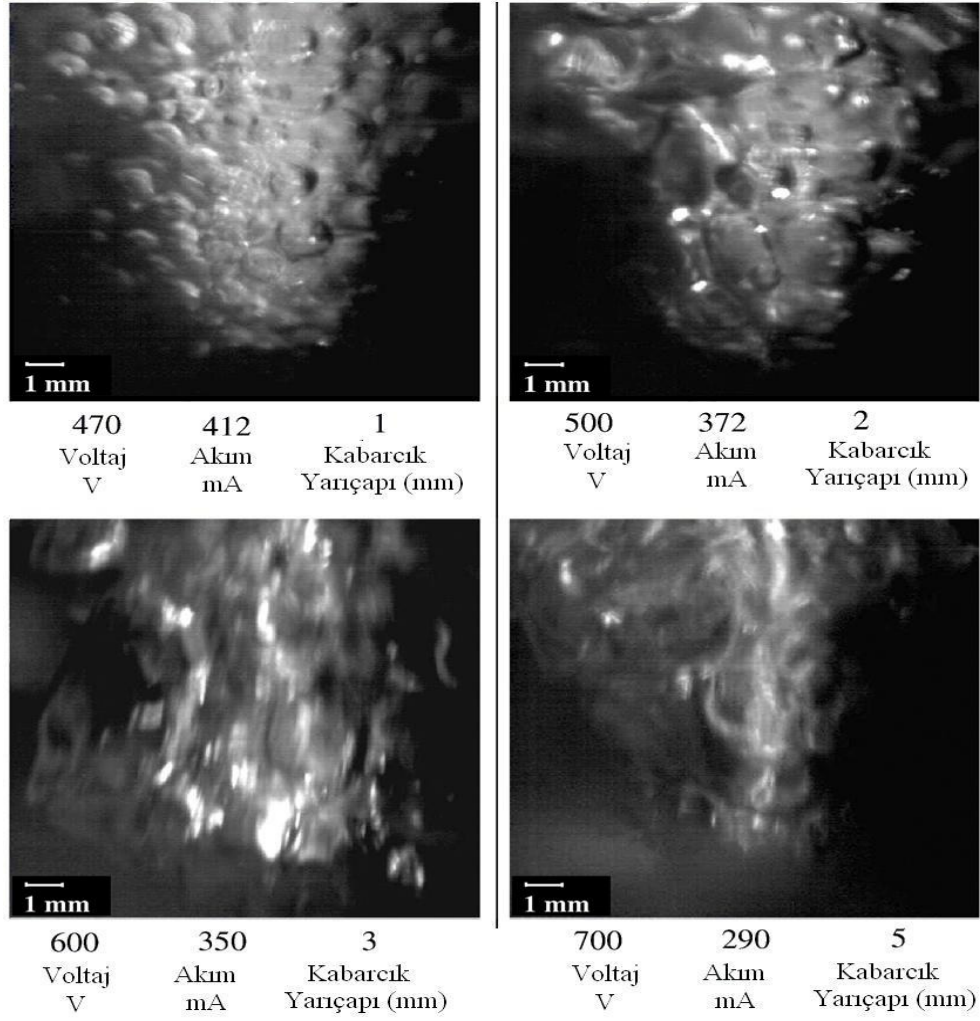
$\Sigma \Delta H_i$, elektrot yüzeyinde ve civarında meydana gelen entalpilerin toplamını ifade etmekte ve ΔU elektrota bitişik alan içerisindeki voltaj düşüşünü tarif etmektedir. Bu bileşenler arasında, elektrot yakınındaki alanlarda ohmik ısı etkindir, çünkü ΔU voltaj düşüşü; iletkenliği düşük buhar örtü ve/veya büyüyen oksit film gibi fazlarda yoğunlaşmaktadır. Elektrot yüzeyinde ohmik ısıtma ile üretilen enerji çok belirgindir ve tipik olarak $0,1-1 \text{ MW/m}^2$ değerinde tahmin edilmektedir. Ekzotermik elektrokimyasal işlemlerden üretilen ısı, elektrot yüzeyinde plazma termokimyasal iyon momentum-transfer reaksiyonları ile birleştirilmiştir, genelde ohmik ısıtmadan üretilen ısının üçte birinden daha azdır. Bu ısıtma kaynakları elektrot-altlık ve elektrolitin her ikisinin ısı soğurması ile dengelenmektedir:

$$Q + \alpha(T_s - T_e) = -\lambda_s \cdot \frac{\partial x}{\partial T} \quad 3.13$$

Burada, T_s altlığın, T_e elektrolitin sıcaklığı; λ_s altlığın ısı iletim katsayısı ve α elektrot-elektrolit ara yüzey ısı transfer katsayısıdır. Isı transfer katsayısı elektrot-elektrolit ara yüzeyinde ısı değişim şartlarına bağlı olarak çok geniş bir aralıkta değişmektedir. Suyun kaynama işlemindeki kabarcık ve kaynama filmi gibi safhalar; plazma elektrolizdeki kaynama süreçleri ile benzer biçimde ve farklı şartlara bağlı olarak, sırasıyla sürekli veya süreksiz gaz örtü şeklinde olabilmektedir [22]. Sürekli buhar örtüsünün iletkenliği sıvı elektrolite nazaran çok daha düşüktür. Buhar örtüsü içindeki gaz ve sıvı elektrolitin beraber oluşu durumlarda geçerli iletkenlik σ_{eff} elektrokimya literatüründe Bruggeman bağıntısı ile bilinen aşağıdaki bağıntı ile tahmin edilir.

$$\sigma_{eff} = \sigma_L \times (1 - \alpha)^{3/2} \quad 3.14$$

Bruggeman bağıntısında σ_L sıvı elektrolitin elektrik iletkenliğini, α kabarcıkların hacimsel kesrini temsil etmektedir. Voltajın artırılması buhar-sıvı karışımı örtünün elektrik direncini ve buhar kalınlığını arttırmakta öte yandan akım yoğunluğunu azaltmaktadır. Paulmier ve arkadaşları, yaptıkları deneylerde yukarıda irdelenen elektrolitik plazma parametrelerinden olan voltaj değerini daha yüksek seviyelere çıkarmış (450-2000V) ve elektrolitik plazmanın fiziksel durumunu gözlemlemişlerdir (Şekil 3.6) sonuç olarak bu çalışmada buhar kalınlığının artmasının birleşme ve elektrostatik basınç etkisinden ileri geldiği rapor edilmiştir. Gözlemlere göre katot üzerinde oluşan kabarcıklar, yüzeye dik bir biçimde ve mantar şeklinde birleşerek oluşmaktadır. Paulmier ve arkadaşlarının elde ettiği sonuçlar [75], Yerokhin ve arkadaşlarının görüşleri ile uyum göstermiştir [22]. İş parçası yüzeyinde oluşan buhar ve gaz oluşumları; bulk haldeki iş parçasını sadece Joule etkisi ile ısıtılmakta, bu sıcaklıkta elektrolitin kaynama sıcaklığına tekabül etmektedir. Kullanılan etanol (96 % hacimsel), fosfat bufer (4%) ve potasyum klorid (0.2 mol dm^{-3}) çözeltisi için bu değer $78 \text{ }^\circ\text{C}$ olarak ölçülmüştür. Silindirik koordinat sitemindeki iki elektrot arasındaki oluşan elektrik alan E için tüm reaksiyon aşağıdaki bağıntı ile çıkarılmıştır [75].



Şekil 3.6 Etanol çözeltisi içinde, sırası ile 470,500,600 ve 700 Volta buhar örtüsünün oluşması [76]

$$\vec{E} = \frac{(V_2 - V_1)}{\ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)} \times \frac{1}{r} \vec{u}_r \quad 3.15$$

V_2 ve V_1 anot ve katottaki elektrik potansiyeli, r_2 ve r_1 anot ve katot yarıçapları, r yarıçap noktası ve \vec{u}_r silindirik koordinatlardaki radyal vektörü temsil etmektedir. Ohmik (Joule) ısı akışı ise aşağıdaki bağıntı şeklinde ifade edilmektedir ve Şekil 3.4 deki U_1 ile gösterilen bölgedeki ısınma için söz konusudur [76].

$$\Phi = \sigma \times E^2 \quad 3.16$$

Elektrik iletkenliği olan σ , ohmik ısıtma sırasında çözeltinin artan sıcaklığına göre değişim göstermektedir. Bu değişimi aşağıdaki bağıntı ile çözümlenebilmektedir.

$$\sigma_T = \sigma_0 + m \cdot T \quad 3.17$$

σ_T burada tuzlu su gibi iletkenler için 25-95 °C arasındaki herhangi bir sıcaklıktaki elektrik iletkenliğini σ_0 başlangıç elektrik iletkenliğini ve m sıcaklık faktörünü göstermektedir [77].

Elektrik iletkenliğinin değişmesine ve çözelti yoğunluğuna göre olan ve sıcaklık değişimini veren bir bağıntı ise aşağıdaki şekilde çıkarılmıştır.

$$\Delta T(t) = \frac{\Delta Q(t)}{v \times \rho \times C} \quad 3.18$$

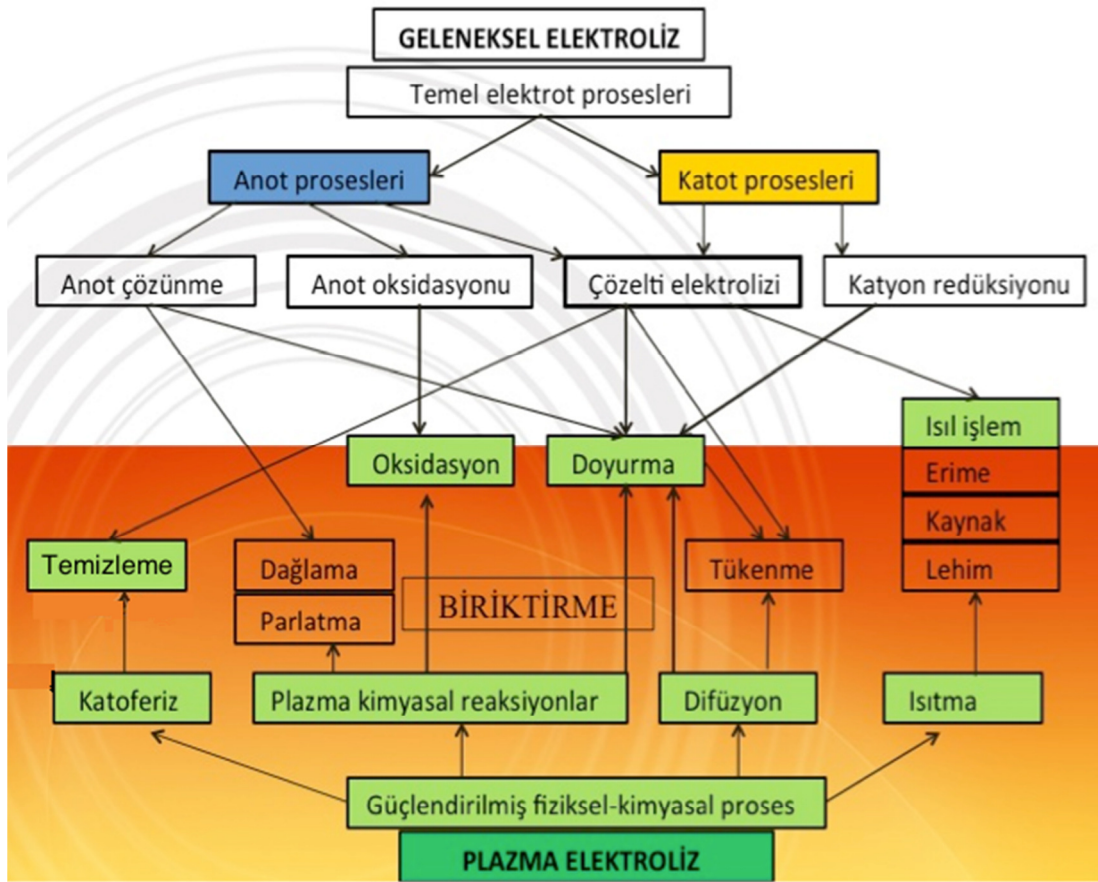
$$\Delta Q(t) = \int_t^{t+\Delta t} V(t) \times I(t) dt \quad 3.19$$

Burada ΔT sıcaklığından $(t+\Delta t)$ aralığına kadar olan sıcaklık artışı, $\Delta Q(t)$ uygulanan güç, C elektrolitin ısı kapasitesi, v elektrotlar arasındaki elektrolit hacmi, ρ elektrolit yoğunluğudur.

Elektrolitik plazma teknolojisinin fiziksel anlamı ve mühendislik uygulama alanları araştırmacılar tarafından ortaya konulmuştur [23].

Elektrolitik plazma yöntemi, fiziksel ve kimyasal yan proses ürünlerinin çoğalması ve elektrot yüzeyinde yeni proseslerin gerçekleşmesi sebebiyle, temel elektrot proseslerini, önemli ölçüde değiştirmiştir (Şekil 3.7). Böylece, elektroliz esnasında, ısıl ve yayılım prosesleri, yeni kimyasal plazma reaksiyonları ve makro-parçacık taşınımı şeklinde gerçekleşen kataforetik etki mümkün olabilmektedir.

Bu proseslerden ısıl işlem, sertleştirme [22], temizleme [25,78], dağlama ve parlatma, plazma elektrolitik biriktirme (PED) işlemlerini içeren plazma elektrolizin çeşitli uygulamalarında faydalanılmaktadır [21,22,25].



Şekil 3.7. Elektrolitik plazma prosesinde, geleneksel elektrolizde oluşan temel elektrot prosesleri ve plazma elektrolizde oluşan fiziksel-kimyasal prosesler arasındaki ilişki [22]

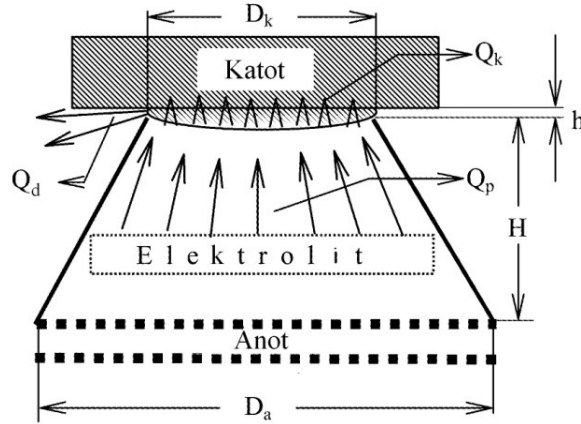
Bu plazma elektrolitik tekniklerden PED (plazma elektrolitik biriktirme), plazma elektrolitik karbürleme (PEC), plazma elektrolitik karbo-nitrürleme (PEC/N) [79, 80, 81], plazma elektrolitik nitrürleme (PEN), plazma elektrolitik borlamayı (PEB) v.b PES (plazma elektrolitik doyurma) içeren yöntemler; aşınma, korozyon ve ısıl bariyer performansı yüksek yüzey tabakalarının fiyat-performans kıyası açısından umut vermektedir.

3.3. Elektrolitik Plazma Sertleştirme

Geleneksel yüzey sertleştirme ve ısıl işlemler, yüksek sıcaklıklarda uygulandığından dolayı hem araç gereç hem de uygulama maliyetleri yüksek olup ve ekonomik değildir, aynı zamanda çevre şartları açısından da zararlı ortam veya (siyanür içeren tuz banyosu) girdiler kullanılmaktadır veya ürünler teşekkül etmektedir. Aynı

zamanda bu işlemler beraberlerinde pas/kir giderme gibi ön veya tufal/kalıntı temizleme gibi son yüzey işlemleri gerektirebilmektedir. Bu nedenlerden dolayı yeni çevreci, pratik ve alternatif yüzey sertleştirme yöntemleri geliştirmek zorunlu olmaktadır. Öte yandan mevcut lazer, elektron ışını, alev gibi yüzey sertleştirme işlemlerinde sertlik derinliği belirli bir mesafeyi geçmemektedir. Bu noktada yeni arayışlar ve alternatif yöntemler geliştirilmektedir. Elektrolitik plazma yüzey sertleştirme metodu; bir elektroliz çözeltisinde elektrik deşarjı ve akımı kullanılarak, katot veya anot olarak bağlanan (karbon oranı % 0.3 den fazla olan çelik gibi ferro alaşımların) iş parçasının yüzey sıcaklığını plazma deşarjları ile ostenit sıcaklığına ısıtılması ve bu sıcaklıktan uygulanan voltajın kesilmesi ile ani soğutulması veya mevcut elektrolit ile su verilmesi ile lokal yüzey sertleştirme yapılabilen ve geliştirilmekte olan bir teknolojidir. Elektrolit çoğunlukla su esaslı olup karbonatlı veya nitratlı tuzların su içerisinde çözündürülmesi ile elde edilmektedir. Aynı zamanda geniş bir spektrumdaki elektrolit bileşimi farklı amaçlar doğrultusunda da kullanılabilir [17, 18, 56]. Sistemde doğru akım veya darbeli doğru akım gerilim kaynağı kullanılmaktadır. Sistemin ısıtma prensibi yukarıda bahsedilen düşük gerilim aralığındaki Faraday kanunlarını da içerecek şekilde, kullanılan yüksek voltaj ile katot veya anot olarak bias edilen iş parçasının yüzeyinde açığa çıkan hidrojen gazına bağlı olarak plazma ile çevrenmesi ve bu plazmanın çok hızlı bir şekilde ısıtma görevi görmesidir [13, 17, 18, 56, 57]. Yöntem bu özelliklerinden dolayı konvansiyonel elektroliz ve atmosferik plazmayı içeren hibrit bir yöntem olarak da anılmaktadır [25]. Elektrolitik plazma ile ısıtma ve sertleştirme çalışmaları elli yıldır bilinmektedir. Araştırmacılar çubuk şeklindeki numuneler üzerinde sıcaklık ölçme ve proses parametresi düzenleme çalışmaları yapmışlardır. Bunun için iş parçaları önce delinmiş daha sonra bu deliklere K tipindeki termokupullar takılarak elektrolit içerisine daldırılmış ve proses parametrelerine göre sıcaklık ölçmeye çalışmışlardır. Araştırma sonuçları elektriksel olarak iletken çelik iş parçasının sıcaklığının oda (elektrolit) sıcaklığından birkaç saniye içerisinde 850 °C ye yükseldiğini kayıt etmişlerdir [13]. Katodik olarak ısıtma ve aynı elektrolitle su verme işlemindeki ön çalışmalarda sertleştirme işlemleri başarı ile gerçekleştirmiştir. Fakat daha iyi kontrol edilebilir bir plazma deşarjı, verimli bir tasarım ve tekrarlana bilirlik gibi nedenlerden dolayı yeni bir gerilim kaynağı ve elektrolit-katot-anot modeli gerekli olmuştur. Tyurin ve Pogrebnyak [58] yaptıkları çalışmada özel bir anot tasarımı

yapmışlar ve elektroliti bu anot içerisindeki deliklerden taşıyarak katot üzerine iletmişlerdir bu durum verimli bir elektrolitik ısıtma sistemi sağlamıştır.



Şekil 3.8. Elektrolit plazma nozul tasarımı [18]

Yukarıda bahsedilen elektrolitik plazma nozulunun ve katot iş parçasının şematik tasarımı Şekil 3.8'de gösterildiği gibidir. Aynı zamanda Şekil 3.8 katot yüzeyinde oluşan plazma katmanının formasyonu mekanizmasına dair bir yaklaşımı izah etmektedir [58].

Anot nozul üzerine yerleştirilen seramik halka, elektrolitin katot alt yüzeyine temas ettiği dairenin çapını göstermekte, H anot ve katot arası toplam mesafeyi, h ise seramik halka ve katot arası mesafeyi temsil etmektedir. Elektrolit anottan katoda doğru değiştirilebilen debilerde akmakta ve katot yüzeyinde daralma göstermektedir bu daralma sonucu elektrolitin katot yüzeyindeki temas alanı olan daire D_k ile temsil edilmektedir. D_a nozul içine yerleştirilmiş metal anodun çapını göstermektedir. Bu tip cihazlardaki elektriksel ve hidro-dinamik etkileşim Ostroumov tarafından tanımlanmıştır. Tanımlanan mekanizmalar Nernst-Plank eşitliği için yazılabilmektedir.

$$J_i = \frac{u_i \cdot \rho_i \cdot E_i - \phi_0 u_i}{z_i \cdot \text{grad} \rho_i + v p_i} \quad 3.20$$

Nernst-Plank eşitliği yukarıda tanımlanmıştır.

Burada J_i plazma katmanı boyunca geçen elektrik akımını, u_i ve z_i anottan katoda transfer olan çözelti içerisindeki iyonların karakteristiğini ($i=1,2,3\dots n$), (hareket kabiliyeti, valans değerini), ρ elektriksel yüklemeye bağlı olarak bölgesel kütle yoğunluğunu, E elektrik alanı, v sıvı akışının mekanik hızını, ϕ_0 osmotik potansiyeli temsil etmektedir.

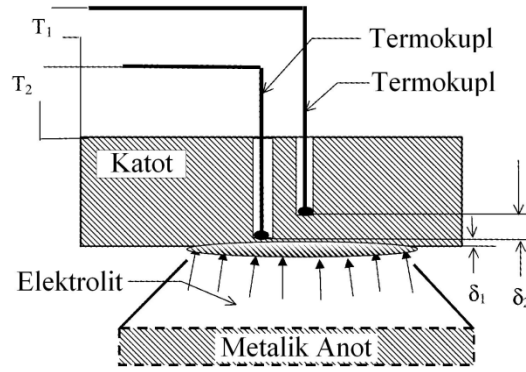
Elektrolitik plazma yüzey modifikasyon teknolojisini benzer işlevli diğer teknolojilerden ayıran, en önemli özelliklerinde biriside kullanılan elektrolittir. Kullanılan elektrolit, su ve suda iyonize olabilen bileşiklerdir. Elektrolitik plazma yüzey teknolojisinde iyonize olan bileşen olarak (Sodyum karbonat) Na_2CO_3 kullanılmaktadır. Na_2CO_3 su içerisinde (Na^+ , CO_3^- , OH^- ve H^+) iyonize olarak anot katot arasında anyon katyon etkileşimi sağlamaktadır. Bu prosesdeki kritik nokta ise Na_2CO_3 'ın yanında, suda iyonize olabilen ve uygulanan voltaj ile plazma içerisine taşınabile diğer karbon vericilerin, karbon kaynağı olarak kullanılarak yüzeye ısı çevrimin yanında karbon difüzyonu sağlayabilmesidir.

Anot grubu içerisindeki seramik nozul bölgesinde yerleştirilmiş paslanmaz çelik ısıtıcının etrafındaki enerji dağılımı aşağıdaki formülle hesaplanmaktadır.

$$Q_k = U_{ak}J_i - Q_p - Q_d \quad 3.21$$

Burada, Q_k plazma katmanını ve katodu ısıtmak için harcanan enerji, Q_p elektrolitin plazma formu elde etmek için buharlaştırılması sürecinde kullanılan enerji, Q_d plazma katmanındaki radyasyon enerjisi, U_{ak} plazma katmanındaki elektrik potansiyel voltajı olarak tanımlanır. Bu işlemlerde h değeri ile gösterilen aralık mesafesinin, D_k katot çıkış çapına göre oranının düşük olmasından dolayı Q_d ihmal edilebilmektedir.

Metalik anot ile katot yüzeyinde oluşan plazma katmanının sıcaklık ilerleme ve dağılım verileri yukarıdaki şekildeki gibi termokupullar ile ölçülebilmektedir (Şekil 3.9). Yapılan deneysel çalışmalara dayanarak ısı akışı aşağıdaki şekilde formüle edilmiştir.



Şekil 3.9. Elektrolitik plazma işleminde metalik anot, elektrolit ve katot kesiti[18]

$$N = gF = \lambda / \delta(T_2 - T_1)F \quad 3.22$$

Burada, N ısı akış değerini, g spesifik ısı akışını, F ısıtılan numune alanını, λ malzemenin ısı iletkenlik değerini, δ termokupullar arası mesafeyi, T1 ve T2 ise sırası ile katmanların sıcaklıklarını temsil eder.

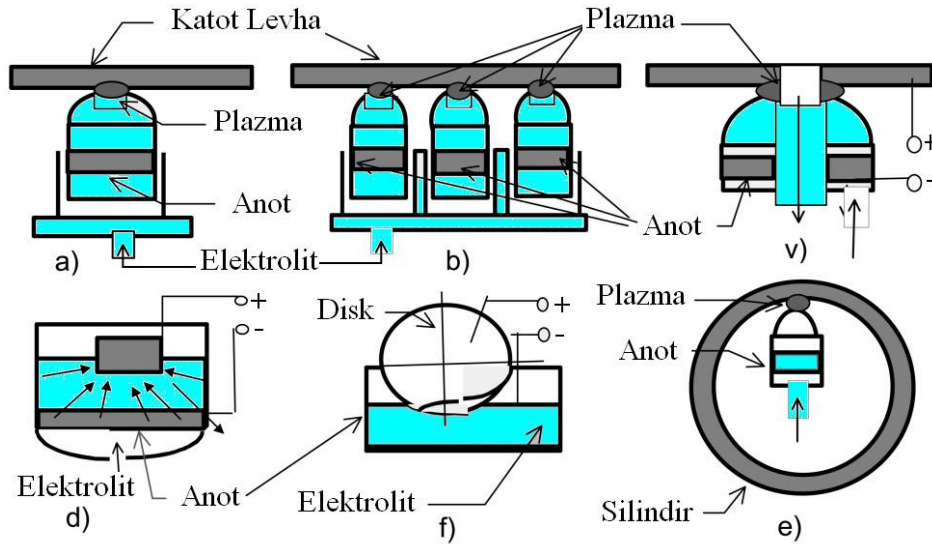
$$g = \lambda / \delta (T_2 - T_1) \quad 3.23$$

Bu formüllerin yardımı ile yüzeydeki sıcaklık,

$$T_0 = T_1 + g (\lambda_1 / \delta_1) \quad 3.24$$

Formülü ile hesaplanmaktadır. Bu formül; yüzeyden ilk katmana olan malzeme katmanının kalınlığının δ_1 olduğu varsayılarak türetilmiştir. Burada λ_1 malzemenin T1 sıcaklığındaki ısı iletimini göstermektedir, g ise T2 ve T1 sıcaklıklarının ölçümü sırasındaki deneysel sonuçlara göre alınmaktadır. Bahsi edilen anot nozul tasarımı ile yaklaşık 320 V gerilim uygulandığında katot yüzey sıcaklığı 150 °C/sn gibi bir ısınma oranı ile ısınmakta 12 sn. gibi bir sürede kısmi ergimeler bile oluşabilmektedir. Bu denli bir ısıtma gücü söz konusu olduğunda birden fazla anot kullanılarak ısıtma yapılabilir. Böylece elektrolitik plazma ile işlem uygulanan parçanın tuzlu su (elektrolit) ile ani soğutulması ile katot yüzeyinde 0.1-10 mm derinliğinde ve 59-60 HRC sertliğinden başlayarak çekirdeğe doğru azalan bir sert katman elde etmek mümkün olmaktadır [18, 24]. Aynı zamanda yüzeyin inkülüzyon, kir, pas ve bozuk yüzey temizleme işlemleri de eş zamanlı olarak

gerçekleşmektedir [25,60]. Kullanılan anot nozul aparatlarına bağlı olarak, çok farklı şekillerde numunelere elektrolit plazma ısıtma ve sertleştirme uygulanabilmesi mümkündür. Bunlarda bazıları Şekil 3.10'da gösterilmektedir.

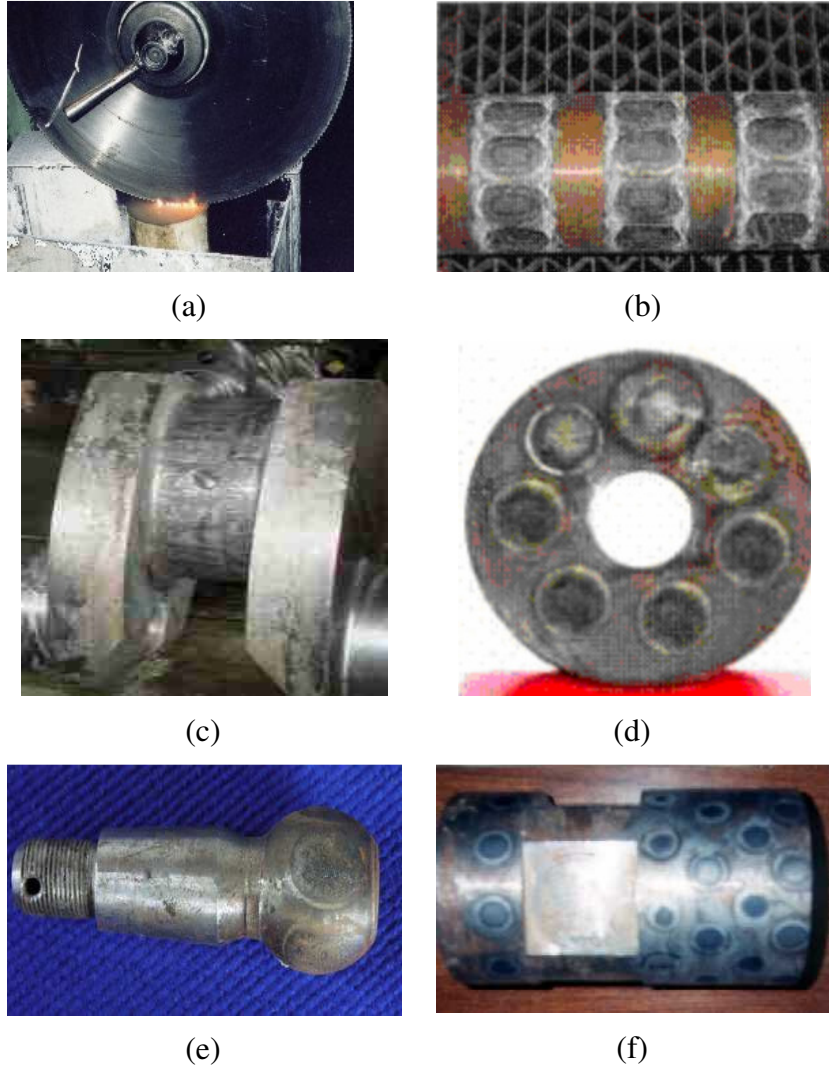


Şekil 3.10. EPT için farklı işlevlere sahip nozul tasarımları [18]

Modifikasyon işlemlerini endüstriyel skalada başarı ile gerçekleştirmenin en kritik noktası işlem yapılması istenen iş parçası geometrisine göre elektrolit çıkış nozulu tasarlamaktır. Şekil 3.10 (a,b,v) nozulları düzlemsel çelik parçalar için, d tipi nozul iş parçası kenar işlemleri için, f ile gösterilen nozul dairesel testere dişlisi veya diğer daire şekilli dişliler için, e tipi nozul ise silindirik iş parçalarının iç yüzeyleri için uygun bir tasarım olmaktadır [18].

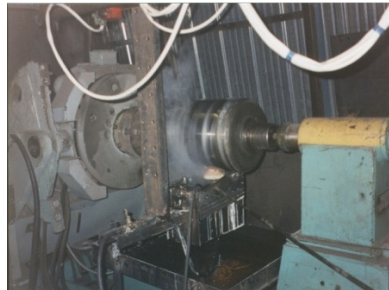
3.3.1 Elektrolitik plazma sertleştirme uygulamaları

İş parçalarının bölgesel olarak, çok kısa sürelerde, aşınma dayanımı istenen yerlerinde sertlik artışı ve buna bağlı olarak aşınma dayanımı meydana getiriyor olması elektrolitik plazma sertleştirme işlemini ilgi çekici kılmıştır. Genel olarak delme çubukları, hadde mil silindirleri, doğrultma silindirleri, yol kesme diskleri, toprak işleme makineleri, hidrolik miller, maden makine araçları, çimento sektörü öğütme bilye ve milleri, kesici makine testereleri gibi abrasif aşınma ve yüksek yük altında çalışan paçaların sertleştirilmesinde kullanılmaktadır.



Şekil 3.11. EPT işlemine tabi tutulmuş değişik iş parçaları, a) Disk testere b) Değirmen Kırıcı Milleri, c) Krank şaft d) Aşınmaya maruz kalan silindirik disk e) Sabitleme dişlisi, f) Aşınma yüküne maruz bağlantı burcu [82]

Şekil 3.11 a, b, c, d, e ve f’de sertleştirme işlemine tabi tutulmuş değişik iş parçaları görülmektedir [82, 83].



Şekil 3.12. Silindir ve merdanelerin yüzey sertleştirme işlemi [82]

Şekil 3.12’de görüldüğü gibi bir torna tezgahına sabitlenen ve negatif olarak gerilim kaynağına bağlanan mil, merdane, boru, disk, kasnak gibi silindirik makine parçaları, bir yandan torna ile döndürülürken, bir yandan da elektrolitin temas ettiği bölgeleri ısıtmakta ve uygulanan voltajın kesilmesi ile su verilmektedir. Benzer bir diğer örnekte Şekil 3.13’de verilmektedir. Endüstriyel kullanılan olarak sondaj delme boruları bölgesel olarak elektrolitik plazma ile sertleştirilmiş ve kullanılmıştır. Uygulanan lokal sertleştirme işleminde sertleşen bölgeler aşınma direncini artırmış ve sert bölgeler arasındaki yumuşak bölgelerde parça üzerindeki gerilimi azaltarak çalışma ömrünün 2-3 kat artmasına sebep olmuştur.



Şekil 3.13. Sondaj delme borusunun elektrolitik plazma ile sertleştirilmesi [82]

Bir diğer özellik olarak boruların iç çeperlerine doğru uzatılabilen anot tasarımları ile boru içleri sertleştirilebilmektedir ve borunun içine doğru sertleştirilen bölgede mesafe limiti söz konusu değildir (Şekil 3.14).

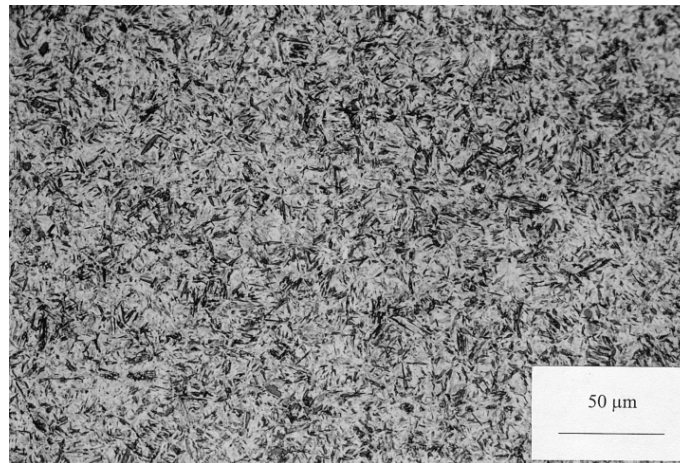


Şekil 3.14. Sondaj delme borusunun elektrolitik plazma ile iç yüzey sertleştirilmesi [82]



Şekil 3.15. EPT ile krankmili sertleştirme [84]

Sertlik derinliği, düşük enerji maliyetleri ve parça boyutunun söz konusu olduğu, büyük ölçülerdeki krank millerinin sertleştirilmesinde EPT iyi bir çözüm olmaktadır, EPT ile krank mili sertleştirme işlemi Şekil 3.15 de gösterilmektedir. EPT ile enerji tüketimi 3-5 kat düşürmüştü ve iş parçası ömürlerinin 2-3 kat arttığı iddia edilmektedir [84]. Sertleştirilen bölgenin kesit görüntüsü Şekil 3.16 da verildiği gibidir. Yüzeyden çekirdeğe doğru kademeli olarak sertlik azalmaktadır. Bu sayede yüzey martenzitik yapıda iken çekirdek yumuşak ve tok kalmaktadır.



Şekil 3.16. EPT ile sertleştirilen AISI 1050 çeliğe ait sertleştirilmiş bölge görüntüsü [21]

BÖLÜM 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. Çalışma Programı

Bu çalışmada; öncelikli olarak, krank, aks mili ve çubukları, makine çelikleri, yaylar, muhtelif dişliler gibi endüstriyel uygulamalarda geniş bir kullanım alanına sahip olan AISI 1040, AISI 4140 çelikleri [7,85,86] ve özellikle son yıllarda kullanımı artan EU 1.2333 (DIN G59CrMoV18-5) ve Carmo adı ile anılan ve metal şekil verme preslerinde, kesme ve dövme kalıplarında kullanılan soğuk iş takım çeliği [30,87] yüzeyinin elektrolitik plazma teknolojisi (EPT) ile modifiye edilerek, yüzey sertliklerinin ve sertlik derinliklerinin kontrollü bir şekilde oluşturulması amaçlanmıştır. Son olarak AISI 316 L paslanmaz çelik numunelerin yüzeyleri farklı kimyasal çözeltiler kullanılarak modifiye edilmiştir. Modifiye işlemi elektrolit içindeki arayer elementlerinin plazma ile numune yüzeyine difüze edilmek sureti ile gerçekleştirilmiştir. Bu çeliklerin yüzey özelliklerinin uzun, sürekli, zahmetli ve ayrıca maliyetli olan geleneksel ısıl işlem yapmadan geliştirebilmek hedef olarak seçilmiştir. Geleneksel yüzey modifikasyonu yöntemlerine göre hem zaman, hem ekonomik açıdan, hem de mekanik özelliklerin üstünlüğü yönünden avantaj sağlayacağı düşünülen elektrolitik plazma, bu çalışmada yöntem olarak seçilmiştir. Çalışmada amaç; geniş kullanım alanına sahip ve ekonomik olan; orta karbonlu çelikler ile takım çeliğinin diğer lokal yüzey sertleştirme yöntemlerinden farklı olarak yeni bir teknoloji olan elektrolitik plazma yöntemi ile modifiye etmek ve modifikasyon çalışmaları sırasında proses değişkenlerini (elektrolit içeriği, elektrolit sıcaklığı, işlem süresi, anot-katot arası mesafe, uygulama voltajı) optimize etmektir. Ayrıca EPT ile modifiye edilen numuneler ile indüksiyonla sertleştirilen numuneler hem sertlik hem de proses bazında mukayese edilecektir. Bunların yanı sıra, yeni bir yüzey modifikasyon tekniği olan EPT'nin kullanım alanlarını ortaya koymak adına, 316 L çeliğine yüzey difüzyon ve oksidasyon gibi işlemler uygulanarak farklı uygulama alanlarına da yer verilecektir.

4.2. Deneysel Numuneler

Kimyasal içeriği Tablo 4.1’de verilen deneysel numuneler, 50 cm uzunluğundaki silindirik çubuklardan işlenmiştir. Numune ölçüleri farklı amaçlar çerçevesinde 30 mm çapında, 10 mm kalınlığında, 50 mm çapında 10, 20 ve 30 mm kalınlıklarında olacak şekilde işlenmiştir. 1.2333 çeliği, döküm yöntemi ile üretilmiş ve normalize edilmiş, takiben freze ile işlenmiştir. 316 L paslanmaz çelik numuneler 2 mm kalınlığındaki plakalardan 10 mm eninde 20 mm boyunda olacak şekilde kesme diskisi ile kesilmiştir. Kesim işlemi sonrası tüm numuneler 60, 120, 240, 400, 600, 800, 1000, 1200 mesh zımparalardan geçirilmiştir ve parlatılmıştır. Zımpara işlemi sonrası numunelerin yüzeyleri alkolle temizlenmiş ve elektrolitik plazma işlemi için hazır hale getirilmiştir. Numuneler 3 mm çaplı matkap ile delinerek termokupl yuvaları açılmıştır. Elektrolitik plazma öncesi numunelere herhangi bir ön işlem uygulanmamıştır.

Tablo 4.1. 1040, 4140, 1.2333 ve 316 L çeliklerinin kimyasal içeriği

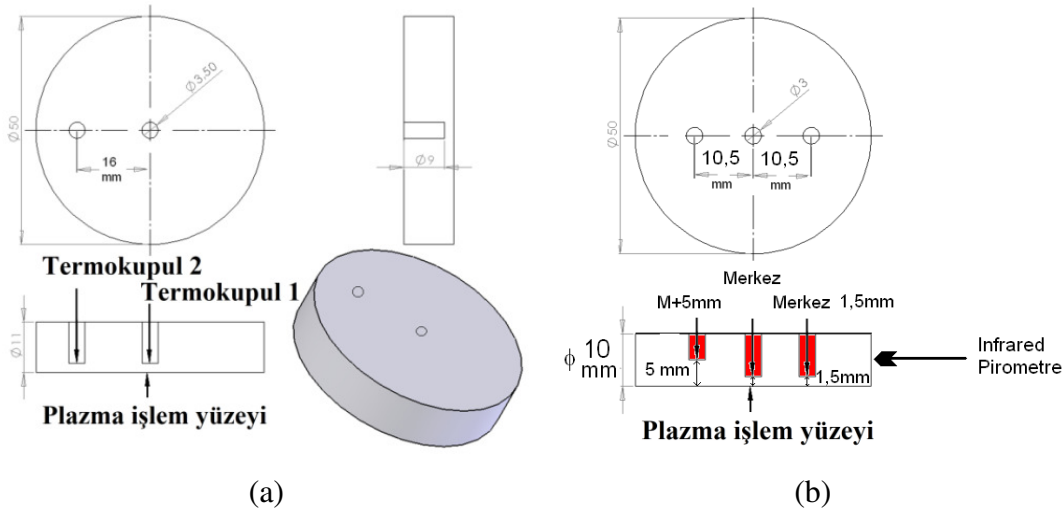
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	Ti	Cu
AISI 1040	0.4	0.27	0.93	0.028	0.018	-	-	-	-	-	-
AISI 4140	0.40	0.30	0.70	0.035	0.035	0.98	0.27	-	-	-	-
EU 1.2333	0.63	0.45	0.66	0.015	0.012	4.273	0.42	0.06	0.23	0.035	0.05
AISI 316L	0.03	0.75	2	0.045	0.03	16-18	2.5	12	-	-	-

4.3. Deneysel Yöntem

4.3.1. Elektrolitik plazma sertleştirme yöntemi

Deneysel yöntem sertleştirme ve modifikasyon olarak iki grup altında gerçekleştirilmiştir. Sertleştirme işlemi uygulanan deney numuneleri merkezlerinden ve merkeze 16 mm uzaklıktan plazma yüzeyine 1.5 mm kalacak şekilde, diğer bir yöntemde ise 10.5 mm aralıklarla plazma yüzeyine 1.5 mm ve 5 mm kalacak şekilde 3 mm çapında freze ile delinmiştir. Deneysel numunelerin nihai teknik çizimi Şekil 4.1’de ölçüleri ile verilmektedir. Freze ile açılan deliklere yerleştirilen K tipi

termokupullar ile sıcaklık verileri datalogger aracılığı ile 100 milisaniye sıklıkta kayıt edilmiştir. Paralel olarak numunelerin yan yüzeylerindeki sıcaklıklar infrared pirometre ile ölçülmüştür. Proses esnasındaki sistemden çekilen voltaj ve akım değerleri de kayıt altına alınmıştır.



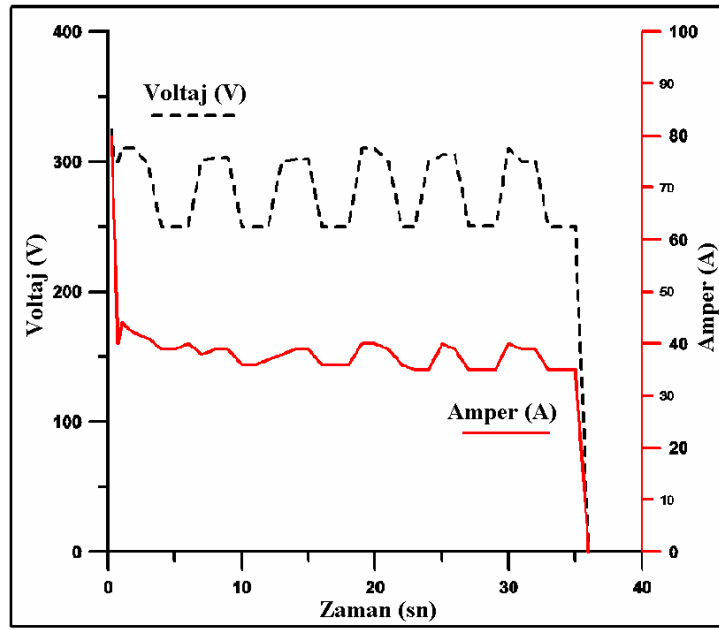
Şekil 4.1. Numuneler için, termokupul ve infrared pirometre yerleşimi, ölçüleri ve katı modeli çizimi

Çalışmalar Ukrayna-Paton Kaynak Enstitüsünde imal edilen 500 V-100 A kapasiteli doğru akım EPT cihazı ve Sakarya Üniversitesi-Alnal işbirliği ile imal edilen 600 V-35 A kapasiteli varyak kontrollü güç kaynakları ile yapılmıştır.

Deneyler sabit ve darbeli formda olmak üzere iki farklı tip voltaj uygulamak sureti ile gerçekleştirilmiştir. Gerilim değeri, sabit voltaj için 160-360 volt aralığında, deney süresi ise 6 ila 47 saniye aralığında seçilmiştir. Bu sürelerde 275 ila 1000 °C, sıcaklıklara çıkılmış takiben gerilimin kesilmesi ile numunelere su verilmiştir.

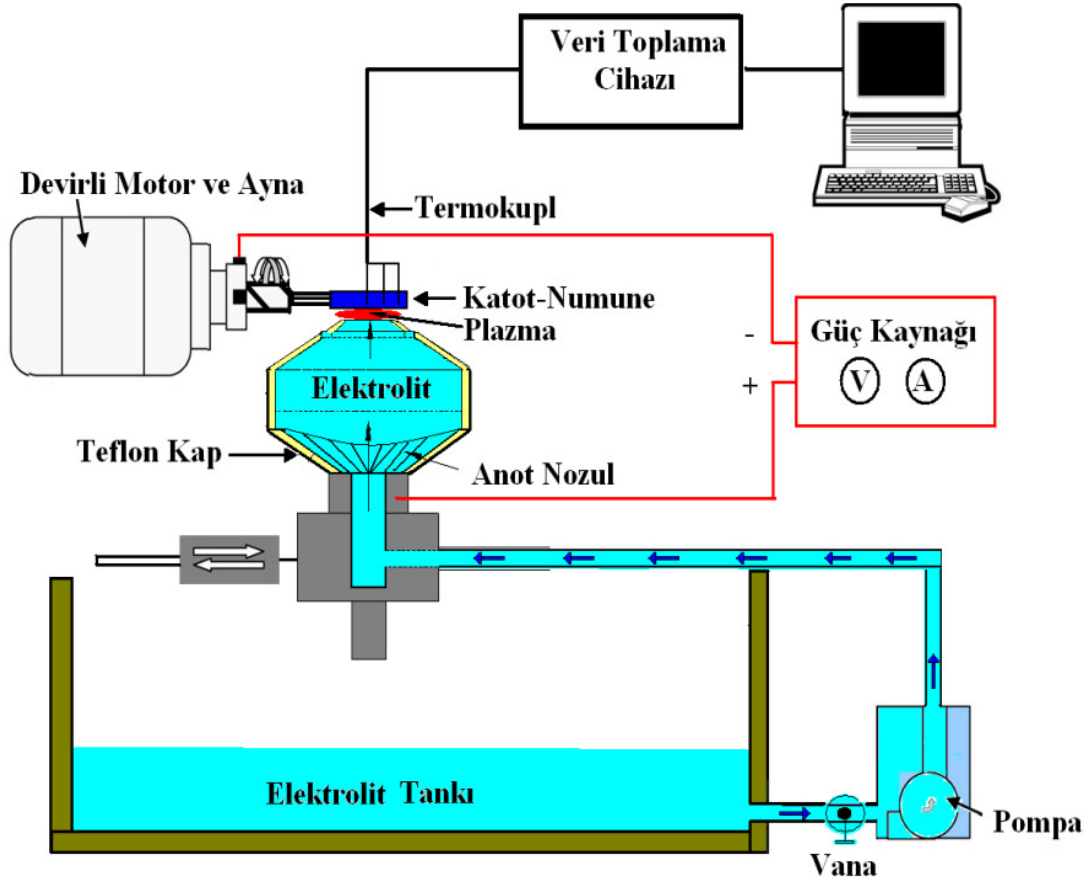
Darbe formundaki gerilim uygulama yöntemi, ısıtma voltajı ve bekletme voltajı değerlerinin belirli sürelerde tekrarlı olarak uygulanması ile gerçekleştirilmiştir. Isıtma gerilimi “i”, bekletme gerilimi “p” ve her bir tekrar işlemi çevrim “c” harfleri ile tanımlanmıştır. “i” ve “p” harflerinin önündeki rakam bu gerilim değerlerinin saniye cinsinden uygulama sürelerini göstermektedir. Bu formda uygulana voltaj ve akım ilişkisi, Şekil 4.2’de verilmektedir. Şekilde gösterilen kesikli çizgi, uygulanan voltajı düz çizgi ise akımı göstermektedir. Isıtma voltajı 315-320 Volt, bekletme

voltajı ise 250-255 Volt aralığında gösterilmektedir. Her iki voltaj kademesinde 3 er saniye olmak üzere ard arda sırası ile 1 ila 7 çevrim uygulanmıştır. Bu işlemlerde 1 çevrim 6 saniye, 7 çevrim ise 42 saniye sürmüştür. Çevrimin bitmesini takiben ısıtılan numunelere elektrolit ile su verme işlemi gerçekleştirilmiştir. Numunelerin sıcaklığı elektrolit sıcaklığına düştüğünde su verme işlemi bitirilmiş, numuneler su ve alkolle temizlenerek incelenmiştir.



Şekil 4.2. Isıtma-bekletme formları için voltaj, akım ve zaman çizelgesi

EPT'de genel olarak, bir tank içerisinde bekletilen elektrolit, pompalar ile nozula iletilmektedir (Şekil 4.3.). Nozul, paslanmaz çelikten imal edilmiştir ve etrafı teflon koruyucu ceket ile kapatılmıştır. Nozul çıkışına seramik bir bilezik yerleştirilmiştir, bu şekilde hem plazmanın nozulu ertmesi önlenmiş hem de anot-katot arasında dielektrik bariyer sağlanmıştır. Anodik kutba bağlı olan nozul, katodik kutuplanan numuneye belirli bir mesafede yaklaştırılmaktadır. Anot ve katot arasındaki bu mesafe gap olarak tanımlanmıştır. Elektrolitin numune alt yüzeyine teması esnasında sisteme gerilim uygulandığında, numune yüzeyinde plazma oluşturularak hızlı bir şekilde ısıtma sağlanmaktadır. Elektrolit sıcaklığı 20 ± 2 °C aralığında, iletkenlik ise 88-89 mS/cm (mili Siemens/santimetre) aralığında tutulmuştur. Elektrolit tankından nozula doğru pompalanan elektrolitin debisi 8000 ml/dakika olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.3. Elektrolitik plazma işlemine ait çalışma şeması

4.3.2. Elektrolitik plazma (EPD) difüzyon yöntemi

Bu çalışmada 316 L paslanmaz çelik numunenin yüzeylerinin bölgesel olarak modifiye edilerek, bu bölgede aşınmaya ve korozyona dirençli azot ve bor ile doyurulmuş yapı oluşturmak amaçlanmıştır. Deneylede, $H_2N-CO-NH_2$, NH_4NO_3 ve H_3BO_3 içerikli 3 farklı elektrolit bileşimi ve her numune için 5 saniye, 1, 15 ve 30 dakika olmak üzere 4 farklı zaman kullanılmıştır. Ayrıca deney esnasında elektrolitin numuneye temas ettiği ara yüzeye azot gazı verilerek proses parametreleri kontrol edilmeye çalışılmıştır. Bu işlem Şekil 4.3'de verilen sisteme, ilave azot gaz üfleme devresi eklenmesi şeklinde gerçekleştirilmiştir. Her bir elektrolite ait sıcaklık, iletkenlik değerleri de kayıt edilmiştir. Ayrıca akım - gerilim değerleri kayıt edilerek plazma formunun oluştuğu kırılma voltaj değerleri belirlenmiştir. Bu çalışmada güç kaynağı olarak Alnal-Sakarya firmasında tasarlanan ve üretilen varyak kontrollü cihaz kullanılmıştır. Bu sayede kırılma voltaj değerleri izlenebilmiş ve deney süresi kontrol edilebilmiştir. Deney düzeneği elde edilen tecrübelerden tasarlanmış olup ve

çalışması da, düşük maliyetli ekipmanlar ile desteklenmiştir. Elektrolit bileşenleri yerli ve ticari kalite kimyasallardan seçilmiştir.

H₂N-CO-NH₂ içeren elektrolit çözeltisi, 4 kg H₂N-CO-NH₂ (üre) + 4 lt saf su + 40 gr potasyum hidroksit KOH olarak hazırlanmıştır. NH₄NO₃ içeren elektrolit ise 4 kg NH₄NO₃ (amonyum nitrat)+ 4 lt saf su olarak hazırlanmıştır. Bor içeren elektrolit ise 1kg H₃BO₃, Na₂B₄O₇ ve Na, K, Mo klorür tuzları içeren karışımla hazırlanmıştır. Bu karışım, bundan sonra H₃BO₃ elektrolit olarak anılacaktır. H₃BO₃ elektrolite ve NH₄NO₃ elektrolite ilave iletkenlik artırıcı bileşen katılamamıştır. Elektrolit hazırlamakta kullanılan kimyasallara ait SEM-EDS analizleri Bölüm 5.de verilmektedir.

4.3.3. Elektrolitik plazma ile geleneksel sertleştirme yöntemlerinin karşılaştırılması

Elektrolitik plazma işlemi ile diğer yüzey sertleştirme yöntemlerinden birisi olan ve sanayi tarafından en yaygın olarak kullanılan indüksiyonla sertleştirme işlemi ile kıyas etmek için çalışmalar yapılmıştır. İndüksiyonla sertleştirme işlemi Endelmak-Endüstriyel elektronik makine sanayi tarafından üretilen Yüksek frekans hızlı ısıtma makinesi ile gerçekleştirilmiştir. İndüksiyonla sertleştirme işlemleri farklı sürelerde ısıtmak sureti ile yapılmıştır. Isıtmayı takiben, Petrofer firması tarafından üretilen, polimer esaslı soğutma sıvısı olan %5 Aquatensid ve su karışımı ile su verilmiştir.

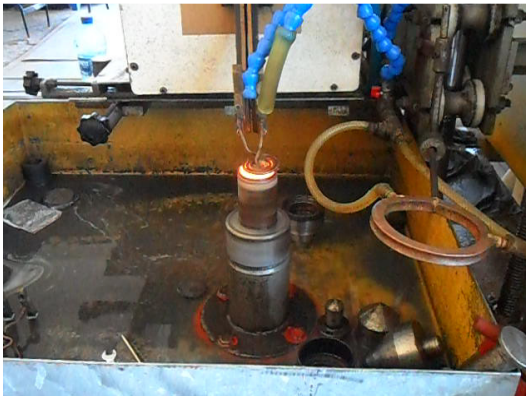
Denemelerde elektrolitik plazma işleminin gerçekleştirildiği AISI 4140 ve 1.2333 çelikleri kullanılmıştır. Numuneler 10 mm kalınlığında 50 mm çapında işlenip parlatılmıştır. Daha sonra numuneler numune tutucu milin üst yüzeyine sabitlenmiştir. Mil üzerine sabitlenen numuneler homojen bir ısıtma ve su verme gerçekleştirilebilmek için, indüksiyon ısıtma ve su verme işlemleri süresince döndürülmüştür. Ancak 3-4 saniye gibi kısa ısıtma sürelerinde yine heterojen sertlik veya sertleşmemiş lokal alanlar gözlenmiştir. Deneyler 8 saniye ısıtma süresinden başlamak sureti ile 1,5 saniye artırmalı olarak ısıtma ve su verme işlemi şeklinde yapılmıştır. İndüksiyonla sertleştirme işlemlerine ait görüntüler Şekil 4.4'de verilmektedir.



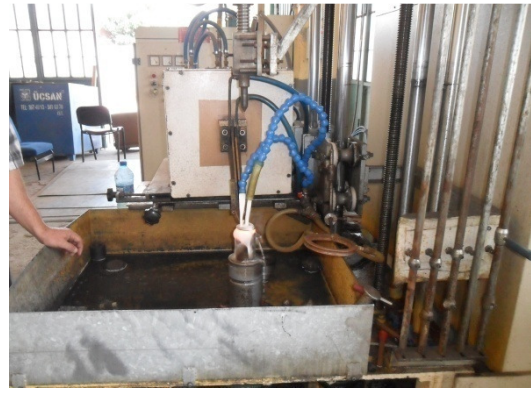
(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 4.4. İndüksiyonla sertleştirme işlemleri (a) Numunenin sabitlemesi ve indüktör sistemi, (b) İndüktör bobini ve numune, (c) Isıtma işlemi, (d) Su verme işlemi

Bir diğer çalışmada, geleneksel yöntemle yapılan ısıtma işlemi olup, numuneler fırında 10 dakika boyunca, 750 °C, 850 °C ve 950 °C'ye ısıtılmış ve süre bitiminde hızlıca fırından çıkarılarak 20 °C'deki 20 litre hacimdeki %15 sodyum karbonat çözeltisine daldırılarak hızlı bir biçimde soğutulmuştur. Fırın sıcaklıkları dijital kontrol cihazı ile yapılmıştır, numune sıcaklıkları ise fırın içine hedeflenen pirometre ile ölçülmüştür. Numunelerin sertlikleri ve takiben kesilerek sertlik derinlikleri incelenmiştir.

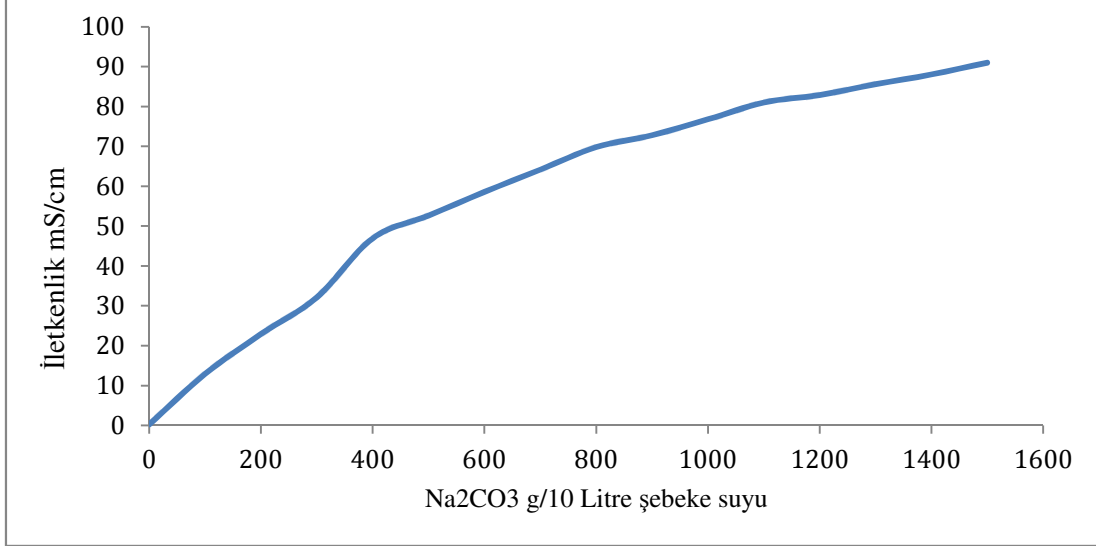
4.4. Elektrolitik Plazma Prosesi ve Etkileyen Faktörler

4.4.1. Elektrolit iletkenliği

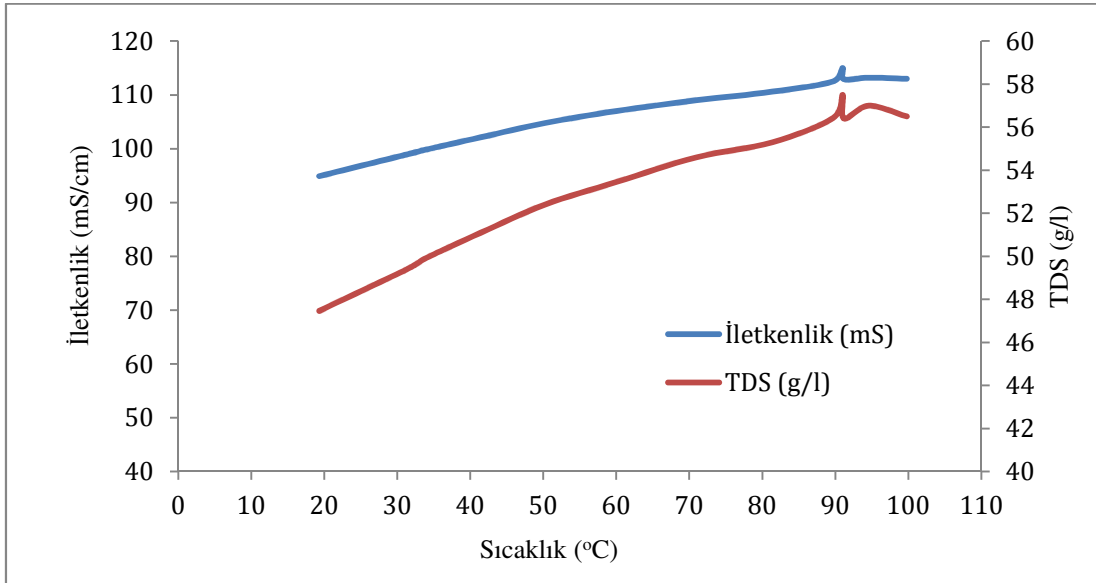
Elektrolitik plazma yüzey sertleştirme işlemlerinde elektrolit, çok önemli bir rol oynamaktadır. Bu işlemde, elektrolitin fiziksel özelliklerinin yanında, çevreci ve ekonomik olması da son derece önemlidir. Bu perspektif içerisinde elektrolitin yeterli

iletkenliđi, kimyasal kararlılıđı, çevreye ve ekolojiye karşı tamamen zararsız olması istenir bununla birlikte, ekonomik ve yerli üretim olanakları çerçevesinde üretilebilir, kolay temin edilebilir olması da tercih sebebidir. Bu sebepten dolayı elektrolit olarak Sodyum karbonat (Na_2CO_3) tuzu ve şebeke suyu kullanılmıştır. Sodyum karbonat tuzu, Şişecam A.Ş.' den 25 kg'lık paketler halinde temin edilmiştir ve (CAS 497-19-8) ticari saflıktadır. Sodyum karbonat tuzunun su içerisinde çözündürülmesi ile elde edilen elektrolitin iletkenliđi, önemli bir EPT parametresi olup hem distile su içerisinde hem de şebeke suyu içerisindeki iletkenlik davranışı incelenmiştir. Distile suyun başlangıç iletkenlik değeri 2.2 $\mu\text{S}/\text{cm}$ olarak ölçülmüştür. Distile su içerisine ilave edilen Na_2CO_3 miktarına kadar iletkenlik 100 mS/cm değerine, pH değeri ise $11 \pm 0,5$ aralıđına karşı artış göstermiş, ancak daha sonra artış oranında yavaşlama gözlenmiştir. Oda sıcaklığında gerçekleştirilen bu deneyde, toz olarak ilave edilen Na_2CO_3 'ün tam çözünürlüğü; 100 mS/cm iletkenlik değerinden sonra artış göstermediđi gibi, çözeltinin karıştırılmasının durdurulmasını takiben çökeltme ve kristalleşme gözlenmiştir, çökeltilerin çözülmesi çözelti sıcaklığının artırılması ile sağlanabilmiştir. Distile suyla yapılan iletkenlik ve pH çalışması, bazı elektrolitik plazma yüzey difüzyon işlemlerinde kullanılmasından ötürü önem arz etmektedir bu sebepten dolayı özellikleri incelenmiştir. Ancak EPT işleminin ısıl işlem amaçlı kullanılmasında işletme giderlerinin düşürülmesi, temel sarf gideri olan elektrolitin ekonomik bir şekilde temin edilmesi önemli olacaktır. Bu sebeple EPT sertleştirme işlemleri şebeke suyu ile gerçekleştirilmiştir. Başlangıç iletkenliđi 248 $\mu\text{S}/\text{cm}$ olan şehir şebeke suyu ile hazırlanan elektrolitin, ilave edilen Na_2CO_3 miktarına bađlı olarak iletkenliđindeki deđişim ve 20 °C de başlangıç derişimi 47,5 g/l olan elektrolitin artan sıcaklığa bađlı olarak iletkenlikteki artış ile çözülmüş katı (Na_2CO_3) miktarındaki deđişim Şekil 4.5.'de verilmektedir. Şehir şebeke suyunun kullanılması sureti ile ilgi elektrolit hazırlama çalışmalarında 20 litre kapasiteli tank kullanılmıştır. 100'er gram Na_2CO_3 tuzu ilave edilmiş ve her bir ilave sonrası elektrolit karıştırılarak sıcaklık ve iletkenlik değerleri Elmetron CX-401 cihazı kullanılarak kayıt edilmiştir. Deneylerde şebeke suyu sıcaklıđı, ideal bir su verme sıcaklıđı ve ortalama oda sıcaklıđı olan 20 ± 2 °C aralıđında [88-96] tutulmaya çalışılmıştır. Elektrolitin iletkenliđi yapılan çalışmalar neticesinde optimum bir deđer olan 88-90 mS/cm aralıđında tutulmaya çalışılmıştır. Nitekim bu iletkenlik deđerinin

“oda sıcaklığında” artan sodyum karbonat miktarı ile artmadığı görülmüştür. Bu iletkenlikteki elektrolitin pH değeri 11 olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.5. Na₂CO₃ miktarının şebeke suyu ile hazırlanan elektrolitin iletkenliğine etkisi



Şekil 4.6. Sıcaklığın iletkenlik ve toplam çözünmüş katı miktarına etkisi (Şehir şebeke suyu kullanılmıştır)

EPT işlemlerinde sisteme gerilim uygulanması ile katot üzerinde meydana gelen kaynama ve gaz kabarcığı oluşumu, elektrolitin ısınmasına bağlı olmaktadır. Dolayısı ile elektrolit anlık olarak ısınmaktadır. Bu sebeplere bağlı olarak elektrolitin iletkenliğinin sıcaklıkla değişimi incelenmiştir. Aynı zamanda elektrolit içinde

çözünmüş olan katı miktarı ölçülerek, iletkenlik ve çözünmüş katı arasındaki ilişki belirlenmiştir. Bu veriler Şekil 4.6'da verilmektedir. Elektrolitin sıcaklığının artması ile çözünmüş katı, yani Na_2CO_3 miktarı ve paralel olarak da iletkenlik artış göstermiştir. Çözünmüş katı ölçüm deneyleri bir etüv fırın içerisine 1000 ml elektrolit koymak sureti ile yapılmıştır. Aynı zamanda başka bir beherde şebeke suyu kaynar halde bekletilmiştir. 90 °C'den sonra elektrolitin buharlaşması ile eksilen miktar kaynamaya yakın haldeki su ile takviye edilmiş ve elektrolit miktarı sabit tutulmuştur. Suyu ilave edilen Na_2CO_3 ile elde edilen elektrolitin kaynama noktası 103 °C'ye yükselmiştir. Elektrolit içindeki Na_2CO_3 miktarının artması ile kaynama noktasının daha da artacağı düşünülmektedir. Ancak doygunluk seviyesindeki çözeltinin kaynama noktasının yükselmesinin yanı sıra, çözeltinin soğuması esnasında kristalleşerek çökmesi mümkün olabilmektedir. Bu nedenden dolayı çözeltinin sıcaklığının 10 °C'nin altına düşmemesi, kristalleşmenin önlenmesi açısından faydalı olacaktır. İletkenlik ve sıcaklık deneylerinden hareketle elektrolit miktarı ilave edilen şebeke suyuna bağlı olarak oransal olarak belirlenmiştir. Ancak her hangi bir elektrolit soğutucu ünitenin olmadığı durumlarda; 100 litreden daha az miktarlardaki çözeltinin elektrolitik ısıtmadan etkilendiği, ohmik ve plazma ısıtma rejimlerinde çözeltinin sıcaklığının arttığı gözlenmiştir. Bu sebepten dolayı elektrolit için gerekli şebeke suyu 200 litre olarak seçilmiştir. Bu şekilde elektrolit sıcaklığının aşırı ısınması kontrol edilmiştir. Uzun vadeli çalışmalarda dahi elektrolit sıcaklığının, elektrolitik ısıtmadan en fazla +2 derece etkilendiği gözlenmiştir. Soğutucu ünitenin gereksiniminin kaldırılması ile EPT'nin ekonomik bir yöntem olarak kabul edilmesi için avantaj teşkil etmiştir. Aynı zamanda yatırım ve bakım maliyetlerini düşürmüştür.

4.4.2. Elektrolit sıcaklığı

Farklı sıcaklıklardaki elektrolitin, plazma oluşumuna, ısıtma ve soğutma hızına etkisi önemli bir proses parametresidir. Bu sebeple, elektrolit sıcaklığının etkisi araştırılmıştır. Elektrolit sıcaklığının etkisi, başlangıç sertliği 230 Brinell (BHN) olan 1.2344 çeliği kullanılarak araştırılmıştır. Bu tür sıcak iş takım çeliği, sertleşme derinliğinin yüksek olması nedeni ile tercih edilmiştir. Nitekim farklı elektrolit sıcaklıkları, farklı ısıtma ve soğutma rejimlerine sebebiyet vermiştir, bu farklı

rejimlerde farklı sertlik derinlikleri üretmiştir. Bu sebeplere bağlı olarak sertleşme derinliği yüksek olan çelik, elektrolit sıcaklığının etkisinin tayininde bariz bir araç etkisi yapmıştır. Disk şeklinde kesilen numuneler merkezlerinden matkap ile plazma işlem yüzeyine 2 mm kalacak şekilde delinmiş ve plazma işlemi yapılacak yüzeyleri eş yüzey pürüzlülük değerlerine erişene kadar (1200 grit) kademeli olarak zımparalanmış ve son olarak etanol ile temizlenip kuru ortamda saklanmıştır. Numune sıcaklıkları deliklere sıkı geçen termokupul yardımı ile ölçülmüştür. Her bir deney öncesi ve sonrası elektrolit sıcaklıkları ve iletkenlikleri kontrol edilmiştir. Elektrolit sıcaklığı, elektrolitin kontrollü ısıtılması sureti ile kademeli olarak arttırılmıştır. Aynı zamanda bir başka kap içerisinde şebeke suyu ısıtılmıştır. Isıtma sırasında meydana gelen buharlaşma kayıpları kontrollü olarak iletkenliği iletkenliği 248 $\mu\text{S}/\text{cm}$ gelen su ilavesi ile yapılmıştır. İlave işlemi ve sonrasında elektrolit karıştırılmış ve homojenlik sağlanmaya çalışılmıştır. Anlık olarak daldırma tip proba sıcaklık, iletkenlik ve toplam çözünmüş katı miktarı ölçülmüştür. Voltaj ve akım değerleri plazma oluşumunda ve kararlılığında önemli unsurlar olarak bilinmektedir. Buradan hareketle sisteme uygulanan voltaj ve amper değerleri ve bu değerlerdeki saçınımlar kayıt edilmiştir. Saçınımların yüksek olması plazmanın kesikli bir şekilde oluştuğunu veya elektrolit akışının düzensiz olduğunu göstermektedir.

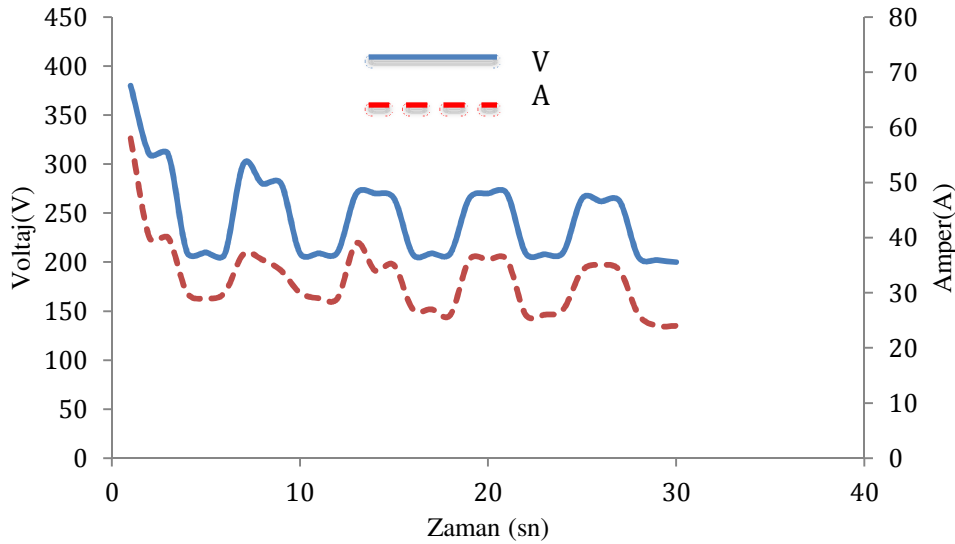
EPT işlemlerinde, plazma formunun iş parçası yüzeyinde oluşturulmasını takiben iş parçasının 5 saniye gibi kısa sürelerde yüksek sıcaklıklara eriştiği literatürde belirtilmektedir. Bu yüksek sıcaklık 850-900 °C civarında olup orta karbonlu çelikler için ostenitleme sıcaklığına tekabül etmektedir [12]. Ancak literatüre geçmiş olan çalışmalar da, çözelti sıcaklığının voltaj-amper, kararlı plazma, ısıtma-soğutma ve mekanik özellikler üzerine etkisi incelenmemiştir. Artan çözelti sıcaklığının ostenit sıcaklığındaki çeliği oda sıcaklığına soğutma süresini artırdığı ve soğutma hızını düşürdüğü tespit edilmiştir [95-99]. Bu şartlarda ideal soğutma için soğutma suyu sıcaklığının oda sıcaklığında olması iddiası yaygın olmasına rağmen, elektrolitik plazma işlemlerde elektrolitin; hem kararlı plazma oluşturmada dolayısı ile ideal bir ısıtma rejimi elde etmede hem de uygulanan voltajın kesilmesi ile soğutmada etkin rol oynaması nedeni ile elektrolit sıcaklığının etkisi araştırılmıştır. Eşit ölçülerde kesilip, yüzeyleri parlatılan numuneler yine eşit şartlarda delinerek sıcaklıklar kaydedilmiştir. Uygulan gerilim ısıtma-bekletme şeklinde iki kademeli olarak tüm

numunelere eşit şartlarda uygulanmıştır. Sadece elektrolit başlangıç sıcaklıkları 21 °C, 30 °C, 40 °C ve 50 °C olmak üzere artırılmış ve EPT işlemi boyunca gerilim ve akım değerleri kayıt edilmiştir. Elektrolit sıcaklığı Deneysel çalışma programı Tablo 4.2.'de verilmektedir. Bu programa göre sıcaklığın gerilim ve akıma etkisi numune 2 ve numune 5 için sırası ile Şekil 4.7. ve 4.8.'de verilmektedir.

Tablo 4.2 Elektrolit sıcaklığının etkisi

Numune	Voltaj Rejimi	İşlem Süresi	Elektrolit ilk Sıcaklığı	Elektrolit son Sıcaklığı	Elektrolit iletkenliği	Çözünmüş Katı
1	(3i-3p)x5c	30 sn	21 °C	27,8 °C	89 mS	44,7
2	(3i-3p)x5c		30 °C	34,6 °C		
3	(3i-3p)x5c		40 °C	42,3 °C		
4	(3i-3p)x5c		50 °C	50,4 °C		

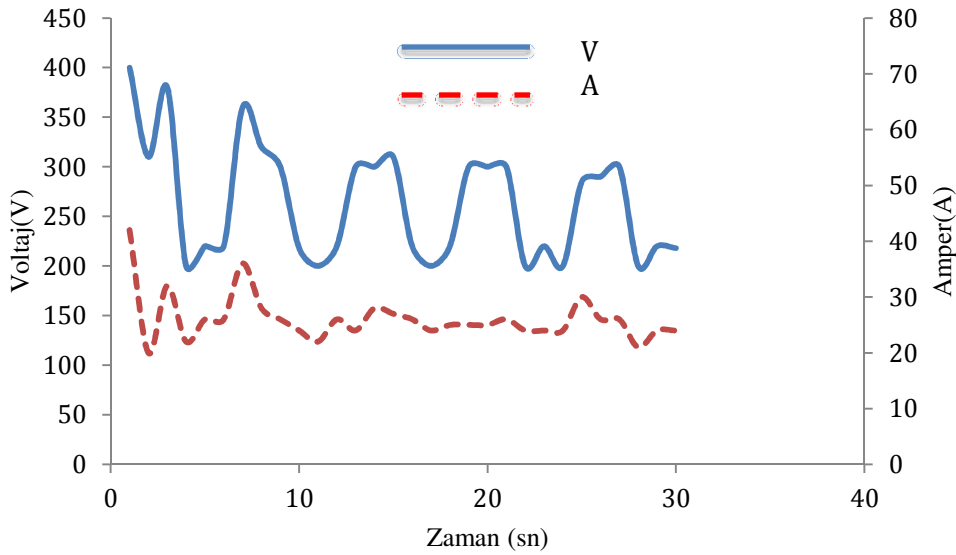
EPT cihazından numuneye gerilim uygulanmasını takiben, uygulanan gerilim ve akım kararlı plazma oluşturabilmek için sürekli olarak artmıştır. Kararlı plazmanın oluşmasını takiben gerilim başlangıç ısıtma gerilim set değeri olan 320 V değerine düşmüştür.



Şekil 4.7. 21 °C elektrolit sıcaklığındaki voltaj-akım davranışı (Numune 2)

Elektrolit sıcaklığı 21 °C olan numunede en yüksek gerilim ve akım sırası ile 380 V-58 A olarak kayıt edilmiştir (Şekil 4.7). Bu değerler plazmanın oluştuğu ilk değerlerdir [25]. Akımın aşırı yükselmesi plazma oluşturmak için gerekli kaynamanın başlatılması için gerekli ısıtma enerjisine bağlı olmaktadır. Elektrolit

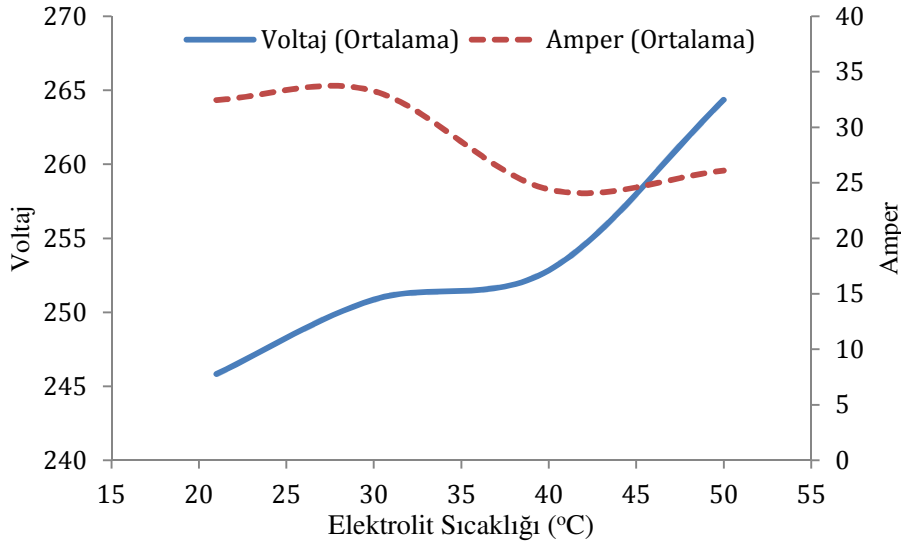
sıcaklığı 30 °C olan numune 3 de ise numune 2'nin gerilim ve akım değerlerine çok yakın değerler elde edilmiştir. Elektrolit sıcaklığı 40 °C olan numune 4'de ise gerilim ve akım karakteristiği farklılık göstermiştir. Kırılma gerilimi 425 V ve akımı 43 amper seviyesine yükselmiştir. Numune 4 için ilerleyen süreçlerde ise akım ve gerilimde dalgalanmalar oluşmuştur ve sürekli plazma kademesi tam olarak oluşamayıp kısa süreli kesilmeler meydana gelmiştir. Oluşan bu dalgalanmalar ve kesilmeler akım ve gerilimde saçılmalara neden olmuştur. Bu saçınımlar ortalama gerilim ve akım değerinden daha yüksek ve daha düşük değerlerin toplamı şeklinde hesaplanmıştır. Saçınımların nedeninin; gerilimin uygulanması ile elektrolitin numune alt yüzeyine temas ettiği bölgede meydana gelen buhar ve gaz kabarcıklarının delinmesini takiben plazmanın oluşması ve oluşan plazmanın şiddetinin artması ile iletkenliğin düşmesi ve iletkenliğin düşüşü ile tekrar başlangıç şartlarına dönüp tekrar kırılma voltajını yakalama sürecinden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 4.8. 50 °C elektrolit sıcaklığındaki voltaj-akım davranışı (Numune 5)

Bir sonraki deney olan ve elektrolit sıcaklığının 50 °C olduğu numune 5 deneyin de benzer şekilde plazma, plazma-ark, plazma-gaz-ark şeklinde süreçleri meydana gelmiş ve akım-gerilim değerlerinde saçınımlar meydana gelmiştir. Bu deneyin başlangıç sürecinde gerilim 400 V akım ise 42 A seviyesine ulaşmıştır (Şekil 4.8). Aynı zamanda EPT işlemi süresince elektriksel saçınımlar devam etmiştir. Tablo

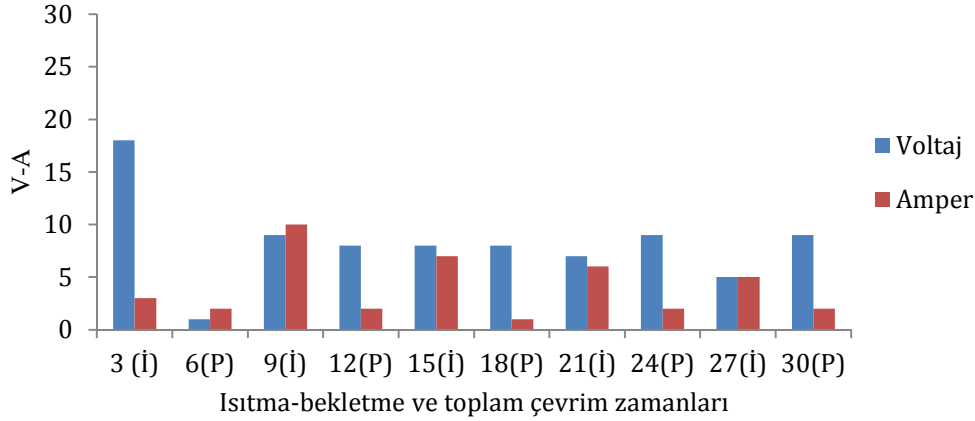
4.2’de bilgileri verilen diğer gerilim-akım grafikleri Ek-A da verilmektedir. Tüm numunelere ait EPT süresince kayıt edilen ortalama voltaj ve amper değerleri Şekil 4.9’da verilmektedir.



Şekil 4.9 Farklı elektrolit sıcaklıklarında, EPT işlem zamanı boyunca kayıtlanan ortalama voltaj-amper değerleri

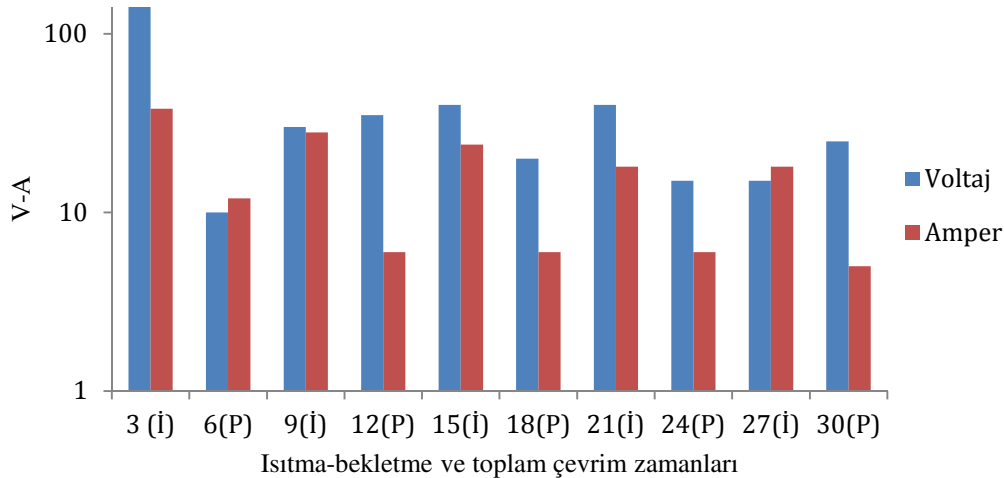
Burada sistemden çekilen gerilim değeri artan elektrolit sıcaklığı ile artış gösterirken, sistemden çekilen akım ise azalma gösterme eğilimindedir. Başlangıç iletkenlik değerleri aynı olan elektrolitlerin, elektrolit sıcaklığının plazma oluşumuna etkisinin, artan sıcaklıkla pozitif yönde olduğu anlaşılmıştır. Bunun başlıca nedeni Faraday yasalarına göre davranış gösteren U1 bölgesinin aşılması için iş parçası yüzeyindeki gaz-buhar örtüsünün oluşması ve iş parçası yüzeyinde bir film oluşturarak bu filmin plazmaya dönüşmesi için elektrolitin kaynama ve buhar fazına geçmesidir. U1 bölgesinin aşılması elektrolitin iş parçası yüzeyinde kaynatarak gaz kabarcıkları çıkartmasını gerektirmesinden dolayı sıcaklığı yüksek olan elektrolit daha çabuk bir şekilde kaynamaya başlamaktadır [22,25]. Ancak bu durum, numunenin bir kısmının elektrolitin içinde bulunduğu tanka daldırılması suretiyle gerçekleştirilen işlemlerde faydalı olmasına rağmen, kullanılan anot nozul şekli ve nozul ile katot (numune) arası mesafe olan ve gap mesafesi olarak bilinen mesafenin kaynayan elektroliti yeterli seviyede uzaklaştırılamaması, akım ve gerilim değerlerinde saçınma sebebiyet vermektedir. Bu saçınım ise ısıtma hızını yavaşlatmaktadır.

EPT işlemleri süresince gerilim akım değerlerindeki en yüksek ve en düşük değerler olarak tanımlanan saçınımlar 21 °C ve 50 °C için Şekil 4.10, 4.11’de verilmektedir. Diğer saçınım grafikleri Ekler bölümünde Ek-A olarak verilmektedir.



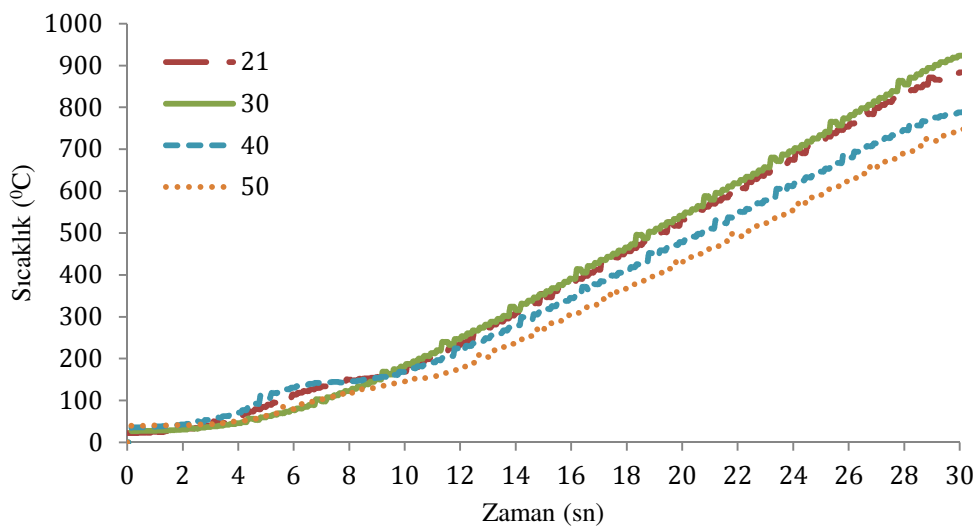
Şekil 4.10. Isıtma ve bekletme rejimlerindeki voltaj-amper saçınım değerleri (21 °C)

Elektrolit sıcaklığı 21 °C olan numunede ilk ısıtma sürecinde saçınımlar 18 volt 2.5 amper seviyesindedir. Takibi ikinci, üçüncü, dördüncü ve beşinci ısıtma-bekletme periyotlarında gerilim ve akım saçınımları daha da düşerek gerilim için ortalama 7 volt seviyesine düşmüş akım ise 7 amper seviyesine yükselmiştir. Elektrolit sıcaklığı 30 °C olan numunede ise 21 °C’nin gerilim ve akım saçınım değerlerine çok yakın değerler elde edilmiştir. Bu numune içinde plazma süreci daha kararlı seviye seyir etmiştir.



Şekil 4.11. Isıtma ve bekletme rejimlerindeki voltaj-amper saçınım değerleri (50 °C)

Elektrolit sıcaklığı ile ilgili süreçte bariz farklılıklar çözelti sıcaklığı 40 ve 50 °C olan numunelerde meydana gelmiş ve sisteme gerilim uygulanması ile birinci ısıtma ve bekletme sürecinde saçınımlar çok yükselmiş gerilim için 180 volt akım için 38 amper seviyelerine yükselmiştir. İkinci, üçüncü, dördüncü ve beşinci ısıtma-bekletme periyotlarında 10-35 volt ve 8-20 amper aralığına düşmüştür. Elektrolit sıcaklığı 50 °C olan numunede yine birinci ısıtma süresince gerilim 180 volt akım ise 38 amper seviyesine yükselmiş ve ikinci ısıtma-bekletme sürecinde azalmıştır. Ancak genel olarak kıyaslandığında ilk 40 °C göre en yüksek saçılma 50 °C de gerçekleşmiş olup gerilim saçılması ısıtma gerilim değerlerinde 35 volt 25 amper değerlerine erişmiştir. Tüm numunelerin saçınım değerleri artan sıcaklıkla artmıştır. Kıyaslama yapılacak olursa elektrolit sıcaklığı 21 ve 30 °C olan numunede saçınım seviyesinin en az seviyede olduğu ve plazma kararlılığının ise en ideal şekilde gerçekleştiği düşünülmektedir. Zira ortalama voltaj-amper ve saçınım değerlerindeki düşüş bunun bir göstergesidir. EPT işlemlerinde elektrolit sıcaklığındaki artış U1 ve U2 bölgesinin çok kısa sürede aşarak, kararlı plazmanın üretildiği U3 bölgesine ulaşılmasını sağlamaktadır. Gerilim ve akımın en düşük olduğu bu U3 seviyesi elektrolit sıcaklığının 21°C olduğu numune için en ideal seviyede elde edilmiştir. U3 seviyesi uygulanan ısıtma-bekletme çevriminde bekletme kısmına benzerlik göstermektedir. Gerilim U3'e göre daha yüksek seviyelerde olduğu ark oluşum bölgesi olarak tanımlanan U4 bölgesi ise ısıtma gerilim kısmına benzerlik göstermektedir.



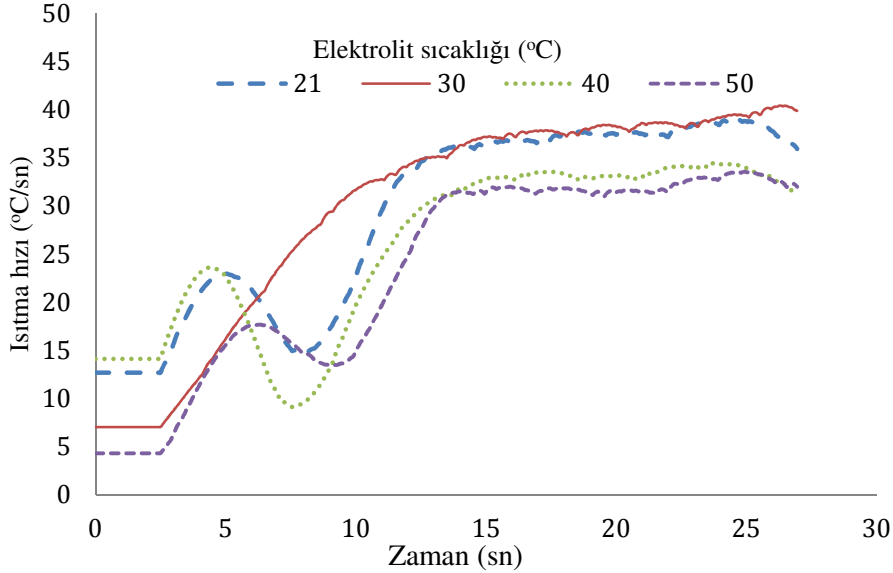
Şekil 4.12. 21, 30, 40 ve 50 °C deki elektrolit sıcaklığının numune ısınmasına etkisi (Sıcaklık değerleri plazma yüzeyinin 2 mm üzerinden alınmıştır).

EPT işlemlerinin ısıtma gerilimi ile başlatılması ile kırılma voltajına erişmek daha kolay olmaktadır. Zira elektrolit sıcaklığının oda sıcaklığından düşük olduğu durumlarda ısıtma gerilim periyodu ile kırılma voltajı aşıp sürekli plazma elde edilmektedir. Takibinde uygulan bekletme gerilimi ise yine U3 bölgesindeki gibi davranıp numune yüzeyinde sürekli plazma oluşturarak ısıtma sağlamaktadır. Elektrolit sıcaklığının etkisini izah eden, ısıtma eğrileri Şekil 4.13’de verilmektedir. Numunelerin başlangıç sıcaklıklarından itibaren uygulanan 30 saniye EPT işlemi sonunda numunelerin ısıtıldığı sıcaklık neticesine göre 30 °C elektrolit ile en yüksek sıcaklığa ısıtılmış olup bu sıcaklık 918 °C olarak kayıt edilmiştir. 21 °C elektrolit ile 881 °C’ye, 40 °C elektrolit 785 °C’ye ve 50 °C elektrolit ise 744 °C’ye yükselmiştir. Isınma eğrisinin ısınma bölgesi boyunca numunelerin farklı hızlarda ısındığı ve artan sıcaklığa bağlı olarak numune sıcaklıkları arasında bir farkı olduğu göz önüne alınarak, ısınma eğrilerinin lineer davrandığı bir bölgeden eğri denklemleri ve R-kare değerleri hesaplanmıştır. Bu denklemler numune ısıtma gücü hakkında daha net bir algılama sağlayacaktır zira EPT başlangıcından sonraki 11. saniyeden itibaren 26. saniyeye kadar olan ısıtma aralığındaki tüm veriler hesaplamaya dahil edilmiştir. En ideal ısıtma hızı için lineer denklem ve R-kare değeri aşağıda verilmektedir;

$$\text{Elektrolit sıcaklığı } 21 \text{ } ^\circ\text{C} \implies y = 37,107x - 211,02 \text{ R}^2 = 0,9991$$

Bu lineer denklemlere göre koordinat sistemindeki düşey eksen (ordinat) olan y eksenini ile en düşük açı yapan eğri 21 ve 30 °C’ye ait olan eğrilerdir. Bu iki eğride bir birine çok yakın olup hemen hemen eşit ısıtma rejimlerine haizdirler. 40 °C’de bir miktar daha düşük, 50 °C ise en düşük ısıtma hızına sahiptir. Bu denklemlerde “x” yerine EPT süresi saniye olarak girildiğinde “y” değeri sıcaklığı vermektedir. Dolayısı ile başlangıç elektrolit sıcaklığı belli olan bir sistemde varılmak istenen sıcaklık ve ısıtma zamanı önceden bulunabilecektir. Elektrolit sıcaklığının ısıtma hızı üzerine etkisi Şekil 4.12 ve 4.13’de verilmektedir. Şekil 4.13, ısınma eğrilerinin birinci türevlerinin alınması ile elde edilen eğriler olup birim zamandaki ısınma hızı hakkında genel bir bilgi vermektedir. Bu eğrileri göre 30 °C’deki elektrolit ile yapılan ısıtma işleminin en hızlı olduğu anlaşılmaktadır. Sistemin bir avantajı da elektrolit sıcaklığının ayarlanması ile soğutma hızının kontrol edilebilmesidir, bu da çeliklerde meydana gelen su verme çatlaklarını önleyecektir. Özellikle yüksek

karbon içeren çeliklerin ostenit sıcaklığından su verme ile soğutulması esnasında oluşan su verme çatlaklarının önüne geçilebileceği düşünülmektedir.



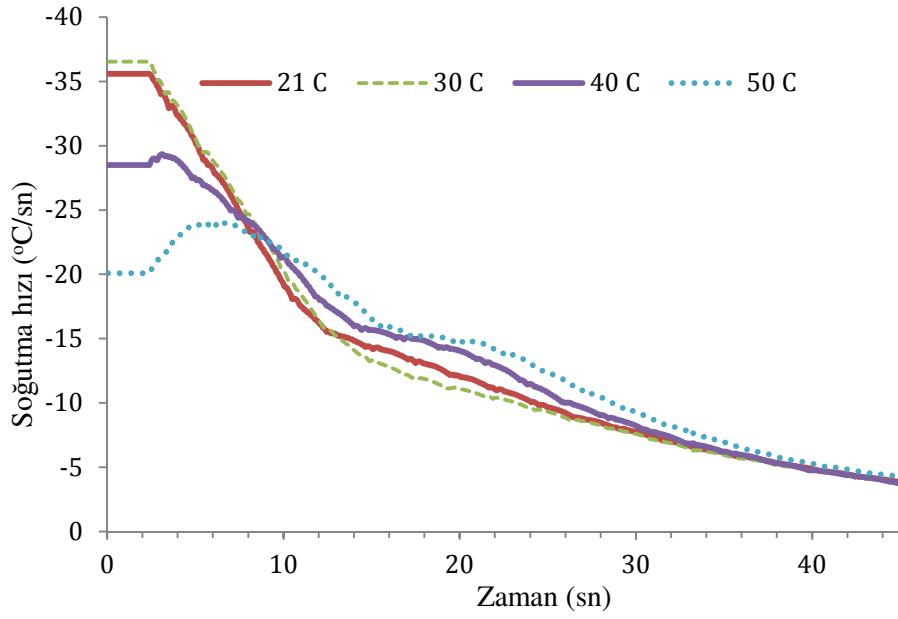
Şekil 4.13. Elektrolit sıcaklığının ısıtma hızı üzerine etkisi

Farklı elektrolit sıcaklıkları ile yapılan su verme işlemlerinde soğuma hızını ve soğuma denklemini çıkarıp numuneler arası mukayese edebilmek için 765 °C den başlayarak 20 saniye süresince su verilerek soğutulan numunelerin soğuma eğrileri kayıt edilmiştir. Veri toplama hassasiyeti 40 milisaniyede bir kayıt alacak şekilde düzenlenmiştir. Numuneler farklı sıcaklıklara soğuduğu için soğutma zamanı olarak 20 saniye seçilmiştir. Nitekim bu süre metalürjik dönüşümlerin gerçekleşmesi için geçen süreden daha fazla bir süredir. 21 ve 30 °C'deki elektrolitlere ait soğuma polinom denklemleri aşağıda verilmektedir.

$$21 \text{ } ^\circ\text{C} \text{ polinom eğrisi } y = 0,7917x^2 - 37,525x + 760,19 \text{ } R^2 = 0,9983$$

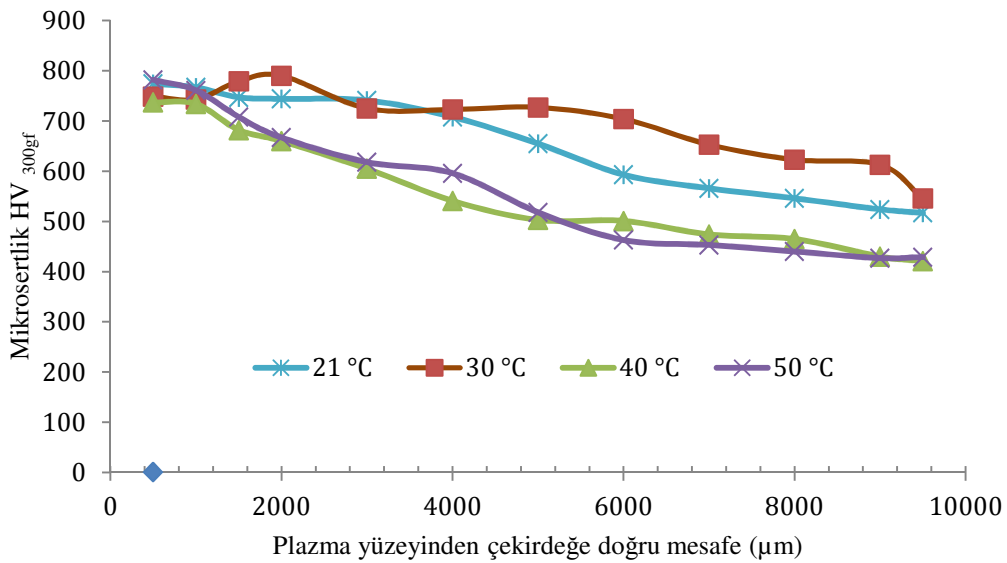
$$30 \text{ } ^\circ\text{C} \text{ polinom eğrisi } y = 0,8682x^2 - 39,342x + 764,29 \text{ } R^2 = 0,9987$$

Sonuç olarak elektrolit sıcaklığı arttıkça soğuma hızı düşmüştür (Şekil 4.14). Numunelerin soğuma eğrilerinin diferansiyelleri alınarak, birim zamanda meydana gelen sıcaklık düşüşü hesaplanmıştır. Bu sonuçlara göre 20 ile 30 °C aralığındaki elektrolit sıcaklıklarında soğuma hızı en yüksek seviyelere çıkmıştır.



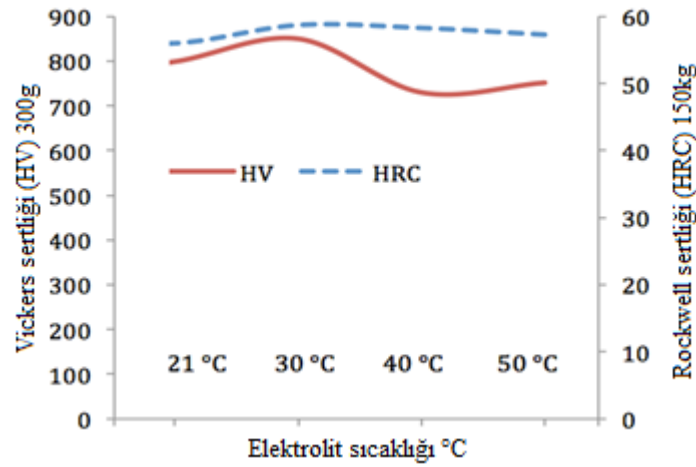
Şekil 4.14. Elektrolit sıcaklığının soğuma üzerine etkisi

Termal analiz sonuçlarına ilave olarak malzemenin aldığı sertlik derinliği de incelenmiş ve sonuçlar Şekil 4.15’de verilmiştir. Sertlik derinliğine ısıtma sıcaklığı ve su verme ortamı ile ilişkilidir [39, 41]. Başlangıç sertliği 243 HV olan takım çeliği için yapılan sertleşme derinliği çalışmalarında yüzeyde ortalama 750 HV sertlik değeri elde edilmiştir. Numune kalınlığı olan 10 mm boyunca bu sertlik değeri 750 HV ve 470 HV arasında kalmıştır [97].



Şekil 4.15. 21 °C, 30 °C, 40 °C, 50 °C elektrolit sıcaklığının sertlik derinliğine etkisi

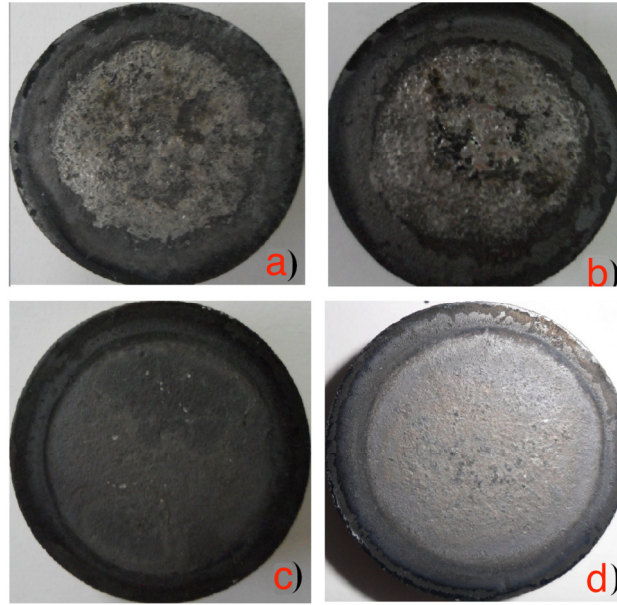
Bu deneylere ait sonuçları Şekil 4.16'da verilmiştir. En yüksek sertlik derinliği 21 ve 30 °C sıcaklıkta olan elektrolit ile yapılan deneylerde elde edilmiştir. Sertlik derinliği çalışmalarını desteklemek için plazma ile sertleştirilen yüzeyler tekrar metalografik işlemlerden geçirilerek parlatılmış ve bu yüzeylerden yine mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Yüzey ölçümlerine göre en yüksek sertlik değeri 820-840 HV bandında elde edilmiştir. Hem yüksek sıcaklıktan su verme hem de çözelti sıcaklığının düşük olması yüzeyin bu denli sertleşmesine olanak sağlamıştır.



Şekil 4.16. 21 °C, 30 °C, 40 °C, 50 °C elektrolit sıcaklığının plazma yüzeyindeki Rockwell C ve Vickers sertliklerine etkisi

Mikrosertlik incelemeleri 300 gram yüklerde uygulanmakta ve numune üzerinde oluşturduğu ize ait diagonalın 20-40 µm olmasından dolayı, özellikle sertleştirilmiş çeliklere Rockwell C (HRC) ile desteklenmesi faydalı olmaktadır. Çünkü hem uygulanan yük 150 kg civarında, iz çapı ise 500 µm'den büyük olmaktadır. Böylelikle geniş bir alanda ve derinlikte sertlik alınarak, mikro safsızlıkların, boşlukların veya ince oksit katmanların mikrosertlik değerlerinde ölçülmesi muhtemel sapmalar elimine edilmiştir. HRC sonuçlarına göre tüm numunelerde sertlik değerleri 55-60 HRC bandında ölçülmüştür. Mikrosertlik testlerine paralel olarak 30 °C elektrolit sıcaklığında en yüksek HRC değerine yükselmiştir. Takım çeliklerine ait sürekli soğuma ve zaman, sıcaklık, dönüşüm diyagramlarına göre ostenit sıcaklığından 100 saniyeden daha kısa sürelerde soğutulma gerçekleştiği takdirde çelik içyapısının martenzit olacağı doğrudur [97]. Nitekim elde edilen sertlik değerleri dönüşümün gerçekleştiğini desteklemektedir. Ayrıca

belirtmek gerekirse, sertleştirilen yüzeye dik kesitler incelendiğinde, oluşması muhtemel bir su verme çatlağına rastlanmamıştır. Bir diğer husus ise, aşırı ısıtmaya bağlı olarak yüzeyde kısmi ergimeler gerçekleşmiştir. 21 ve 30 °C’de bu yüzey ergimleri mikro düzeyde oluşmuş ve yüzey kısmi oksitlenmelere bağlı olarak kararmıştır. 40 ve 50 °C’de yüzeyleri daha düzgün bir şekilde elde edilmiş ve yüzey pürüzlülük değerini aşırı şekilde artıracak bir ergime, krater veya çatlağa rastlanmamıştır.



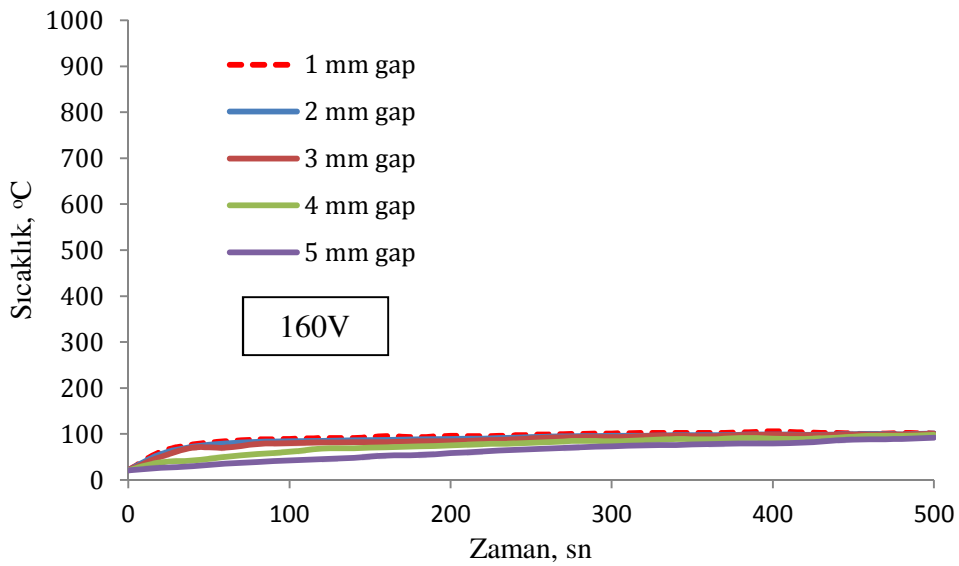
Şekil 4.17. Elektrolit sıcaklığı 21 °C (a), 30 °C (b), 40 °C (c) 50 °C (d), olan numunelere ait EPT sonrası yüzey fotoğrafları

EPT işlemi sonrasında numune yüzeyleri ve bu yüzeyde meydana getirilen karakteristik spotlara ait fotoğraf Şekil 4.17’de verilmektedir. Yüzey özellikleri bakımından en az pürüzlülük 40 °C ve 50 °C elektrolit sıcaklıklarında elde edilmiştir. Ancak EPT işlemindeki ısıtma ve hızlı soğutma özellikleri kıyaslandığında, en ideal elektrolit sıcaklığı 20 ± 2 °C olarak belirlenmiştir.

4.4.3. Anot-katot arası mesafe (Gap)

EPT işleminde elektrolitin anot bir nozul içerisinden geçirilerek katot yüzeyine temas ettirilmesi ile plazma oluşmaktadır. Dolayısı ile anot ve katot arasındaki mesafe (Gap) önem taşımaktadır. Optimum Gap mesafesinin belirlenebilmesi için 1, 2, 3, 4

ve 5 mm anot-katot aralıklarında deneyler yapılmıştır. Çalışmada AISI 1040 çeliği kullanılmış ve 160, 180, 200, 230, 260 ve 360 V gerilim uygulanmıştır. Numunelerin ısınma ve soğuma detayları alınarak optimum Gap mesafesi incelenmiştir. Sıcaklıklar plazma yüzeyine 2 mm mesafe derinlikte numune içinden ölçülmüştür. 160 V gerilim uygulanarak yapılan EPT işleminde tüm Gap mesafeleri için numunede plazma oluşmamış ve numune ısınmamıştır. Bu şartlar altında gap mesafesi değişikliği de, katot olarak bağlanan iş parçasını suyun kaynama sıcaklığı olan 100 °C ye kadar farklı sürelerde ısıtmıştır (Şekil 4.18).

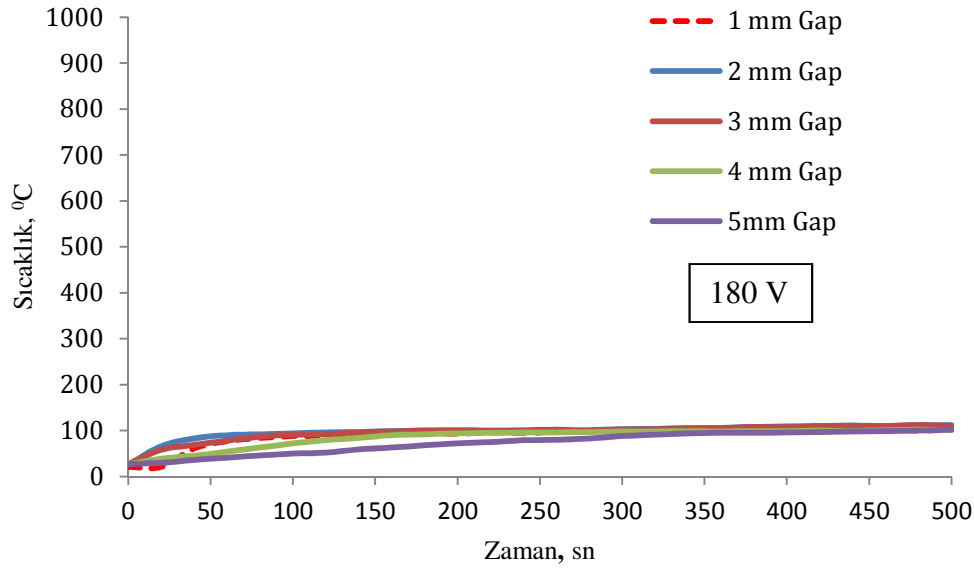


Şekil 4.18. AISI 1040 çeliğinin 160 V ve 1, 2, 3, 4, ve 5 mm gap mesafelerindeki ısınma eğrileri

Gap mesafesindeki artışın ısıtma zamanını arttırdığı kayıt edilmiştir. 1 mm gap mesafesi ile yapılan deneylerde ısıtma işleminin gerçekleşmesine karşın, elektrolitin seramik nozul ile numune altından dışarı doğru akışı esnasında düzgün bir akış elde edilememiştir. 5 mm gap mesafesinde ise ısıtma işlemi 2, 3 ve 4 mm gap mesafesine oranla daha yavaş gerçekleşmiştir.

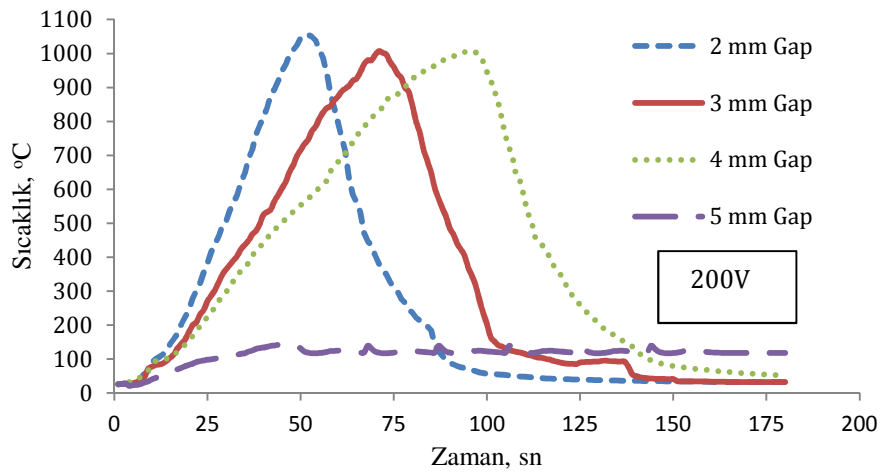
Ohmik ısıtmanın etkin olduğu ve plazmanın oluşması için gerekli kritik voltajın kırılmadığı bu deneyler her bir gap için U1 olarak tanımlanan bölgede gerçekleşmiştir. 5 mm gap değerinde elektrolit katot yüzeyini yeteri kadar ıslatamamıştır ve gerilimin uygulanması ile yüzey teması kaybolmuştur. 1 mm gap

mesafesinde ise elektrolitin akışının nozul çıkışında bozulduğu gözlemlenmiştir. Bu sebeple bu mesafeler deneysel parametreler dışında tutulmuştur.



Şekil 4.19. AISI 1040 çeliğinin 180 V ve 1, 2, 3, 4 ve 5 mm Gap mesafelerindeki ısınma eğrileri

180 Volt gerilim değerinde ise 160 V gerilime benzer davranış gözlenmiş ve plazma oluşmamış, numuneler tüm Gap mesafeleri için en fazla 110 °C'ye kadar ısıtılmıştır (Şekil 4.19). Bu durum yaptığımız deneylerle paralellik göstermektedir [13].

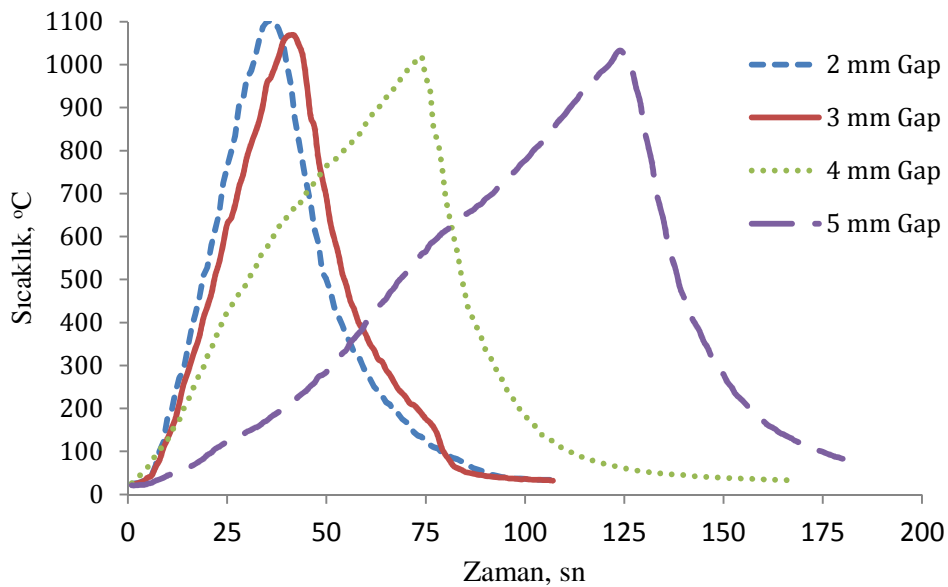


Şekil 4.20. AISI 1040 çeliğinin 200 V ve 2, 3, 4, 5 mm Gap mesafelerindeki ısınma eğrileri

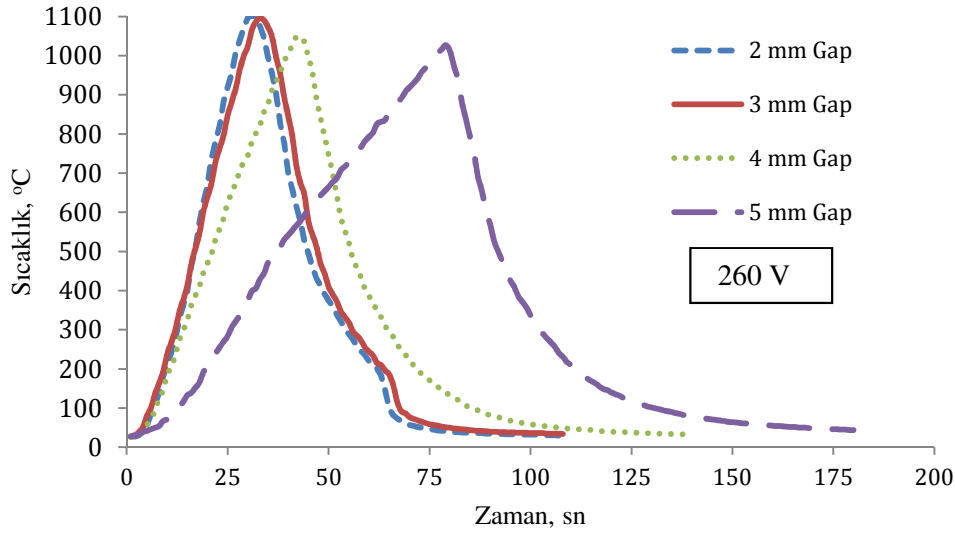
200 Volt gerilim değerinde ise 2, 3 ve 4 mm anot-katod aralıklarında ısınma meydana gelmiş olup 5 mm aralığında ısınma düşük sıcaklıklarda gerçekleşmiştir (Şekil 4.20).

1 mm gap mesafesinde düzensiz elektrolit akışı ve mesafenin çok yakın olması plazmadan çok ark oluşumlarına sebebiyet vermiş olup, bu 1 mm anot-katot mesafesinin uygun olmadığı anlaşılmıştır. Isıtma işlemi sonucunda 2, 3 ve 4 mm gap mesafeleri kullanılarak ısıtılan numuneler, sırası ile 50, 75 ve 100 saniye sürelerde numune iç sıcaklığı 1000 °C ye kadar ısınmıştır. 2 mm gap mesafesi için yapılan deneyde amper değeri 32-34 arasında, 3 mm için 28-30, 4 mm için 24-26 ve 5 mm mesafe için 15-20 A olarak ölçülmüştür. 5 mm gap mesafesi uygulanan deneylerde elektrik akım değerleri 10-30 A aralığında saçılmalar gözlenmiştir ve kısa süreli arklar oluşmasına karşın ısıtma işlemi gerçekleşmemiştir. Gap mesafesinin artması ile sistemden çekilen elektrik akımının azaldığı gözlemlenmiş olup buna karşın ısınma süresi de uzamıştır.

230 V gerilim değerinde ise 2 ve 3 mm anot-katot mesafelerinde en hızlı ısıtma gerçekleşmiştir (Şekil 4.21). Bir önceki 200 V gerilim değerinde olduğu gibi gap mesafesindeki artış akım değerinin düşmesine sebep olmuştur. 5 mm gap mesafesi için 1000 °C'ye 125 saniye içinde numuneler ısıtılabilmiştir. 5 mm gap mesafesini takiben 6 mm ve 7 mm gap mesafeleri denenmiş ancak bu mesafelerde plazma formundan ziyade kesikli kuvvetli arkların oluştuğu ve bu arklanmaların numune altındaki elektrolitin akış durgunluğunu bozduğu ve yine buna bağlı olarak sistemde çekilen elektrik akımının dalgalanmalara neden olduğu gözlemlenmiştir.



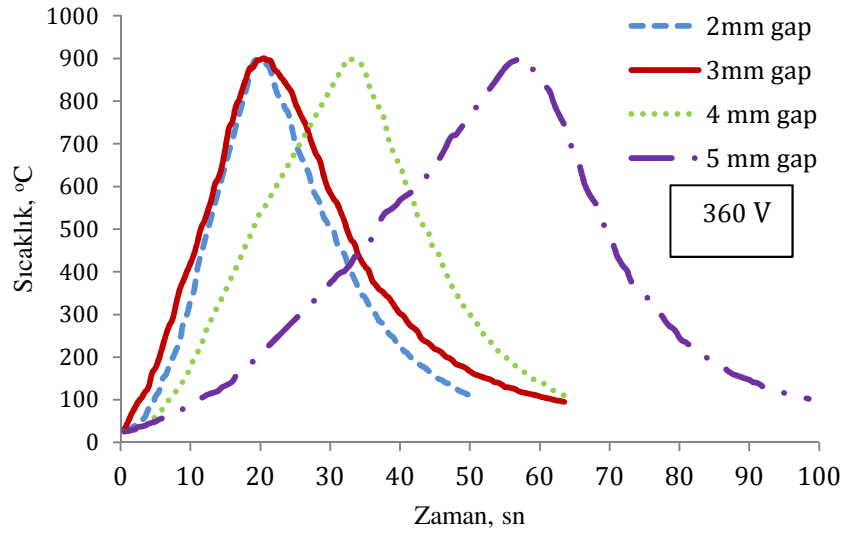
Şekil 4.21. AISI 1040 çeliğinin 230 V ve 2, 3, 4 ve 5 mm gap mesafelerindeki ısınma eğrileri



Şekil 4.22. AISI 1040 çeliğinin 260 V ve 2, 3, 4, 5 mm Gap mesafelerindeki ısınma eğrileri

Voltaj değerinin 260 volta yükseltilmesi ile, ısıtma verimi daha hızlı değerlere yükseltilmiş, numuneler; 2 ve 3 mm gap mesafesinde 30 saniyeden daha az sürelerde 1000 °C üzeri sıcaklıklara ısıtılmıştır. Sistemden çekilen akım değeri ise 2 mm gap için 38-40 amper aralığında olduğu izlenmiştir. Numuneye yerleştirilen termokupuldan alınan ölçüm sonrasında, 27 saniyede 1000 °C'ye çıktığı ve bu sıcaklıktan 13 saniye içinde 400 °C'ye soğutulduğu kayıt edilmiştir. 3 mm gap mesafesinde ise sistemden çekilen akım 32-34 A aralığında olduğu ölçülmüştür. 29 saniye içinde 1000 °C'ye çıktığı kayıt edilmiştir. 4 mm gap mesafesinde ise sistemdeki akan akımın çoğunlukla 22-26 A aralığında olduğu ölçülmüştür. 1000 °C'ye ısıtma işlemi 40 saniye sürmüştür. 5 mm gap mesafesindeki akım ise 16-22 A aralığında değişmiştir ve kısa süreli dalgalanmalar gözlenmiştir. Isıtma işlemi 80 saniye sürmüştür (Şekil 4.22). Bir sonraki çalışmada ise uygulanan gerilimin 360 V değerine çıkarılması ile nispeten yüksek gerilim değerlerindeki gap mesafesinin etkisinin anlaşılması ve ısıtma soğutma davranışının karakterize edilmesi hedeflenmiştir. 2 ve 3 mm gap mesafesindeki ısınma hızının çok yakın eğriler şeklinde olduğu gözlenmiştir. Bu gap mesafelerinde sistemden geçen akım sırası ile 50-52 ve 48-50 A aralığındaki değerler şeklinde ölçülmüştür ve 20 saniyede 900 °C iç sıcaklığa ulaşılmıştır. 4 mm gap mesafesinde 32 saniyede 900 °C sıcaklığa erişilmiştir ve sistemden çekilen akımın ortalama 30 A civarında değiştiği

gözlemlenmiştir. 5 mm gap mesafesinde ise akım yine dalgalanmalı olarak 10–30 A arasında değişiklik göstermiştir. Numune iç sıcaklığı 57 saniye sonunda 900 °C sıcaklığa erişmiştir (Şekil 4.23).



Şekil 4.23. AISI 1040 çeliğinin 360 V ve 2, 3, 4, 5 mm Gap mesafelerindeki ısınma eğrileri

Genel olarak, yapılan çalışmalar özetlenecek olursa, sisteme uygulanan gerilim 160 volt gerilimden başlayarak 360 Volta kadar artırılmış ve her bir voltaj değeri için gap mesafesinin elektrolitik plazma ısıtma-soğutma davranışına etkisi incelenmiştir. En hızlı ısıtma 360 V gerilimi uygulanan numunelerde gerçekleşmiştir. Artan voltaja bağlı olarak sistemden çekilen akım artış göstermiştir. 200 V gerilim altında sistemden 32–34 A aralığında akım çekilirken, 360 V gerilimde bu değer 50–52 A aralığına kadar yükselmiştir. 200 V gerilimin altında, gerilimin kırılma voltajı olarak bilinen ve ohmik ısıtmanın plazma oluşumuna dönüştüğü değerin altında kalması nedeni ile plazma veya ark oluşumu gözlenmemiştir.

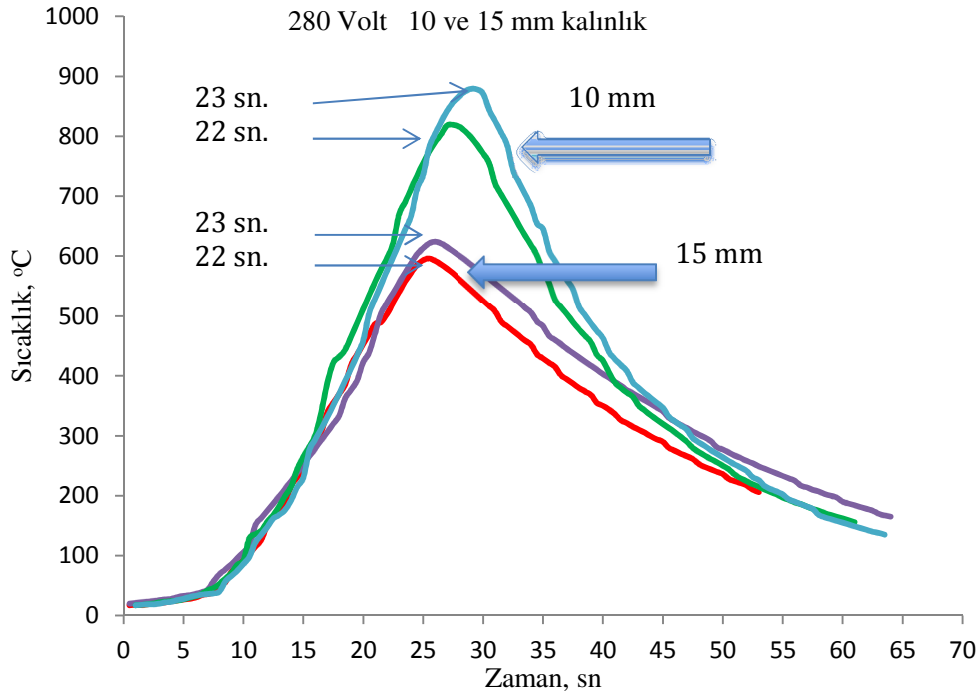
Gap mesafesi en uygun sonuç elde etme çalışmalarında ise 2 ve 3 mm gap mesafelerinde en iyi plazmanın oluştuğu ve ısıtma performansının gerçekleştiği gözlenmiştir. Gap mesafesinin artırılması ile ısıtma hızı sistemden çekilen akımın azalmasına ve düzensiz plazma arklarının oluşması nedenlerine bağlı olarak ısıtma verimi düşmüştür. Gap mesafesi değerinin 2 mm olarak seçilmesinin daha uygun olacağı kararına varılmıştır. Bununla beraber 3 mm olması durumunda da ısıtma

veriminin düşmediği tespit edilmiştir. Bu tür bir tolerans EPT'yi daha teknolojik ve ekonomik hale getirmektedir.

4.4.4. Numune kalınlığının ısıtmaya etkisi

Yukarıda bahsedilen ısıtma işlemlerine, farklı bir boyuttan bakmak adına 280 V gerilim ile çalışılan numunelerde işlem malzemesi AISI 1040 çeliği sabit kalmak şartı ile numune kalınlığı 10 mm ve 15 mm olarak seçilmiş ve ısıtma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Her iki grup numunelerde 22 ve 23 saniye süre ile işleme tabii tutulmuştur. Sistemden 42-44 A akım çekilmiştir. Şekil 4.24'den görüleceği gibi ısıtma ve soğuma eğrileri, ısıtılan malzeme kütlesine bağlı olarak yaklaşık 260 °C civarında farklılık göstermiştir.

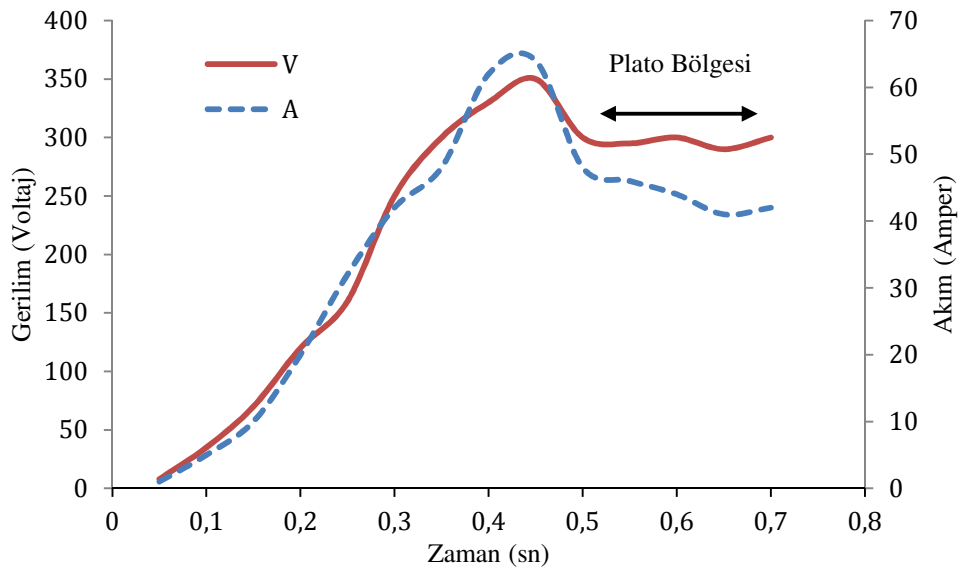
Yapılan sertlik incelemeleri sonucunda 10 mm kalınlığındaki numunelerin yüzey sertlikleri ortalama 56 HRC iken 15 mm numunelerde bu değer ortalama 56,5 olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.24. 10 mm ve 15 mm kalınlıklarındaki AISI 1040 çeliğinin 280 V, 22-23 saniye süresince kayıtlı edilen ısıtma ve soğutma eğrileri

4.4.5. Gerilim ve akım özellikleri

Şekil 4.25’de EPT sürecinde uygulanan gerilim ve akıma karşılık zaman grafiği çizilmiştir. Uygulanan voltaj değerlerindeki artışa paralel olarak akımında arttığı gözlemlenmiştir. Daha sonra akım ve gerilimde azalma gözlenmekle birlikte bir plato oluşumu meydana gelmektedir. Kararlı plazmanın oluştuğu bu bölgede akım ve voltaj paralel hareket etmektedir. İstenildiği takdirde bu davranış sayesinde numune sıcaklığı sabit tutulabilmektedir.



Şekil 4.25. AISI 1040 çeliğinin elektrolitik plazma işlemlerine ait voltaj-akım karakteristiği ve efektif plazma ısıtmanın gerçekleştiği plato bölgesi

4.5. Deneysel Cihazlar

EPT işlemleri farklı teknik özelliklerde olan iki ayrı güç kaynağı ile gerçekleştirilmiştir. Elektrolitik plazma modifikasyon işlemleri, 400 litre elektrolit kapasiteli bir tankı olan, 500 Volt (V) -100 Amper (A) gücündeki DC güç kaynağı ile manipülâtör düzeneği içerisinde gerçekleştirilmiştir. Tank sisteminde 1 adet su pompası kullanılmıştır, pompa tank içerisindeki elektroliti plazma nozuluna pompalamak için, kullanılmıştır. Katoda iletilen elektrolit tekrar tank içerisine dökülerek, sisteme dahil olmuştur. Bu şekilde aynı elektrolit sirküle edilmiştir. Numuneleri tutmak için torna tezgahı aynası kullanılmıştır. Bu şekilde hem düz numuneler hem de dairesel numuneler sabitlenirken, torna aynasının da bir redüktör

ile döndürülmesi sağlanmıştır. Bu şekilde boru, mil gibi iş parçalarının dairesel yüzeylerinin sertleştirme altyapısı hazır hale gelmiştir. Cihaz darbeli gerilim üretme olanağına sahip olmakla beraber, darbe sırasında uygulanan gerilim değerleri ve süreleri sabitlenebilmektedir.



(a)



(b)

Şekil 4.26. (a) Elektrolitik plazma cihazı güç ünitesi ve elektrolit tankı (DC 500Volt - 100Amper), (b) (DC 600V-35A Varyak Kontrollü Cihaz)

Elektrolitik plazma difüzyon işlemleri ise; Alnal firmasına ürettirdiğimiz varyak kontrollü DC 600V-35 A güç kapasiteli cihaz ile yapılmıştır. Bu cihazda güç kontrolü manuel olarak sağlanmış, böylece EPT işlemine dair gerilim-akım-elektrolit ilişkileri daha net bir şekilde anlaşılmıştır. Elektrolitik plazma cihazları ve sistemine ait fotoğraflar Şekil 4.26. (a) ve (b)'de verilmektedir.

4.6. Metalografik Çalışmalar

Elektrolitik plazma ile yüzeyleri modifiye edilmiş numunelerin, merkezlerinden kesme cihazı (Discotom 6) ile hassas biçimde kesilmiş ve kesit incelemesi yapılmak amacıyla bakalite alınmıştır. Bakalite alınan numuneler standart numune hazırlama yöntemlerine uygun olarak sırasıyla 120, 240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200 mesh zımparalama kademelerinden geçirilmiştir. Daha sonra numuneler, 3 µm elmas pasta ile parlatılmıştır. Metalografik çalışmalarda DAP-3 Struers model numune zımparalama ve parlatma cihazı kullanılmıştır.

4.6.1. Optik mikroskop çalışmaları

Metalografik olarak hazırlanan numuneler %3 nital dağlayıcısı ile dağlanmış ve Nikon Eclipse L150/150A model optik mikroskopla farklı büyütmelerde fotoğrafları çekilmiştir. Makro düzeydeki görüntüler ise Leica MZ7.5 stereo mikroskop ile elde edilmiştir. Ayrıca ostenit tane boyutu incelemeleri yapmak için, farklı dağlayıcılar kullanılarak mikroyapı incelenmiştir. Etil alkolle yüzeyi temizlenip, sıcak hava ile kurutulan numuneler %5 HF, %60 HCl, %30 Nitrik asit, %5 distile su karışımı ile 5 saniye süresince dağlanmış ve alkolle yıkanıp 35-40 °C'de manyetik karıştırıcı ile karıştırılan doymuş pikrik asit+alkol+sodyum dedosil sulfonate çözeltisine atılıp 1 ile 10 dakika aralığında bekletilip incelenmiştir. Bu işlemler neticesinde ostenit tane sınırları ortaya çıkarılmıştır.

4.7. Sertlik Ölçümleri

Metalografik olarak hazırlanan numunelerin FutureTech marka mikrosertlik cihazında farklı yükler altında 15 sn. süre ile mikro sertlik değerleri alınmıştır.

Mikrosertlik deęerleri sıra sertlik biçiminde olup, modifikasyon tabakasından çekirdeęe doęru farklı aralıklarla taranmıştır. Her bir sertlik deęeri, numune üzerinde 3 farklı bölgeden elde edilmiş üç deęerin ortalaması alınarak bulunmuştur. Rockwell C sertlik deęerleri ise Bulut makine imalatı olan BMS 200-RB cihazı ile elmas uç kullanılarak 150 kg altında 15 saniye uygulama süresince elde edilmiştir.

4.8. X-Işını Analizleri

Üretilen numuneler kesme işlemine tabi tutulmadan önce X-ışını analiz çalışmaları yapılmıştır. Rigaku XRD D/Max/2200/PC ve Siemens D5000 modeli X-ışını cihazları kullanılmıştır. Ayrıca yüzeye farklı açılarla da (Glancing Angle) X ışını gönderilerek incelemeler yapılmıştır. Glancing angle ve detaylı X ışını ölçümleri İngiltere Sheffield Üniversitesi, Mühendislik Malzemeler departmanı Yüzey mühendisliği laboratuvarlarında yapılmıştır.

4.9. Elektrolit ve Özellikleri

Elektrolitin fiziksel ve kimyasal özelliklerini tayin etmek için Pt-1000 sıcaklık probu ile ölçüm yapan, 100 Hz ile 10 kHz arasında frekans aralığı olan, Elmetron CX-401 markalı portatif cihaz kullanılmıştır.

4.10. SEM-EDS Analizleri

Modifiye edilen katmanlar ile bu katmalara ait kesit görüntüleri, aşınma deneyleri sonrasında meydana gelen aşınma izlerine dair incelemeler, Jeol-6600 (SAU) ve Philips X L 30 Feg Apollo SDD markalı SEM cihazı (GYTE) ile yapılmıştır.

4.11. Glow Deşarj Optik Emisyon Spektroskopi(GDOES)

Bazı numunelerin yüzeyden çekirdeęe doęru elementel analizleri Horiba GD-ProfilerT HR instrument cihazı ile yapılmıştır. İncelemeler Sheffield Üniversitesi, Sorby Nano Investigation Merkezinde yapılmıştır.

4.12. Yüzey Pürüzlülük İncelemeleri

Yüzey pürüzlülük ve aşınma izi derinlik ve geometrisi Dektak 3ST yüzey profilometresi ile 12.5 µm yarıçaplı stylus kullanılarak ölçülmüştür. İncelemeler Sheffield Üniversitesi, Yüzey laboratuvarı ve Sakarya üniversitesi laboratuvarında yapılmıştır.

4.13. Aşınma Deneyleri

Çizgisel (lineer) aşınma yöntemi uygulanmıştır. Aşınma deneylerinde 10 mm çapında alümina bilye kullanılmış ve uygulanan frekans 4 Hz, genlik ise 10 mm olarak belirlenmiştir. Yük olarak 5 N-30 N aralığında olmak üzere farklı yükler seçilirken deney süreleri 30 dakika ile 240 dakika aralığında uygulanmıştır. Her deneyden önce ve sonra hem aşındırıcı bilye hem de numuneler alkol içerisinde ultrasonik olarak temizlenmiştir. Deney esnasında aşındırıcı bilyenin yönü her deney için çevrilirken deneyler sırasında ortalama sıcaklık 20-22 °C olarak ölçülmüştür. Aşınma deneyleri ve yüzey profil ölçümleri, Sheffield Üniversitesi Yüzey Mühendisliği ve Sakarya Üniversitesi Mekanik Test laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

Difüzyon deneyleri sonrasında ise, 1-3 N yük ile 100 metre ile 1200 metre mesafelerde aşınma deneyleri yapılmıştır. Ağırlık kayıpları ölçülmüş, aşınma izleri SEM-EDS ile incelenmiştir. Aşınma deneyleri CSM marka aşınma cihazı ile yapılmıştır.

4.14. Korozyon Deneyleri

Elektrolitik plazma ile modifiye edilmiş numuneler ve işlem görmemiş numuneler Açık-Devre potansiyeli ve potansiyodinamik polarizasyon testlerine tabi tutulmuştur. Elektrokimyasal testler Solartron 1286 potansiyostat-galvanostat cihazı ile ölçülmüştür. Deneyler ASTM G 61 standardına göre hazırlanan %3,56 (ağ.) NaCl içeren suda, hücre içerisine sürekli hava üflenerek gerçekleştirilmiştir. Polarizasyon voltajı -0,5 ile +1,5 V aralığında olup. Süpürme hızı 1.167 mV/s SCE (Saturated

calomel electrode) deęerlerinde uygulanmıřtır. Sonuların analizinde CorrView yazılımı kullanılmıřtır. Deneyler Sheffield niversitesi, Yzey Mhendislięi laboratuvarında yapılmıřtır.

4.15. Sıcaklık lmleri

Sıcaklık verileri 100 milisaniye aralıklarla Pico USB TC-08 Temperature data logger cihazı ile bilgisayara aktarılmıř ve Picolog data toplama yazılımı ile analiz edilmiřtir.

Veri toplama amacı ile 3 mm apında 200 mm uzunluęunda olan mineral izoleli K tipi termokupllar kullanılmıřtır. Ayrıca numune yan yzey sıcaklıkları Impac dijital tařınabilir model infraterm pirometre ile llmřtr.

BÖLÜM 5. DENEYSEL SONUÇLAR

5.1. Giriş

Çalışma programı uyarınca hazırlanmış ve kimyasal analizleri Tablo 4.1. de verilen deneysel numunelere ait başlangıç sertlik özellikleri Tablo 5.1’de verilmektedir.

5.2. Deneysel Numunelerin İşlemsiz Haldeki Sertlik Değerleri

Bu bölümde elektrolitik plazma sertleştirme çalışmalarına ait veriler verilmektedir. Tablo 5.1. Deneysel numunelerin işlemsiz sertlik değerlerini göstermektedir.

Tablo 5.1. Elektrolitik plazma işlemi öncesi deneysel numunelere ait sertlik değerleri

Deneysel Numune	Sertlik (HBN)	Sertlik (HRC)	Sertlik (HV)
AISI 1040	170-190	-	190-224
AISI 4140	210-220	10	220-260
1.2333	215-225	10-12	230-265
AISI 316 L	-	-	183

5.3. Elektrolitik Plazma Sertleştirme İşlemlerine Ait Veriler

Uygulanan farklı voltaj değerlerindeki değişime bağlı olarak numunelere plazma yüzeyine 2 mm mesafe kalacak şekilde takılan termokupllardan ölçülen sıcaklıklar verilmektedir. Paralel olarak voltaj değerlerinin sabit tutulması ile EPT işlem süreleri değiştirilerek, işlem zaman aralığı belirlenmiştir. Uygulanan gerilim ve EPT süresine bağlı olarak hem numune yüzey sertlik hem de kesit mikro sertlik derinlikleri ölçülerek kayıt edilmiştir. Deneysel numunelere gerçekleştirilen diğer, tüm test sonuçları, EPT işlemleri ve diğer yöntemlerin mukayese sonuçları, proseslerle ilgili SEM-EDS, XRD, Sürtünme Katsayısı, Aşınma oranı, Elektrolitik plazma proses parametreleri bu bölüm içinde verilmektedir.

5.3.1. AISI 1040 çeliği

AISI 1040 çeliğinin sertleştirme işlemlerine ait çalışma tablosu ve sertlik sonuçları Tablo 5.2.'de verilmektedir.

Tablo 5.2. Elektrolitik plazma sertleştirme proses ve sertlik verileri

Numune No	Voltaj (V)	Akım (A)	Sıcaklık (° C)	Süre (sn.)	Sertlik (HRC)
1	200	32-34	275	21	10
2	200	32-34	400	25	38-45*
3	200	32-34	550	29	55
4	200	32-34	700	36	56
5	200	32-34	925	44	55
6	200	32-34	1000	47	49
7	280	40-44	800	22	55.5
8	280	40-44	850	23	55.4
9	280	40-44	900	24	55.2
10	300	42-45	350	14	48-52**
11	300	42-45	465	16	55
12	300	42-45	550	18	57.5
13	300	42-45	685	20	56.7
14	300	42-45	765	21	56
15	300	42-45	810	22	55.6
16	300	42-45	860	23	55.6
17	300	42-45	925	24	55.2
18	300	42-45	985	25	50
19	320	43-48	500	15	55
20	320	43-48	550	16	55.5
21	320	43-48	700	17	55.6
22	320	43-48	800	18	55.7
23	340	46-50	600	15	55.5
24	340	46-50	700	16	55.7
25	360	48-52	575	13	56
26	360	48-52	625	14	55.7
27	360	48-52	725	16	55.6
28	360	48-52	900	18	55.2

Not: * 38 ila 45 HRC gibi farklı sertlik değerleri arasında ölçüldü

** 48 ila 52 HRC gibi farklı sertlik değerleri arasında ölçüldü

Deneyler 2 mm gap mesafesinde gerçekleştirilmiştir.

Farklı gerilim değerlerine bağlı olarak sertleştirilme sonucunda, sertleştirilen bölgeye dik olarak uygulanan mikro sertlik değerleri Tablo 5.3. de verilmektedir.

Tablo 5.3. Elektrolitik plazma sertleştirme mikro sertlik ve sertlik derinliği verileri (AISI 1040)

GERILIM	SÜRE, sn	SERTLIK, HV																		
		50	500	1000	1500	2000	2500	3000	3500	4000	4500	5000	5500	6000	6500	7000	7500	8000	8500	9000
Mesafe, µm	→																			
200 V	21	293	243	215	205	200	199	203	208	211	205	207	206	205	205	200	200	203	204	203
	25	480	400	223	239	223	227	215	220	220	220	220	215	223	208	209	210	215	214	218
	29	790	755	673	662	531	365	355	297	223	220	231	250	250	247	260	250	255	240	230
	36	799	778	648	612	599	428	392	390	379	327	340	297	325	288	300	290	284	324	300
	44	*	741	689	671	632	647	595	630	654	627	635	609	665	680	537	528	523	528	540
	47	*	721	720	657	681	662	694	672	635	698	658	670	686	708	668	669	680	639	639
280 V	22	749,5	725	712	678	635	615	574	498	456	370	348	333	318	275	264	260	257	256	258
	23	735	658	642	638	600	578	568	552	560	530	520	470	400	365	340	310	265	240	225
	24	686	712	700	665	675	650	641	615	602	598	635	612	547	485	500	420	386	351	345
300 V	14	380	330	245	220	215	210	212	210	213	210	215	215	212	209	214	218	210	210	212
	16	563	513	356	274	226	218	225	218	225	219	217	216	218	213	214	215	213	214	210
	18	775	737	712	640	581	530	312	300	277	245	225	222	220	218	221	220	215	214	220
	20	775	763	657	615	576	428	440	390	368	324	336	300	296	267	274	269	275	269	274
	21	712	730	700	650	635	640	589	512	523	452	423	412	400	368	375	368	365	390	351
	22	*	680	708	695	656	635	640	610	600	536	540	538	575	542	530	502	489	523	500
	23	*	650	680	685	641	630	645	622	645	615	610	580	590	556	562	526	524	513	520
	24	*	680	660	658	630	620	600	600	589	623	614	623	625	610	620	580	556	552	530
	25	*	730	700	680	680	700	668	660	650	640	674	650	680	680	647	638	670	645	600
320 V	15	745	687	624	546	479	456	415	354	245	235	245	242	210	200	205	208	209	211	210
	16	730	700	650	615	550	500	400	345	290	280	280	260	245	215	225	215	230	220	215
	17	724	700	680	660	605	580	545	498	468	425	425	400	415	400	390	360	380	356	360
	18	*	668	679	700	668	650	650	640	620	580	536	545	545	556	540	550	500	521	498
340 V	15	740	720	685	660	650	580	520	480	350	300	300	280	260	250	240	220	220	220	215
	16	720	700	690	680	678	621	603	513	435	412	356	324	315	325	345	300	285	245	234
360 V	13	727	729	720	707	665	594	543	410	349	308	286	261	262	260	263	263	250	240	215
	14	745	720	710	689	650	621	548	486	400	356	312	290	265	251	235	231	225	230	215
	16	715	689	702	656	612	598	600	554	506	465	452	395	345	386	388	354	365	341	350
	18	*	656	684	698	715	685	645	632	600	578	569	565	555	524	515	456	468	498	465

* Ölçüm alınmamıştır

5.3.2. AISI 4140 çeliği

5.3.2.1 Sabit voltaj altında elektrolitik plazma sertleştirme

4140 çeliği için uygulanmış EPT işlemleri Tablo 5.4. ve Tablo 5.5.'de verilmektedir.

Tablo 5.4. Uygulanan voltaj ve ısıtma süresine bağlı ısıtma çalışmaları (2 mm gap)

Numune	Voltaj (V)	Süre(sn)	T1	T2	HRCMax	HRCort	D(mm)	H(mm)
1	260	16	423	209	57	56,3	24,5	2,5
2	260	19	588	262	58	56,75	24,6	3,1
3	260	22	642	298	58	56	24,75	3,75
4	260	25	740	331	57	56,3	25,2	4,3
5	260	28	786	346	58	56,8	27,5	5
6	300	6	120	97	11	9	0	0
7	300	8	228	160	11	9	0	0
8	300	10	300	200	11	9	0	0
9	300	12	350	227	12	9	0	0
10	300	15	424	284	12	11	5	2,2
11	300	18	583	372	59	58	29	3,6
12	300	20	676	402	56	53	30	6,7
13	300	21	710	432	59	54	30,8	6,9
14	300	22	750	500	58	56	31,5	7,1
15	300	23	776	516	57	54,3	32	7,4
16	300	24	825	545	57	54	33	7,7
17	300	25	900	630	54	52,8	34	8
18	320	6	170	158	11	10	0	0
19	320	9	310	237	40	25	6	0,8
20	320	12	430	294	60	56	25	1,5
21 (20 mm)	320	13	485	297	62	58,8	26	2
22	320	13	326	235	54	48	22	1
23	320	14	505	304	56	54,25	26,8	4
24	320	15	540	322	59	56,16	29	5
25	320	16	630	450	58	56,65	29,5	6
26	320	17	708	530	59	56,8	30	6,5
27	320	18	750	590	57	56,16	31	7

Burada T1 merkez ve T2 merkezden 16 mm ötelenmiş deliklerdeki termokupul sıcaklıklarını göstermektedir. “D” ve “H” değerleri sırası ile plazma ile ısı tesiri altında mikroyapısal değişim gösteren bölgenin çapını ve derinliğini göstermektedir.

Tablo 5.5. AISI 4140 çeliği sabit voltaj işlemleri sertlik derinlikleri

GERİLİM	SÜRE, Sn	SERTLİK, HV																				
		Mesafe (µm)	0	500	1000	1500	2000	2500	3000	3500	4000	4500	5000	5500	6000	6500	7000	7500	8000	8500	9000	
260V	16sn	676	693	735	684	624	285	243	236	225	225	226	224	223	228	224	224	220	215	215	215	
	19sn	670	710	725	700	640	480	400	238	230	227,5	228	227	224	229	229,5	225	222,5	222,5	222,5	222,5	
	22sn	654	715	750	710	630	540	518	238	235	230	230	230	225	230	235	230	230	230	230	230	230
	25sn	620	722	685	628	627	619	590	520	478	280	212	220	220	230	225	225	225	235	230	230	225
	28sn	627	722	670	638	618	610	567	553	518	457	300	220	226	230	225	228	226	226	228	228	230
	6sn	224	223	234	221	213	214	218	212	221	213	214	218	212	221	213	214	214	218	212	212	210
	8sn	235	214	225	232	222	216	224	220	213	210	224	217	200	208	224	217	200	208	208	208	213
	10sn	217	216	218	210	220	214	216	224	216	218	210	220	214	216	216	216	218	210	220	220	214
12sn	238	234	223	214	212	200	204	222	213	223	222	224	219	200	204	222	213	223	223	223	222	
15sn	645	587	530	503	438	363	279	226	230	216	224	218	213	224	218	213	224	213	224	218	213	
18sn	677	717	652	674	659	568	551	463	247	213	205	217	201	205	223	214	224	224	223	223	225	
20sn	664,5	585	555	565	543	454	445	448	419	398	382	369	359	256	225	226	224	224	220	220	218	
21sn	682	600	625	634	635	560	587	558	551	530	520	474	391	359	355	306	259	230	230	223	223	
22sn	693	660	647	660	634	600	615	586	578	580	549	490	395	335	276	263	245	225	225	215	215	
23sn	735,4	722	745	740	700	680	670	660	690	677	653	589	549	525	488	402	325	319	293	293	293	
24sn	705,2	720	715	708	680	680	638,5	650	660	650,5	636,5	600,5	570	542,5	500	450	355,5	340	319	319	319	
25sn	675	700	710	667	670	645	647	625	630	624	620	612	547	560	540	458	386	351	345	345	345	
320V	6sn	221	218	219	223	218	217	230	225	227	214	217	218	213	223	218	217	216	221	221	209	
	9sn	771	614	535	217	212	206	204	220	214	219	228	210	216	208	211	213	201	217	217	219	
	12sn	704	771	711	541	257	237	226	231	210	226	220	217	211	218	210	214	223	206	206	208	
	13sn	688	709	706	649	622	518	278	223	215	212	226	219	202	210	226	219	202	210	210	215	
	14sn	645,2	694	744	685	636	545	462	384	210	215	212	214	219	217	217	215	217	219	219	220	
	15sn	688	667	666	659	611	631	587	554	559	488	345	239	223	220	217	215	210	220	220	219	
	16sn	642,5	722	706	672,5	622,5	581,5	543,5	491	418	368	240	230	235,5	231	230	227	219	224,5	224,5	229	
	17sn	632	680	668	620	580	574	556	550	548	541	532	430	232	225	220	220	217	218	218	215	
18sn	700	700	696	688	684	660	644	650	672	610	547	510	491	480	317	248	232	225	225	223		

Plazma işleminde gerilimin kesilmesi ile su verilmiş, su verme sıcaklığından itibaren Ms 331-343 °C (Martenzit Başlangıç) aralığında ve Mf 218.3 °C - 227 °C (Martenzit Bitiş) sıcaklıklarına 10 ve 20 saniye sürelerinde erişilmiştir [39,98-100].

Numunelere uygulanan gerilim voltajı, 260 volttan 320 volta kadar farklı değerlerde artırılmış ve sonuçlar zamana bağlı olarak ısınma ve soğuma eğrisi şeklinde tespit edilmiştir. Sistemden çekilen akım sırası ile 260 V için 40-42, 300 V için 48-50 ve 320 V için ise 50-52 aralığında olduğu tespit edilmiştir.

5.3.2.2. Darbeli gerilim ile elektrolitik plazma sertleştirme

Darbeli gerilim formunda gerçekleştirilen EPT işlemlerine ait sonuçlar Tablo 5.6 ve Tablo 5.7’de verilmektedir.

Tablo 5.6. AISI 4140 çeliğinin darbeli voltaj ile EPT sertleştirme işlemleri ve sonuçları

Numune No	En yüksek Sertlik	Ortalama Sertlik	Toplam süre	Merkez Sıcaklık	Pirometre Sıcaklık
EPT 1	11	9	6 sn	150 °C	ölçülemedi
EPT 2	13	9	12 sn	350 °C	ölçülemedi
EPT 3	49	47,6	18 sn	525 °C	ölçülemedi
EPT 4	59	56,16	24 sn	630 °C	406 °C
EPT 5	58	55,12	30 sn	900 °C	590 °C
EPT 6	58	53,4	36 sn	1050 °C	720 °C
EPT 7	57	52,6	42sn	1185 °C	785 °C
EPT 7(20mm)	58	55	42sn	720°C	570°C
EPT 7(30mm)	57	54	42 sn	-	476°C

Tablo 5.7. AISI 4140 çeliğinin darbeli voltaj işlemleri sertlik derinlikleri

Mesafe (µm)	SERTLİK, HV						
	EPT 1	EPT 2	EPT 3	EPT 4	EPT 5	EPT 6	EPT 7
50	200	601	782	736	710	698	665
250	220	635	795	761	721	749	687
500	233	464	785	725	708	647	697
1000	224	245	653	756	698	680	665
1500	234	230	648	705	701	646	678
2000	233	211	594	671	692	674	696
2500	235	215	428	634	706	703	689
3000	230	233	222	577	703	677	710
3500	238	224	226	450	698	679	723
4000	256	234	212	346	694	703	678

Tablo 5.7. AISI 4140 çeliğinin darbeli voltaj işlemleri sertlik derinlikleri (Devam)

4500	247	233	220	221	688	689	697
5000	227	235	214	214	686	702	702
5500	211	230	209	197	678	678	692
6000	215	211	220	205	670	666	678
6500	233	215	214	221	567	680	694
7000	224	233	209	214	507	687	703
7500	234	224	220	197	523	666	698
8000	233	234	214	205	532	643	675
8500	235	233	209	210	535	654	684
9000	230	235	210	205	557	665	688

5.3.2.3. İndüksiyon ile sertleştirme çalışmaları

İndüksiyonla sertleştirme işlemi deney sonuçları Tablo 5.8 ve 5.9'da verilmektedir.

Tablo 5.8. AISI 4140 çeliğinin indüksiyonla sertleştirme işlemleri ve sonuçları

Numune	Süre(sn)	Frekans kHz	Akım (A)	Çıkış Gücü	HRC Maks.	HRC ort
İs-1	8	280	60	35 kW	59	57,1
İs-2	9	280	60	35 kW	59	57,05
İs-3	11	280	60	35 kW	59	57,55
İs-4	12	280	60	35 kW	58	56,9
İs-5	14	280	60	35 kW	57	56,25

*Numunenin ısıtma-su verme yüzeyinde çatlaklar oluşmuştur.

Tablo 5.9. AISI 4140 çeliğinin indüksiyonla sertleştirme işlemleri ve sonuçları

Mesafe (µm)	İs1- 8 sn	İs2- 9 sn	İs3- 11 sn	İs4- 12 sn	İs5- 14 sn
50	680	639	670	735	562
500	660	730	688	648	577
1000	570	569	634	625	615
1500	504	474	551	643	708
2000	264	235	553	654	746
2500	237	234	530	589	696
3000	224	230	436	424	675
3500	225	230	336	321	650
4000	229	230	305	254	594
4500	231	233	230	237	560
5000	228	230	225	230	438
5500	230	220	226	230	345
6000	232	220	227	230	321
6500	235	222	222	230	304
7000	218	225	231	230	286
7500	224	230	219	230	281
8000	224	230	224	230	275
8500	231	230	220	230	265

5.3.3. 1.2333 çeliğinin darbeleri gerilimler altında sertleştirme işlemleri

Tablo 5.10. 1.2333 darbeleri gerilim ile EPT işlemleri ve merkezlerinden ölçülen sıcaklık sonuçları

Numune No	Voltaj Rejimi	İşlem Süresi	Isıtma Gerilimi	Bekletme Gerilimi	Numune Sıcaklığı ⁰ C
EPT1	3i3p1c	6 sn	320 V	250 V	165
EPT2	3i3p2c	12 sn	320 V	250 V	305
EPT3	3i3p3c	18 sn	320 V	250 V	420
EPT4	3i3p4c	24 sn	320 V	250 V	670
EPT5	3i3p5c	30 sn	320 V	250 V	950
EPT6	3i3p6c	36 sn	320 V	250 V	1070
EPT7	1i5p6c	36 sn	320 V	250 V	725
EPT8	2i4p6c	36 sn	320 V	250 V	950

5.3.3.1. 1.2333 çeliği aşınma deneyi sonuçları

Elektrolitik plazma sertleştirme uygulanan numunelere yapılan aşınma (reciprocating) deneyleri sonrasında aşınma izi incelemeleri aşağıdaki tablolarda verilmektedir.

Tablo 5.11. EPT işlemleri sonrası 1.2333 çeliği aşınma deneyi ölçüm sonuçları

İşlem Kodu	Aşınma Kaybı (mm) ³	Yük	Yol(m)	Zaman Dk.	Bilya
İşlemsiz	0,26	10N	180	30	Al ₂ O ₃
EPT 1	0,182-0,183	10N	180	30	Al ₂ O ₃
EPT 2	0,182	10N	180	30	Al ₂ O ₃
EPT 3	0,09367	10N	180	30	Al ₂ O ₃
EPT 4	0,075	10N	180	30	Al ₂ O ₃
EPT 5	0,038-0,04	10N	180	30	Al ₂ O ₃
EPT 6	0,045	10N	180	30	Al ₂ O ₃

Tablo 5.12. 1.2333 çeliği aşınma deneyi sonrası aşınma izi ölçüm sonuçları (EPT 3)

İz Kodu	Ra(µm)	Alan (µm) ²	Yük	Zaman Dk.	Bilya
A	3.82	9702.67	10N	30	Al ₂ O ₃
B	9.20	32895.00	10N	120	Al ₂ O ₃
C	5.83	17972.00	10N	60	Al ₂ O ₃
D	4.59	19493.67	10N	30	Al ₂ O ₃
E	5.29	25015.67	10N	30	Al ₂ O ₃

Tablo 5.13. 1.2333 çeliği aşınma deneyi sonrası aşınma izi ölçüm sonuçları (EPT 5)

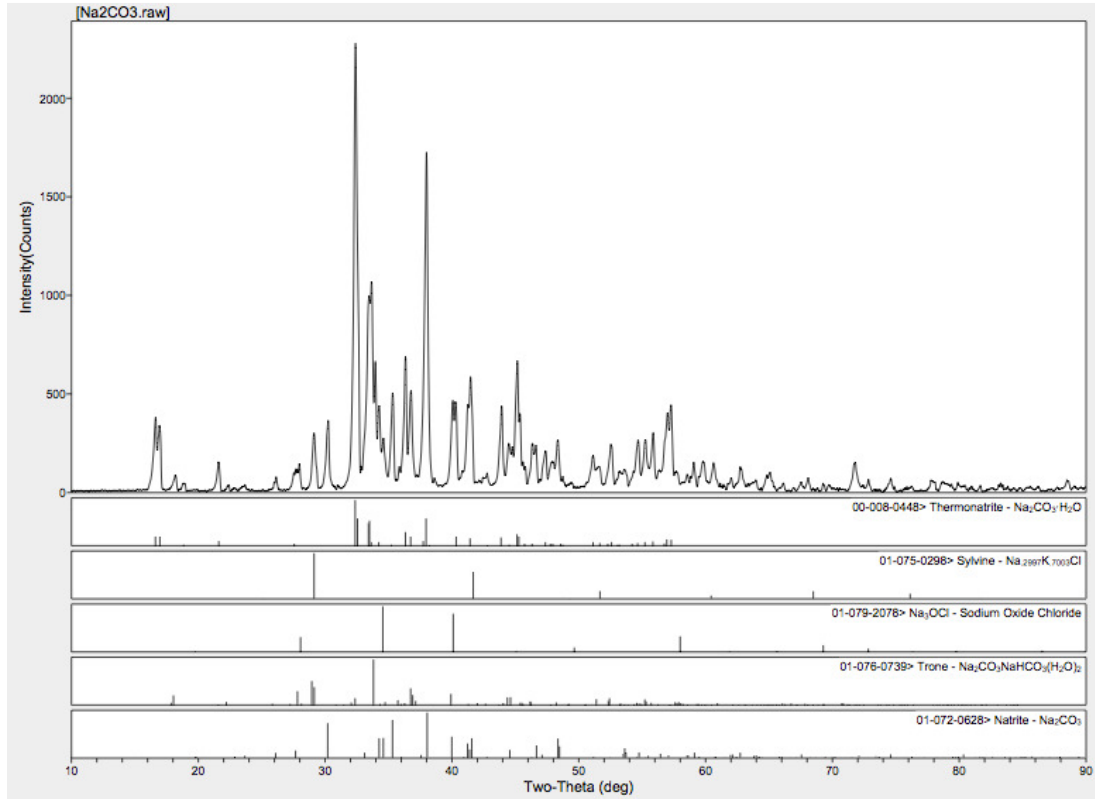
İz Kodu	Ra (μm)	Alan (μm^2)	Yük	Zaman	Bilya
A	1.86	3846.33	10N	30 Dak.	Al ₂ O ₃
B	6.51	17853.67	10N	120 Dak.	Al ₂ O ₃
C	2.32	9498.67	30N	30 Dak.	Al ₂ O ₃
D	1.40	1985.67	5 N	30 Dak.	Al ₂ O ₃
E	4.30	9387.33	10N	60 Dak.	Al ₂ O ₃

5.4. Elektrolitik Plazma Difüzyon Deney Sonuçları (AISI 316 L P.Çelik)

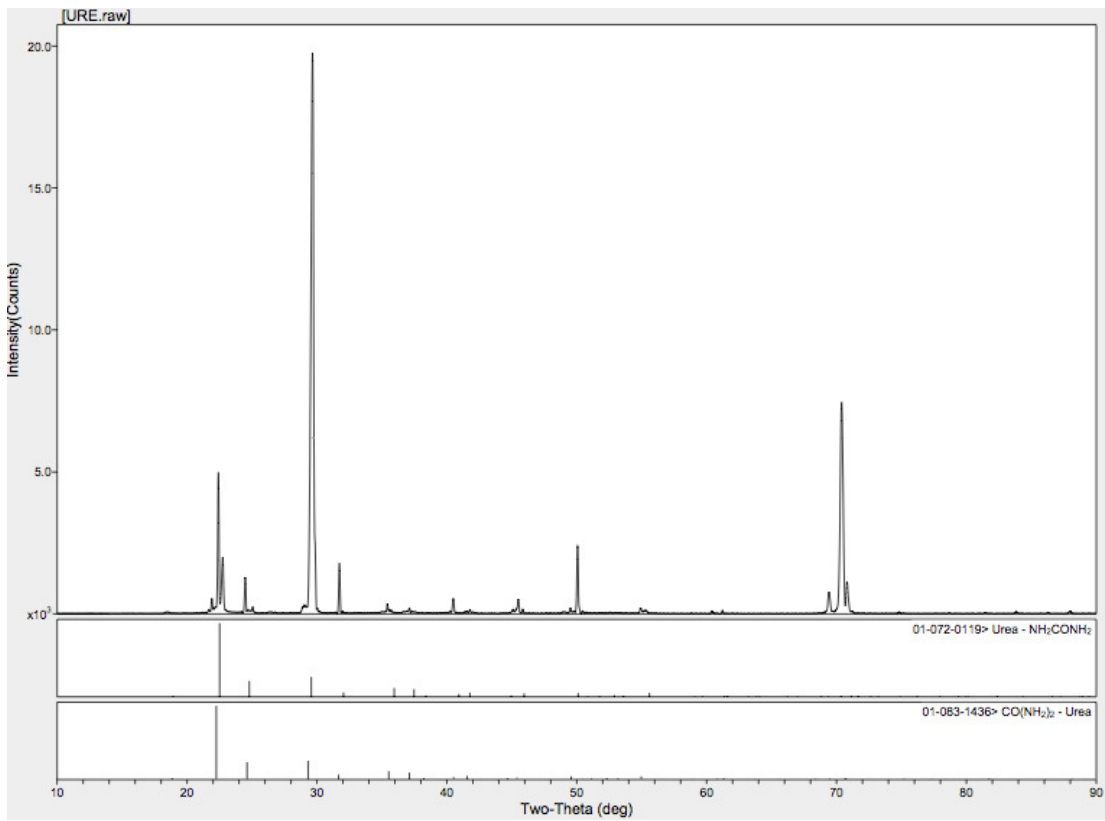
Tablo 5.14. Difüzyon tuzlarına ait EDS analizleri

Çözelti Tuzu	Elt.	Şiddet (c/s)	Atomik%	Ağırlıkça%
Sodyum Karbonat	C	75.88	31.790	23.740
	O	227.25	48.868	48.612
	Na	283.33	19.342	27.648
			100.000	100.000
H ₂ N-CO-NH ₂	C	231.18	23.132	19.516
	N	160.19	42.172	41.491
	O	111.11	34.696	38.993
			100.000	100.000
NH ₄ NO ₃	N	258.97	35.874	32.580
	O	260.83	63.497	65.871
	S	5.43	0.103	0.214
	Cl	4.83	0.087	0.200
	K	5.07	0.088	0.224
	Ca	19.94	0.351	0.912
		100.000	100.000	
H ₃ BO ₃ Na ₂ B ₄ O ₇ KCl Mo	B	13.88	0.000	0.000
	C	36.81	20.365	15.169
	O	270.97	74.789	74.204
	Na	4.92	0.597	0.851
	Cl	72.59	2.445	5.374
	K	52.80	1.796	4.354
	Mo	0.31	0.008	0.047
			100.000	100.000

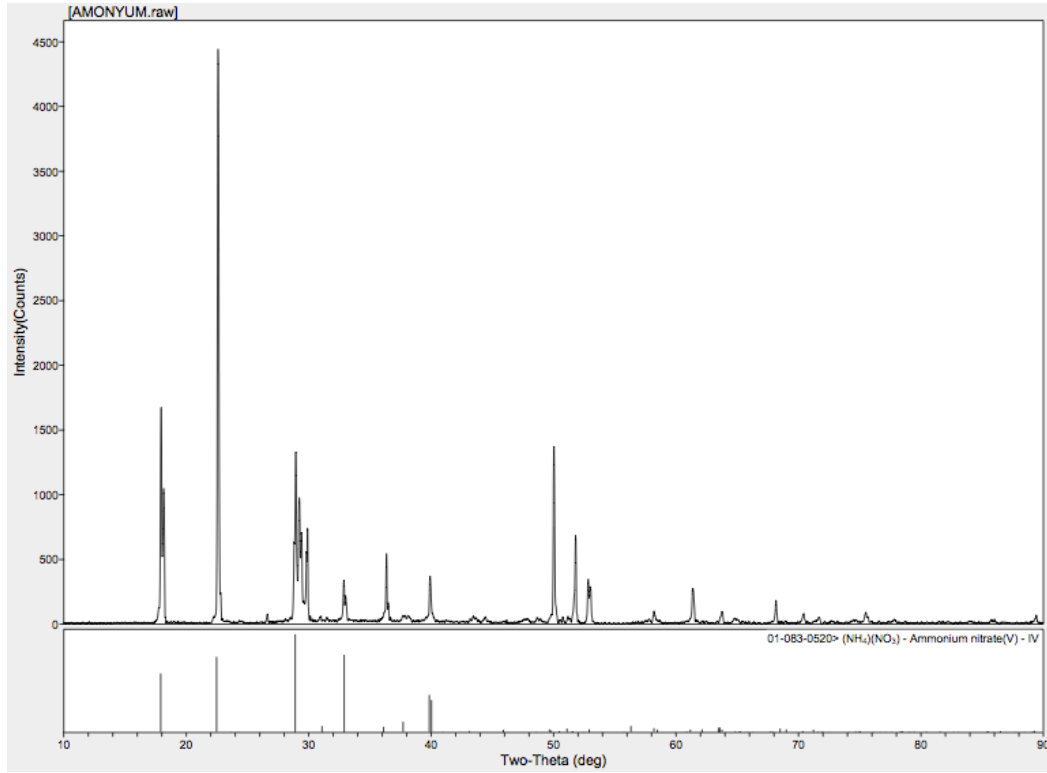
Elektrolitik plazma difüzyon işlemlerinde, en önemli proses değişkeni çözeltiliye ilave edilen kimyasallardır. Bu kimyasallara ait analiz (EDS) Tablo 5.14’de verilmektedir. Ayrıca her bir difüzyon tuzu için XRD incelemesi uygulanmıştır, XRD analiz sonuçları Şekil 5.1, Şekil 5.2, Şekil 5.3 ve Şekil 5.4’de verilmektedir. SEM –EDS ve XRD analizleri sonucunda, sodyum karbonat tozunda (Natrit, Trone), H₂N-CO-NH₂ tozunda (Urea), NH₄NO₃ tozunda (Ammonium nitrate), H₃BO₃ tozunda (Sassolite, Sylvite, Borik Asit) mineralleri, sodyum tetra borat ve potasyum klorür tuzları ve molibden elementinin varlığı belirlenmiştir.



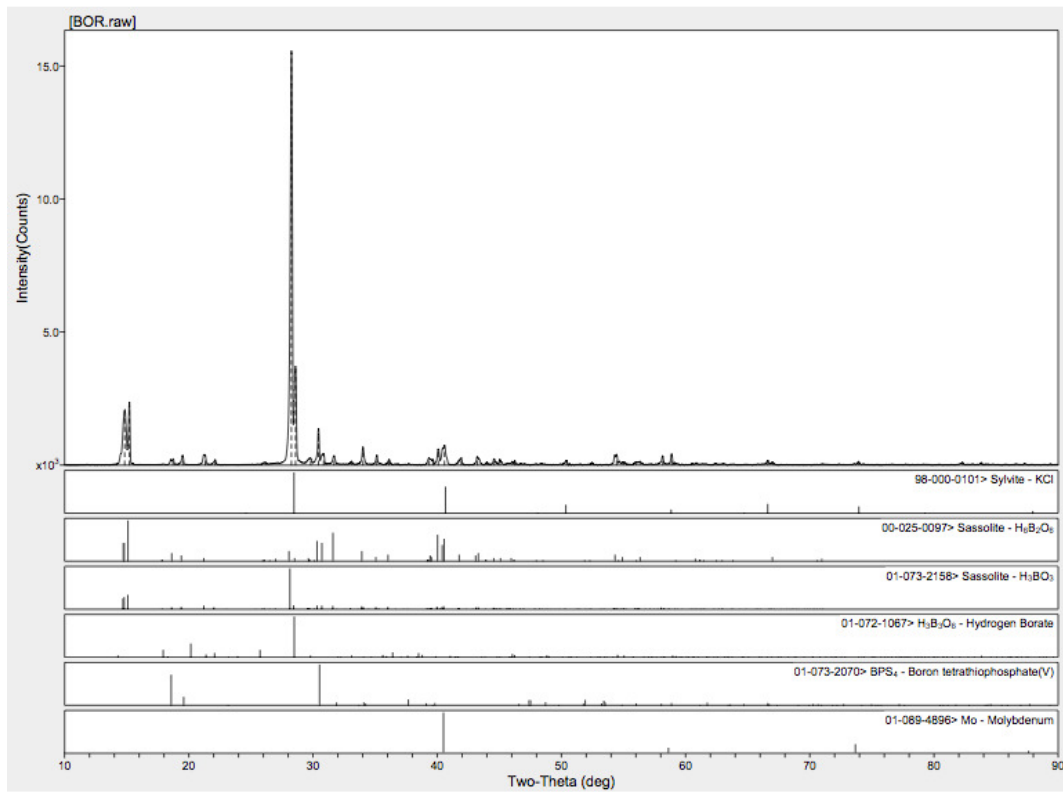
Şekil 5.1. Difüzyon işleminde kullanılan sodyum karbonat XRD paterni



Şekil 5.2. Difüzyon işleminde kullanılan $\text{H}_2\text{N-CO-NH}_2$ (Üre) XRD paterni



Şekil 5.3. Difüzyon işleminde kullanılan NH₄NO₃ (Amonyum Nitrat) XRD paterni



Şekil 5.4. Difüzyon işleminde kullanılan H₃BO₃ (Borik Asit) XRD paterni

Difüzyon deneyleri yapılan numunelere uygulanan aşınma deneyi sonuçları Tablo 5.15 ve Tablo 5.16'da verilmektedir.

Tablo 5.15. Difüzyon deneyleri sonrası uygulanan aşınma deney sonuçları (1-3 N, 100 m)

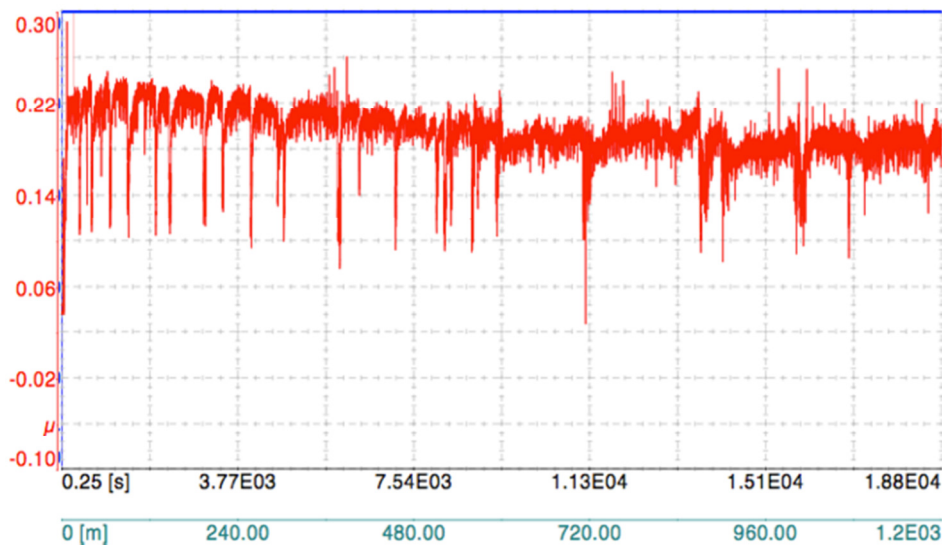
EPT No	Yük (N)	Yol (m)	Ort. S. K. (μ)	Kütle kayıpları (g)
1	1N	100	0.121	0.0001
2	1N	100	0.043	0.0002
3	1N	100	0.106	0.00005
4	1N	100	0.044	0.0003
1	3N	100	0.204	0.0002
2	3N	100	0.171	0.0001
3	3N	100	0.190	0.0002
4	3N	100	0.143	0.00005
5	1N	100	0.167	0.00015
6	1N	100	0.019	0.00005
7	1N	100	0.019	0.00005
8	1N	100	0.040	0.0001
5	3N	100	0.200	0.0005
6	3N	100	0.157	0.0003
7	3N	100	0.124	0.0001
8	3N	100	0.094	0.0001
9	1N	100	0.077	0.0005
10	1N	100	0.033	0.0004
11	1N	100	0.17	0.0004
12	1N	100	0.088	0.0001
9	3N	100	0.182	0.0006
10	3N	100	0.189	0.0001
11	3N	100	0.148	0.00015
12	3N	100	0.140	0.0001
İşlemsiz	1N	100	0.2	0.0009
İşlemsiz	3N	100	0.216	0.0012

Difüzyon yapılan numunelere 1 ve 3 N yük altında 100 metre kayma mesafesinde 10 mm alümina bilye ile Tablo 5.15'de 3N yük altında 1200 metre mesafede uygulanan aşınma deneyine dair sonuçlar Tablo 5.16'da verilmektedir. Aynı zamanda deney sürecinde elde edilen sürtünme katsayılarının ortalaması da tabloya eklenmiştir.

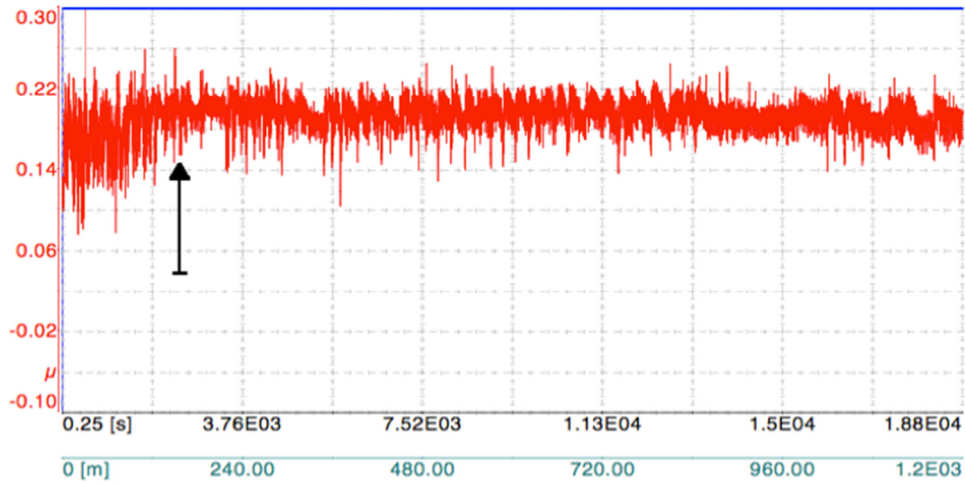
Tablo 5.16. Difüzyon deneyleri sonrası uygulanan aşınma deney sonuçları (3 N-1200 m)

EPT No	Yük (N)	Yol (m)	Ort. S. K. (μ)	Kütle kayıpları (g)
1	3N	1200	0.195	0.0023
2	3N	1200	0.177	0.0016
3	3N	1200	0.205	0.002
4	3N	1200	0.127	0.0004
5	3N	1200	0.201	0.0025
6	3N	1200	0.191	0.0002
7	3N	1200	0.131	0.0002
8	3N	1200	0.122	0.00015
9	3N	1200	0.201	0.0017
10	3N	1200	0.124	0.00022
11	3N	1200	0.170	0.0002
12	3N	1200	0.102	0.0004
İşlemsiz	3N	1200	0.195	0.0022

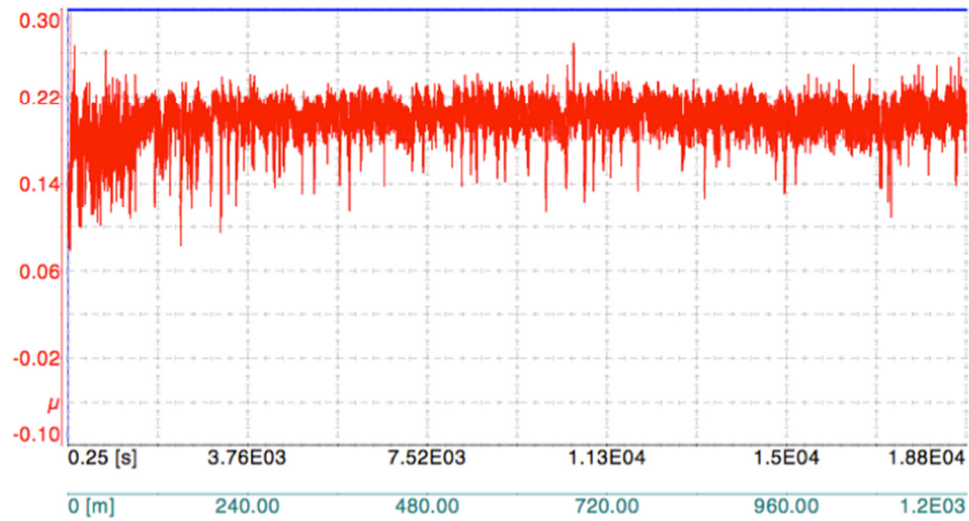
1200 metre kayma mesafesinde 3N yük altında uygulanan difüzyon deneyleri esnasında kayıtlı edilen sürtünme katsayılarını gösteren grafikler aşağıdaki şekillerde verilmektedir. Şekil 5.5 parlatılmış yüzeye sahip olan 316 L numuneye gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.6, Şekil 5.7 ve Şekil 5.8 ise sırası ile $H_2N-CO-NH_2$ (üre), NH_4NO_3 (amonyum nitrat) ve H_3BO_3 (bor) çözeltileri ile gerçekleştirilen modifikasyon tabakalarının aşınma-sürtünme katsayısı grafiklerini göstermektedir.



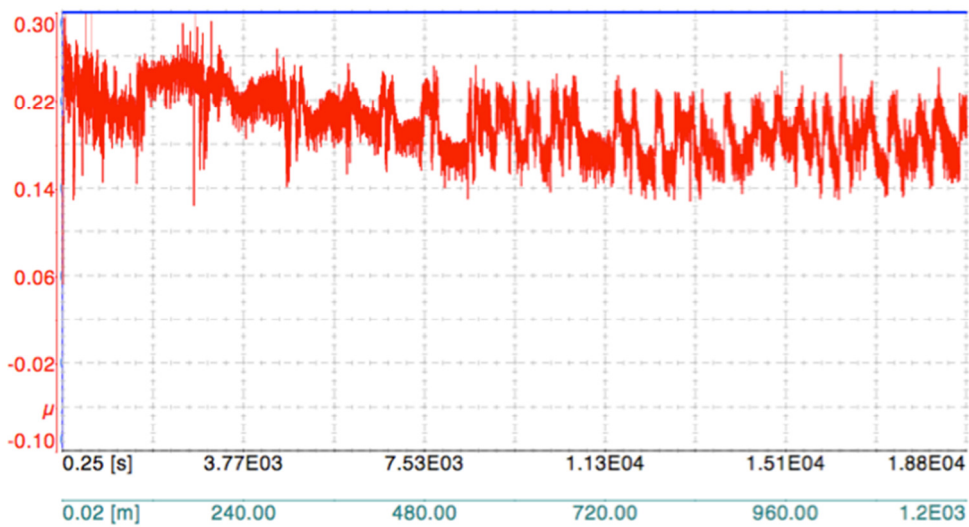
Şekil 5.5. İşlemsiz haldeki 316L numune aşınma deneyi, sürtünme katsayısı-zaman grafiği (3N)



Şekil 5.6. $H_2N-CO-NH_2$ ile 5 saniye difüzyon yapılan numune sürtünme katsayısı-zaman grafiği (3N)

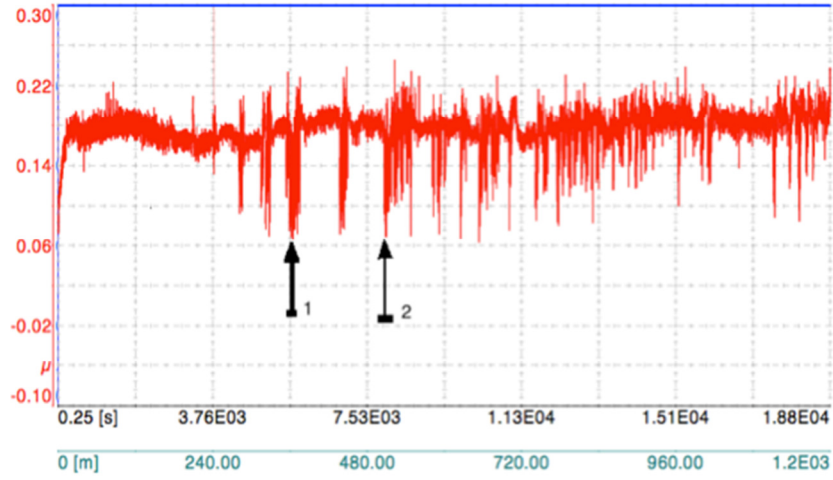


Şekil 5.7. NH_4NO_3 ile 5 saniye difüzyon yapılan numune sürtünme katsayısı-zaman grafiği (3N)

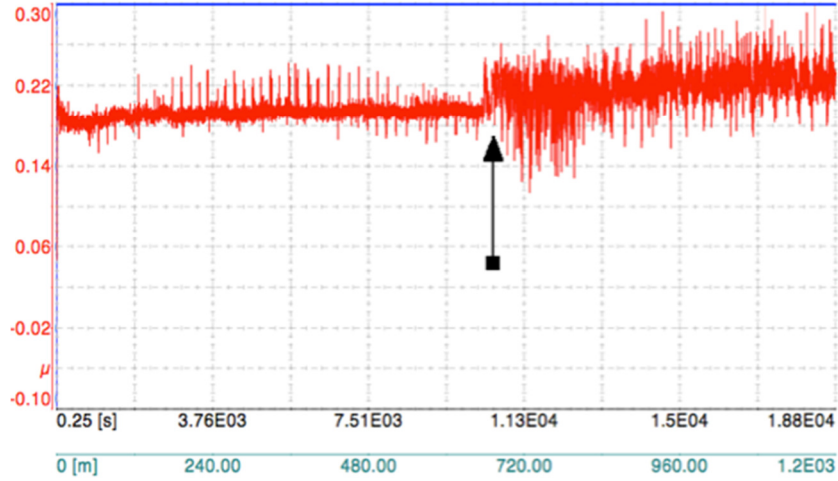


Şekil 5.8. H_3BO_3 ile 5 saniye difüzyon yapılan numune sürtünme katsayısı-zaman grafiği (3N)

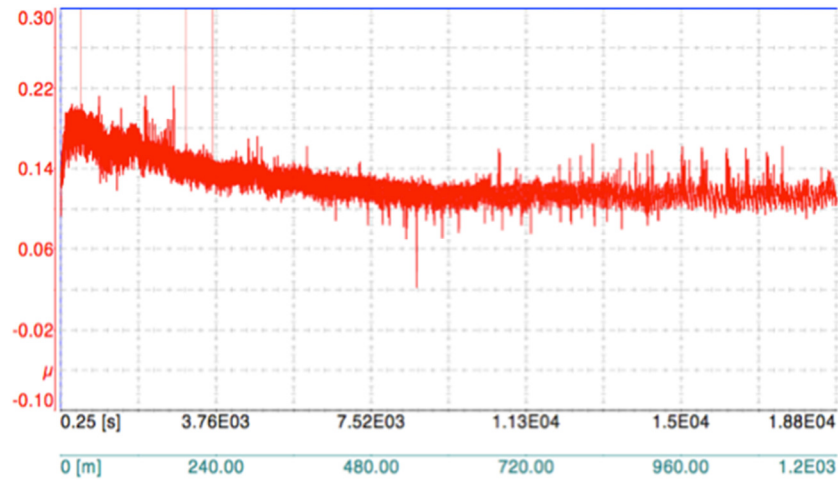
$H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile gerçekleştirilen difüzyon numunelerine ait sürtünme katsayısı mesafe grafikleri Şekil 5.9’da verilmektedir.



(a)- $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile 1 dk. plazma difüzyon yapılan numune sürtünme katsayısı



(b)- $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile 15 dk. plazma difüzyon yapılan numune sürtünme katsayısı



(c)- $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile 30 dk. plazma difüzyon yapılan numune sürtünme katsayısı

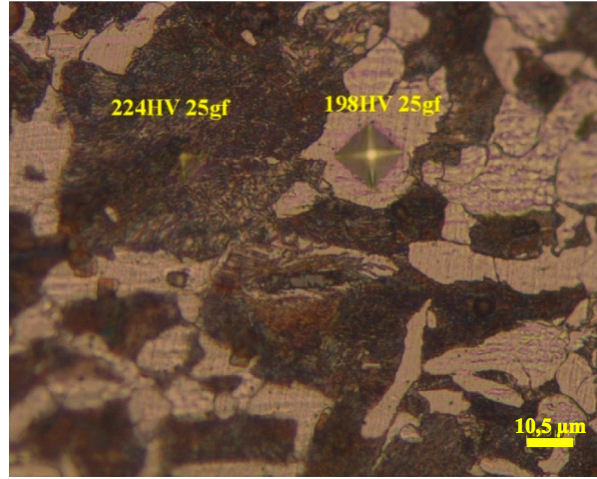
Şekil 5.9. $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile 1, 15 ve 30 dakika difüzyon yapılan numunelere ait sürtünme katsayısı mesafe eğrileri (1200 metre-3N)

BÖLÜM 6. DENEYSEL SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

6.1. AISI 1040 Çeliği

6.1.1. AISI 1040 çeliği elektrolitik plazma işlemleri

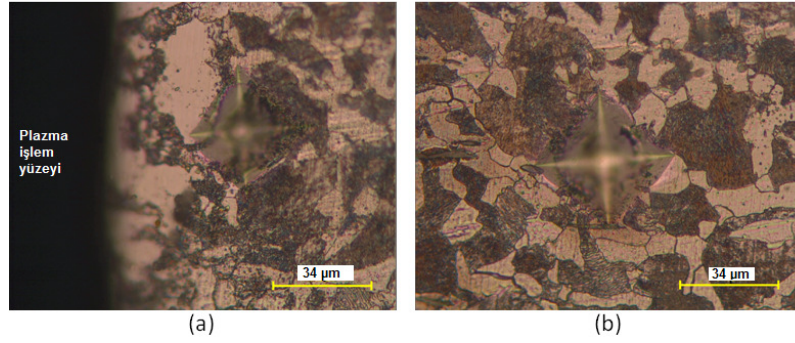
Elektrolitik plazma ile AISI 1040 çeliğinin sertleştirme işlemlerine ait veriler Tablo 5.2 ve 5.3’de verilmektedir. İşlem görmemiş AISI 1040 çeliğine ait karakteristik perlitik ve ferritik yapıdaki mikroyapı fotoğrafları Şekil 6.1’de gösterilmektedir. Ferrit, matris içerisinde beyaz taneleri, perlit ise dar lamelli plakalar şeklindeki siyah bölgeleri göstermektedir [21,39,41]. İşlem görmemiş numunenin perlit ve ferrit bölgelerinden yapılan mikrosertlik ölçümleri 198 HV ve 224 HV aralığındadır.



Şekil 6.1. AISI 1040 çeliği işlem yapılmamış halde mikro yapı fotoğrafı ve mikro sertlik ölçümleri

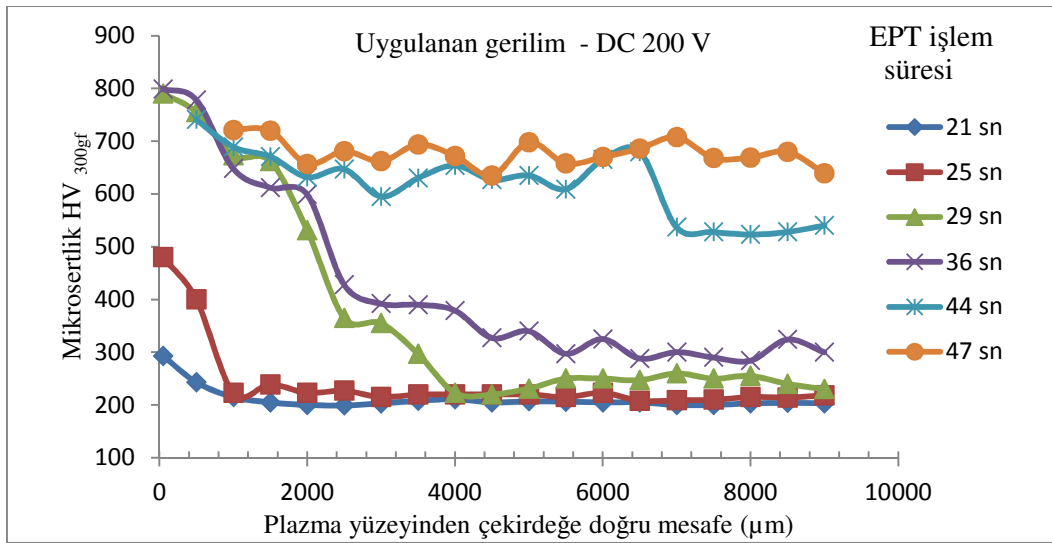
200 V gerilim uygulama işleminde sistemden çekilen başlangıç akımı 32-34 A arasında olduğu görülmüş ve plazma ile oluşan ısıtmayı takiben sertleştirilen numunelerde, plazma yüzeyinin 2 mm üzerindeki iç sıcaklık değerlerinin 275 ila 1000 °C arasında değiştiği gözlemlenmiştir (Tablo 5.2). 21 saniye EPT uygulanmış ve 275 °C’ye ısıtılmış numunede sadece plazma yüzeyinden itibaren 40 µm mesafe

içeride 190-220 HV olan sertlik değeri 293 HV değerine kadar artmıştır (Tablo 5.3.). Ancak numunede çekirdeğe doğru herhangi bir sertlik artışına rastlanmamıştır. Optik mikroyapı görüntüleri ferrit ve perlit mikro yapısına işaret etmektedir (Şekil 6.2).



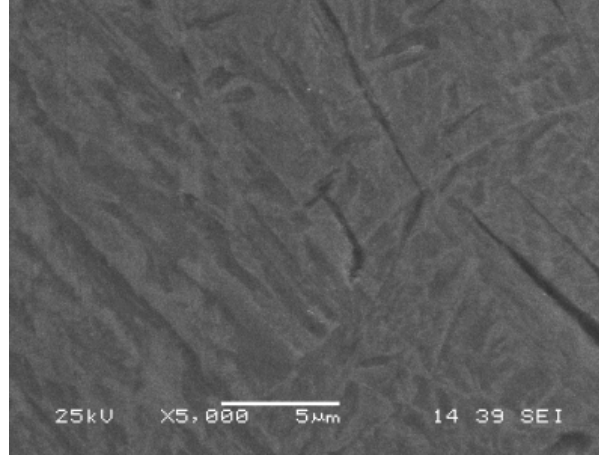
Şekil 6.2. AISI 1040 çeliğinin elektrolitik plazma ile sertleştirilen bölgeden itibaren çekirdeğe doğru mikro yapı ve sertlikler (a) 40 µm-293HV_{300gf} (b) 500 µm-243HV_{300gf} (200V-21 sn.)

25 sn. işlem gören numunenin yüzeyinde 480 HV den başlayarak 500 µm mesafede 378 HV ye kadar azalan bir eğilimde sertlik derinliği elde edilmiştir (Şekil 6.3).



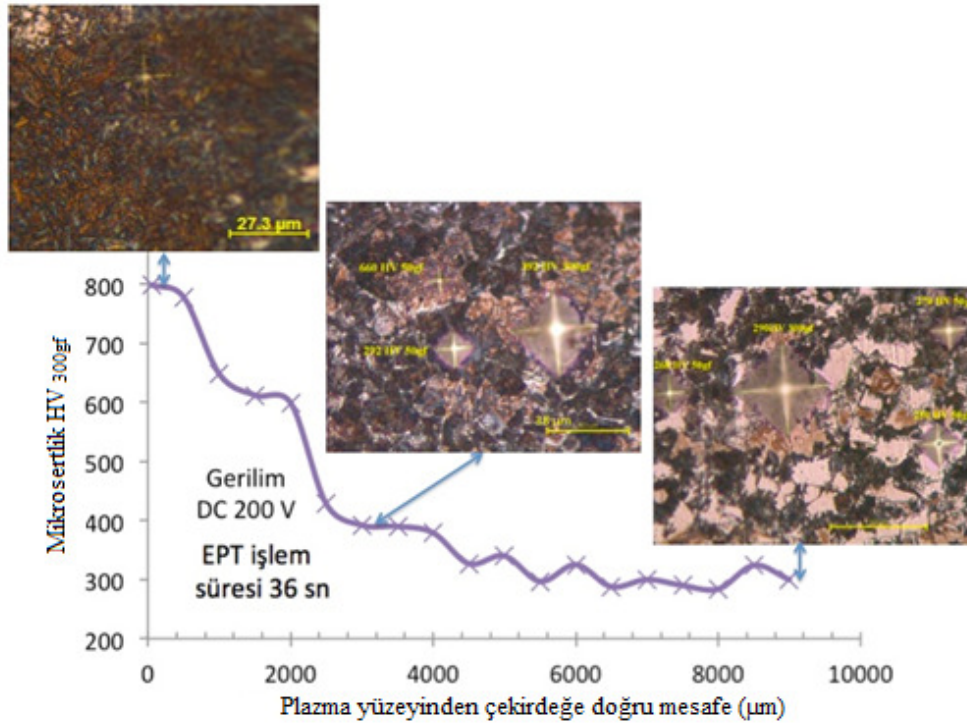
Şekil 6.3. 200 Volt gerilim ile 21-47 saniye ısıtılan numunelere ait sertlik derinlikleri

29 - 47 saniye ısıtılan numunelerde 48-58 HRC arasında sertlik değerleri elde edilirken, bu zaman diliminde yapılan EPT işleminde plazma etkileşim yüzeylerinde ötektoid altı çeliklerde su verme sonrası oluşan iğnesel görünümdeki martenzitik faz yapısına benzediği anlaşılmaktadır (Şekil 6.4), elde edilen bu mikroyapı literatürle uyum göstermektedir [21,41].



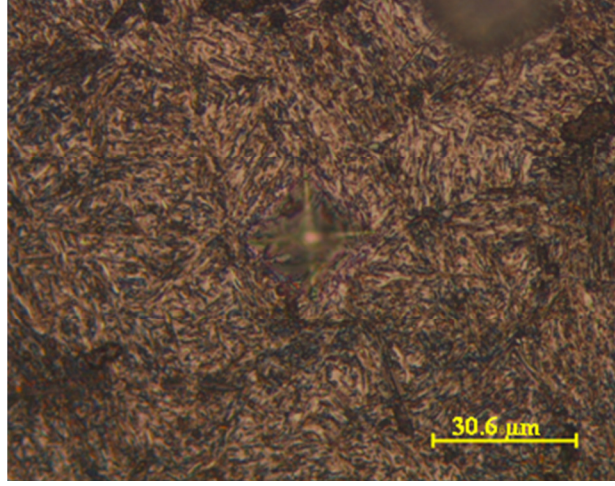
Şekil 6.4. Sertleştirilen bölgeden çekirdeğe doğru 50 μm , mesafelerdeki mikro yapıları (200 V-36 saniye) ($799 \text{ HV}_{300\text{gf}}$)

Şekil 6.3'den de görüleceği üzere 29 ve 36 saniye işlem görmüş numunelerde sertleşme derinliği benzer davranış sergilerken, 29 saniye işlem süresinde 500 HV ve üzeri sert tabaka kalınlığı 2000 μm iken 36 saniye işlem gören numunelerde bu değer 2500 μm olarak ölçülmüştür. 36 saniye işlem süresi için yüzeyden çekirdeğe doğru mikro sertlik ölçümleri ve ilişkili olduğu kısmi martenzitik ve perlitik fazlar Şekil 6.5 de verilmiştir [101-103].



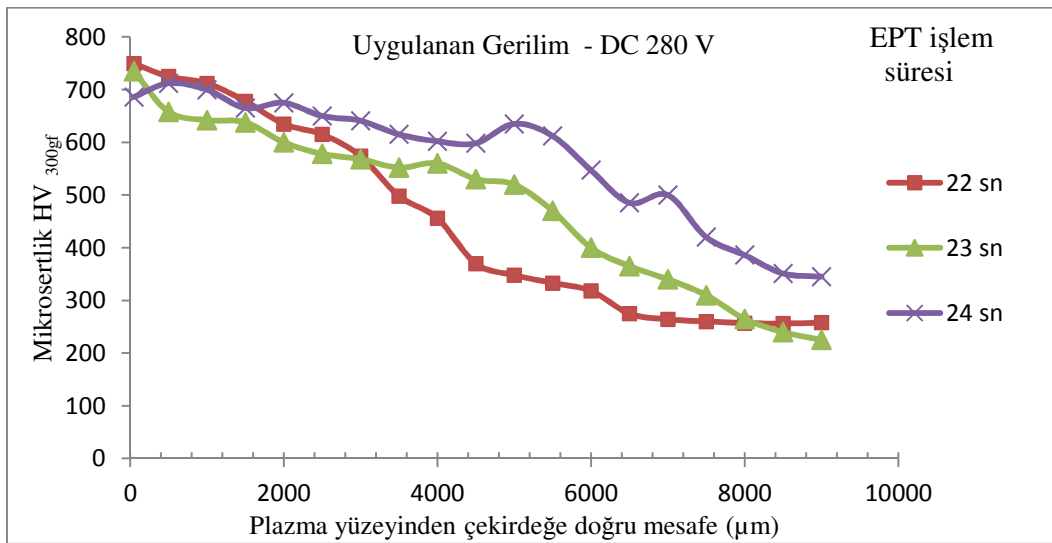
Şekil 6.5. Sertleştirilen bölgeden çekirdeğe doğru 50, 3000 ve 9000 μm mesafedeki farklı mikro yapı ve 50-300 gf yük altındaki mikro sertlik değerleri (200 V-36 saniye)

44 ve 47 saniye işlem gören numunelerdeki 500 HV ve üzeri sert tabaka kalınlıkları benzer paralellik göstermekle birlikte, bu tabaka 9000 μm da dahi sürekliliğini devam ettirmektedir (Şekil 6.6).



Şekil 6.6. Sertleştirilen bölgeden çekirdeğe doğru 8500 μm 680 HV_{300gr} mesafelerdeki sertlik izine ait mikro yapı (200 V-47 sn)

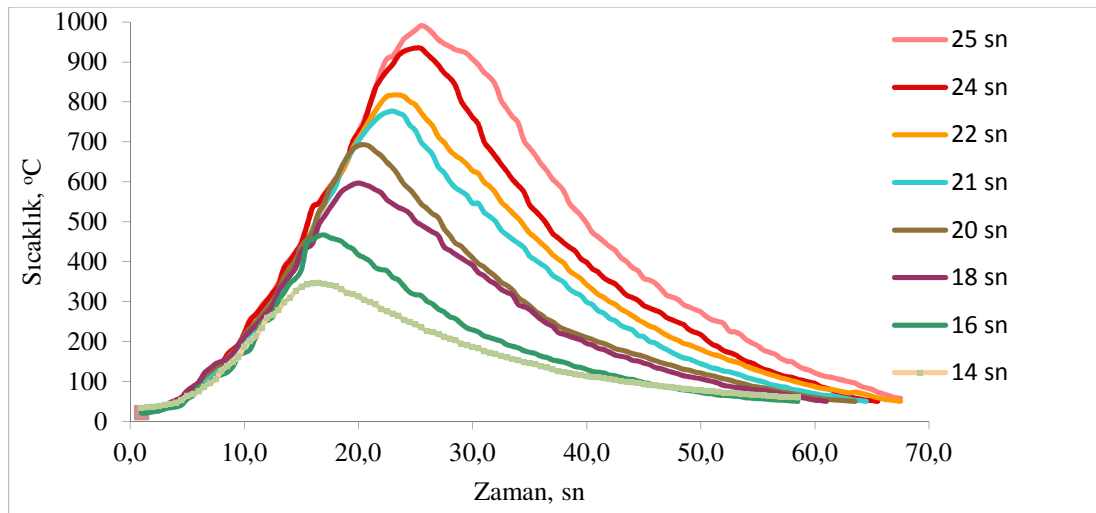
280 Volt gerilim değeri uygulandığında 22, 23 ve 24 saniye işlem gören numunelerde numune iç sıcaklıkları 800 °C, 850 °C ve 900 °C'ye erişirken ortalama 55 HRC sertlik değeri elde edilmiştir. Daha sonra su verilen uçtan itibaren yapılan sertlik taramasında (Şekil 6.7), sertlik derinlikleri de artan ısıtma süresine bağlı olarak artış sergilemektedir.



Şekil 6.7. 280 Volt gerilim ile 22-24 saniye ısıtılan numunelere ait sertlik derinlikleri

500 HV ve üzeri sertlik tabakalar, 22 saniye işlem gören numunede 3500 μm , 23 saniye işlem gören numunede 5000 μm ve 24 saniye işlem gören numunede ise 7000 μm olarak bulunmuştur. Buna göre işlem süresindeki 1 saniyelik artış veya numune iç sıcaklığındaki 50 $^{\circ}\text{C}$ 'lik artış yaklaşık 1500 μm sertlik tabakası oluşturmaktadır.

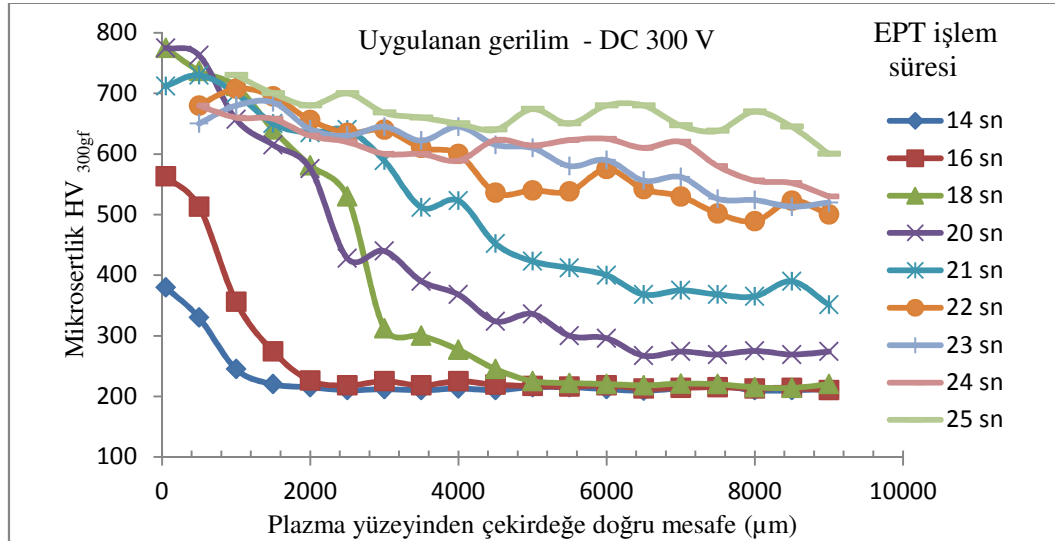
300 V gerilim değerinde ise numuneye 14-25 saniye aralığında işlem yapılmış olup, sistemden çekilen akımın değeri de 42-45 Amper aralığında oluşmuştur. Bu gerilim değerinde 16 saniye ve daha kısa işlem sürelerinde sertlikte önemli bir değişim meydana gelmemiştir. 22 saniye ve daha uzun sürelerde ise numune yüzeyinde bölgesel ergime sonucu bozulmalar meydana gelmiştir. 300 V gerilim uygulanan numunelerin ısınma ve soğuma eğrileri Şekil 6.8'de verilmektedir.



Şekil 6.8. AISI 1040 çeliğinin 300 V gerilimde farklı sürelerdeki ısınma ve soğuma eğrileri

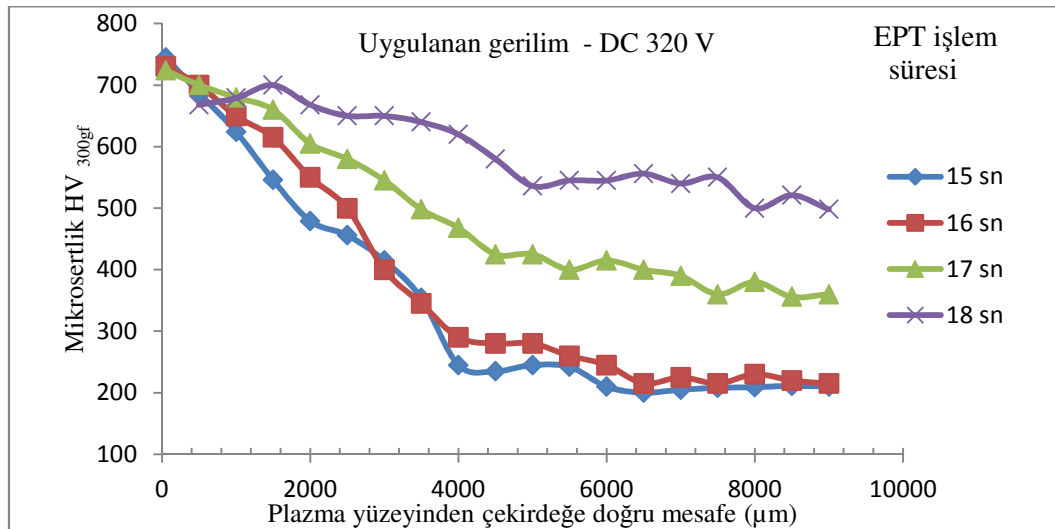
Isınma ve soğuma eğrilerinden görüleceği üzere 25 saniyelik ısıtma süresince numune iç sıcaklığı 1000 $^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar ulaşabilmiştir. 300 V gerilim farklı sürelerde uygulandığında 50-57 HRC sertlik değerleri elde edilmiştir. Sertleşme derinlikleri ise 14-16 saniye işlem süresindeki numuneler paralel davranış gösterirken 16 saniyelik işlem görmüş numunede 500 HV ve üzeri sertlik tabakası 750 μm mesafede elde edilmiştir. (Şekil 6.9). 18, 20 ve 21 saniyelerdeki sertlik derinlikleri ise benzer davranış gösterirken işlem süresindeki artış sertlik derinliğinin artmasına sebep olmuştur. Bu işlem sürelerinde 500 HV ve üzeri sertlik tabakası işlem zamanına bağlı olarak 2000, 2500 ve 4000 μm derinliklerinde elde edilmektedir. 22 ve 23 saniye işlem görmüş numunelerde ise sertlik tabakası daha da artmış ve 500 HV ve

üzerindeki sert tabaka sırası ile 7000 ve 9000 μm mesafelerinde ölçülmüştür. 24 ve 25 saniyelik numunelerde ise sert tabaka kalınlığı 9000 μm 'dan büyüktür ve ölçülen sertlik değerleri ise 500 HV ve üzerindedir.



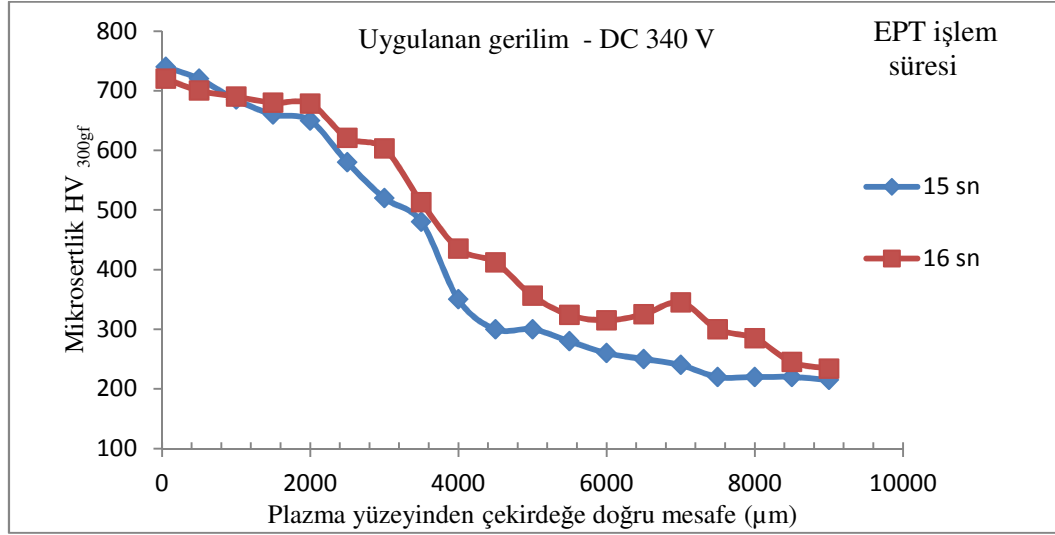
Şekil 6.9. 300 Volt gerilim ile 14-25 saniye ısıtılan numunelere ait sertlik derinlikleri

320 V gerilim uygulandığında yüzey sertliği ortalama 55 HRC olurken işlem süresindeki artış sert tabaka derinliğini artırmıştır. 15 ila 18 saniye işlem uygulanan bu gerilim değerinde numune iç sıcaklıkları 500-800 $^{\circ}\text{C}$ arasında değişirken farklı sertlik tabakaları elde edilmektedir. 500 HV ve üzeri sert tabaka 15 saniyelik işlemde 1750 μm , 16 saniyelik işlemde 2500 μm , 17 saniyelik işlemde 3500 μm ve 18 saniyelik işlemde de 8000 μm kalınlığına kadar devam etmiştir (Şekil 6.10).

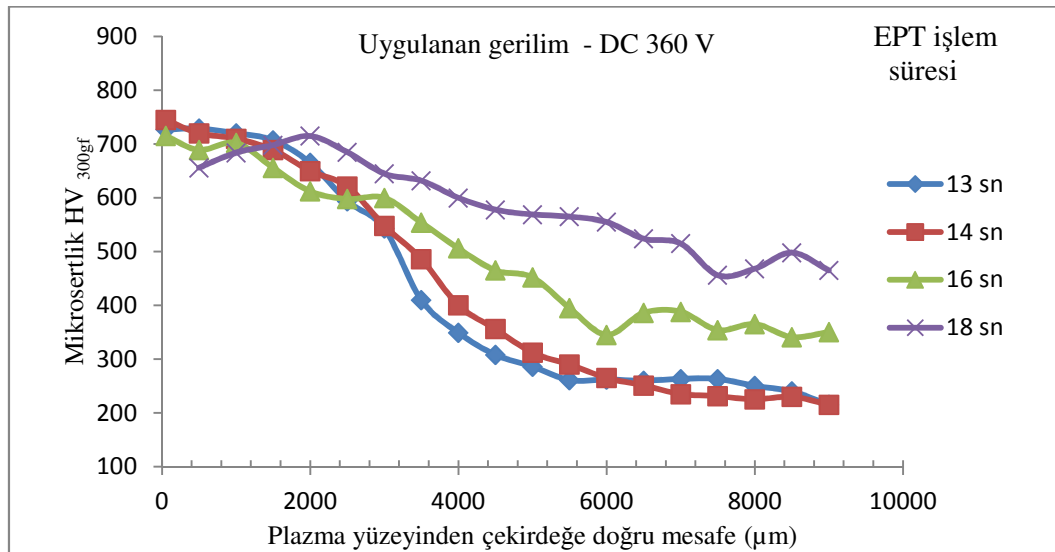


Şekil 6.10. 320 Volt gerilim ile 15-18 saniye ısıtılan numunelere ait sertlik derinlikleri

340 V işlem geriliminde ise 15 ve 16 saniyeler de işlem yapılmış ve 15 saniyede 500 HV ve üzeri sert tabaka 3000 μm iken 16 saniyede bu değer 3500 μm olmuştur (Şekil 6.11).



Şekil 6.11. 340 Volt gerilim ile 15-16 sn. ısıtılan numunelere ait sertlik derinliği

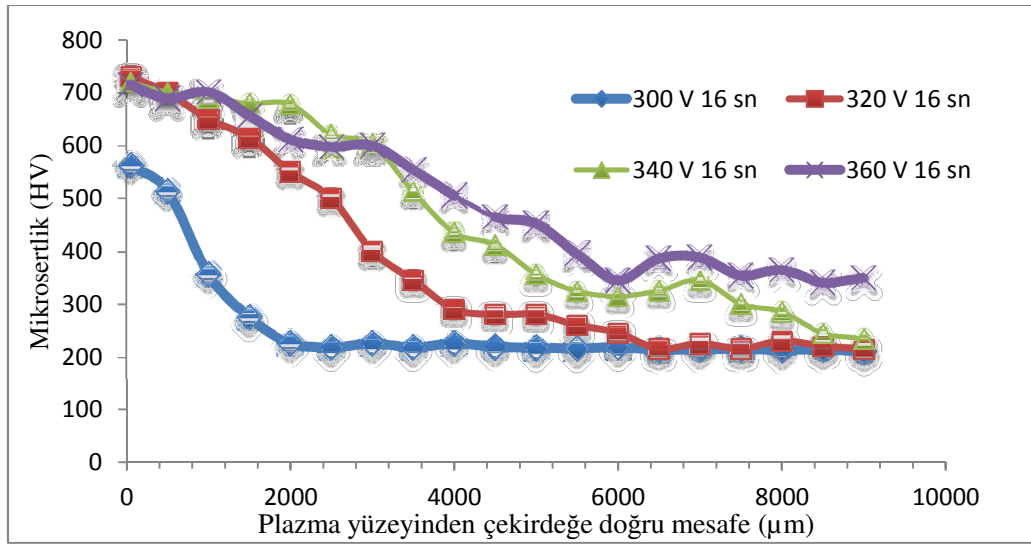


Şekil 6.12. 360 volt gerilim ile 13-18 sn. ısıtılan numunelere ait sertlik derinliği

360 V gerilim uygulandığında ise ortalama yüzey sertliği 55 HRC olurken, 500 HV ve üzerindeki sertlik tabakası 13 saniyelik işlem süresinde 3000 μm , 14 saniyelik işlem süresinde 3500 μm , 16 saniyelik işlem zamanında 4250 μm ve 18 saniyelik işlem zamanında da 7000 μm olarak gerçekleşmiştir (Şekil 6.12). Uygulanan gerilimdeki artışa bağlı olarak ostenit dönüşüm sıcaklıklarına ısıtma süresi kısalmış

[13,17] ve elde edilen sertlik değeri artış göstermiştir [57], bu durum literatür ile uyum göstermiştir. Buradan da anlaşılacağı üzere 20 V gerilim artışı, yaklaşık olarak sert tabaka kalınlığını 1000 μm artırmaktadır. Ancak plazmanın oluştuğu yüzeyde kısmi ergimeler, mikro çatlaklar ve yüzey bozulmaları meydana gelmektedir.

Eşit sürelerde farklı gerilimlerde yapılan çalışmalarda daha yüksek sertlik derinlikleri elde edilmiştir. 300 V gerilim uygulandığında 500 HV ve üzeri sert tabaka kalınlığı 750 μm civarında ölçülürken, bu tabaka kalınlığı 320 V gerilimde 2500 μm , 340 V gerilimde 3500 μm ve 360 V gerilimde 4250 μm olarak gerçekleşmiştir (Şekil 6.13).



Şekil 6.13. 300, 320, 340 ve 360 volt gerilim ile 16 sn. ısıtılan numunelere ait sertlik derinliği

18 saniyelik işlem süresinde 300 V gerilim değerinde 775 HV sertlik değeri elde edilirken 320 V ve 360 V gerilim değerlerinde yüzeyde oluşan bozulmalardan ötürü sertlik alınamamıştır.

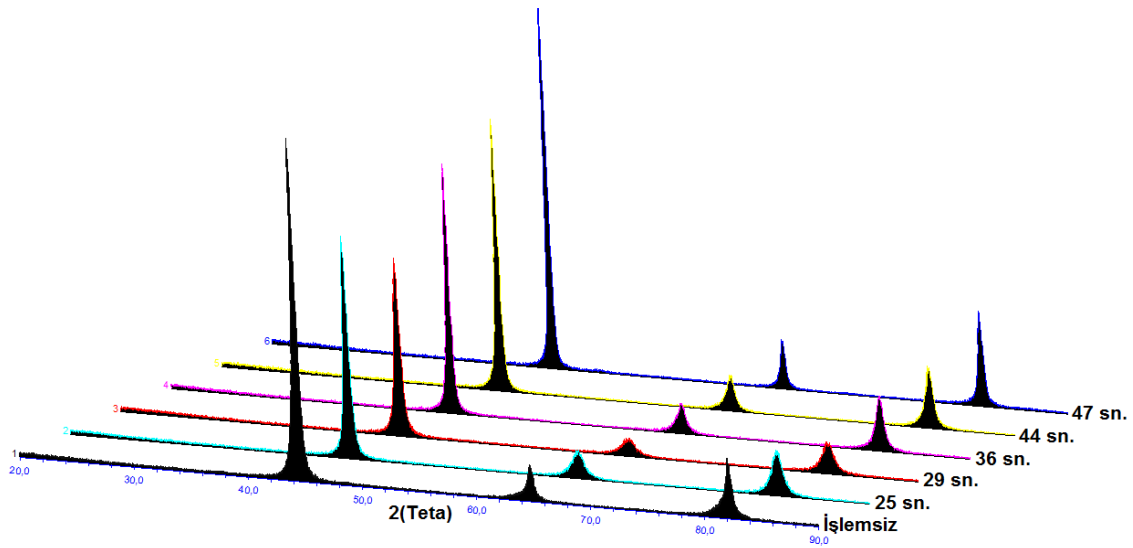
6.1.2. AISI 1040 çeliği X-ışınları incelemeleri

AISI 1040 Çeliği ile yapılan EPT işlemlerinden elde edilen deney numuneleri XRD incelemelerine tabi tutulmuştur. İşlem görmemiş numuneye ait XRD verileri Tablo 6.1.'de verilmektedir. Tablo 6.1.'den görüleceği üzere 44, 62 ve 82 derecelerde sırası ile 110, 200 ve 211 düzlemlerinde demir piklerine rastlanmıştır. 200 V gerilim

değerinde 25, 29, 36, 44 ve 47 saniye ile işlem görmüş deney numunelerinin XRD paternleri Şekil 6.14’de verilmektedir.

Tablo 6.1. İşlem görmemiş AISI 1040 çeliğine ait XRD verileri

	2-Theta	d(Å)	hkl	Yükseklik	H%	Alan	A%	FWHM	XS(A°)
1	44.560	2.0317	110	2726	100	46721	100	0.291	278
2	64.780	1.4380	200	336	12.3	8777	18.8	0.445	197
3	82.161	1.1722	211	723	26.5	16328	34.9	0.384	222

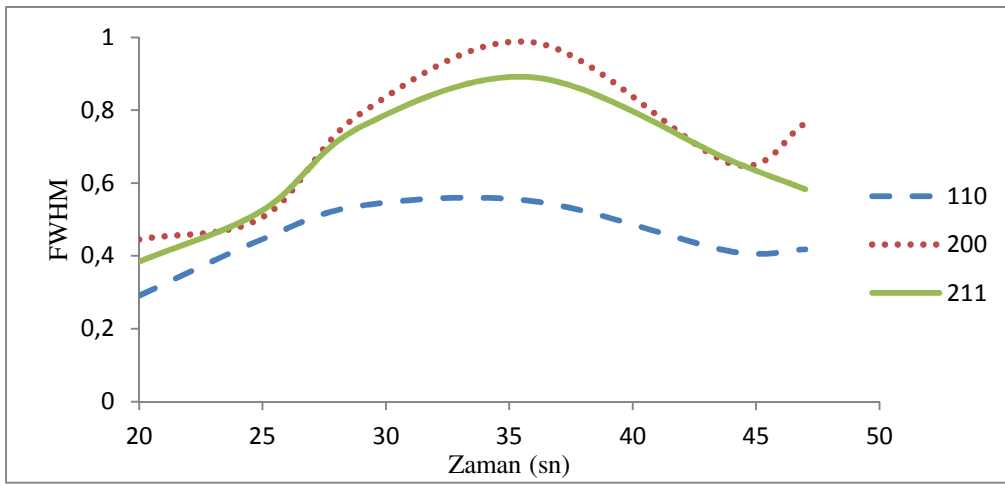


Şekil 6.14. EPT ile 200 volt gerilim, farklı ısıtma süreleri uygulanarak sertleştirilen yüzeylerden çekilen XRD sonuçları

Makinson ve arkadaşlarının yapmış olduğu su verilmiş 0.84%C’lu çelikte martenzit ve kalıntı ostenit incelemelerinde 51 derecede (200), 75 derecede (220) ve 91 derecede (311) ostenit pikleri elde edilirken, 62 derecede (200) ve 82 derecede (211) karbonla doyurulmuş alfa demiri piklerine rastlanmıştır. Bu çalışmada Şekil 6.14’den de görüleceği üzere ostenit piklerine rastlanmazken 62 ve 82 derecelerde karbonla doyurulmuş alfa demir (Fe+C, Martenzit) fazları elde edilmektedir. Bu sonuçlar da literatür ile uyum göstermektedir [104-106].

200 Volt gerilim değerinde elektrolitik plazma işlem süresine bağlı olarak 36 saniye işlem süresine kadar piklerin şiddetinin azaldığı ve daha sonra tekrar arttığı anlaşılmaktadır. Piklerin yarı yükseklik genişliği “FWHM-Full width at half maximum” ile ilgili değerlerinin incelendiğinde ise (Şekil 6.15), artan EPT işlem süresine bağlı olarak piklerin FWHM değerleri artış göstermektedir. Piklerin genişleme sebepleri arasında kristal boyutu, mikrostrain ve karbonun katı çözeltilde

kalmasının önemli parametreler olduğu kabul edilmektedir. Kristal boyutu küçülürken piklerin genişlediği ve kısaldığı bilinmektedir. XRD ile ölçülen FWHM değerleri, latis deformasyonuna bağlı olarak malzeme sertliğine endeksli bir parametre şeklinde veya ince taneli yapı ile kaba taneli yapıya verdiği farklı değerlere endeksli olarak tane boyutu analizinde kullanılmaktadır [7,105,107-109]. EPT süresinin, FWHM değerlerine etkisi Şekil 6.15’de gösterilmiştir. FWHM değerlerindeki artışın nedeni plazma deşarjları sırasında numunenin ısıtılmasına bağlı oluşan tane incelmeye olduğu öngörülmektedir.

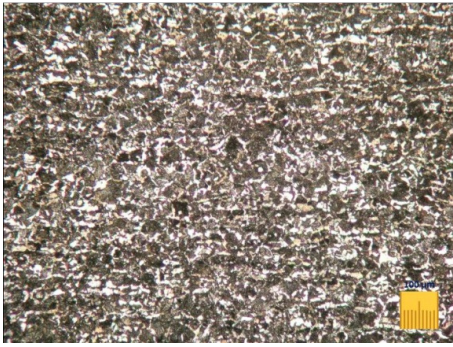


Şekil 6.15. EPT ile 200 volt gerilim, farklı ısıtma süreleri uygulanarak sertleştirilen yüzeylerden çekilen XRD sonuçlarından hesaplanan yarı yükseklik genişliği değerleri

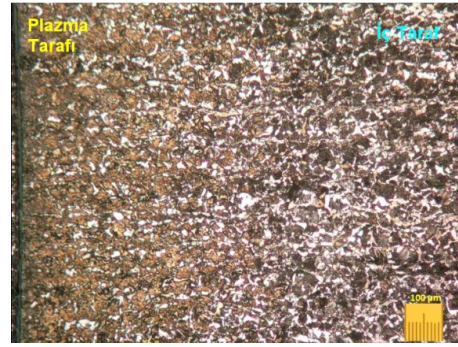
Burada 36 saniye yapılan EPT işleminde en yüksek FWHM değeri elde edilmiş olup kristal boyutunun en küçük yapıda olduğu düşünülmektedir. Literatürde yapılan bir araştırmaya göre, elektron demeti ile yapılan sertleştirme çalışmasında proses parametrelerinden birisi olan işlem sıcaklığına bağlı olarak malzeme yüzeyindeki FWHM değerleri incelenmiş ve artan işlem sıcaklığı ile FWHM değerlerinin arttığı gözlemlenmiştir [41,107].

25, 29, 36, 44 ve 47 saniyelerde 200 V gerilim değerinde işlem görmüş deney numuneleri üzerinde yapılan ostenit tane boyutu incelemeleri Şekil 6.16’da verilmektedir. Şekil 6.16 (a)’da işlem görmemiş numunenin mikroyapısı verilmektedir. Şekil 6.16 (b)’de ise 25 saniye işlem görmüş ve 480 HV yüzey sertliğine sahip numunenin plazma tarafında bir modifikasyon meydana geldiği ve çekirdeğe doğru mikroyapının işlemsiz mikroyapı ile benzerlik taşıdığı

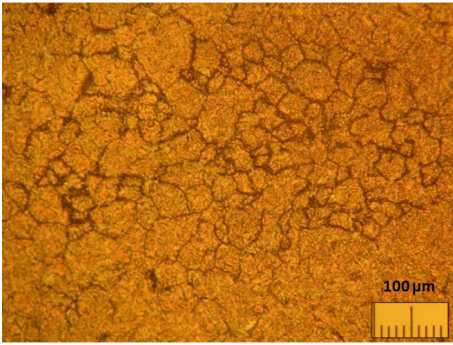
anlaşılmaktadır. Şekil 6.16 (c)'de 29 saniye işlem gören ve 790 HV sertliğe sahip numunenin ostenit tane boyutu, Şekil 6.16 (d)'de 36 saniye işlem gören ve 799 HV sertliğe sahip, FWHM değeri en yüksek ölçülen numunenin ostenit tane boyutu görülmektedir. Anlaşılabacağı üzere en küçük tane boyutuna sahiptir. Şekil 6.16 (e) ve (f)'de ise 44 ile 47 saniye işlem görmüş numunelerin ostenit tane boyutları verilmektedir. 44 ve 47 saniyelerde tane boyutunda kabalaşma görülmekte ve dolayısıyla ile ölçülen FWHM değerlerindeki düşmeye işaret etmektedir.



(a) İşlemsiz



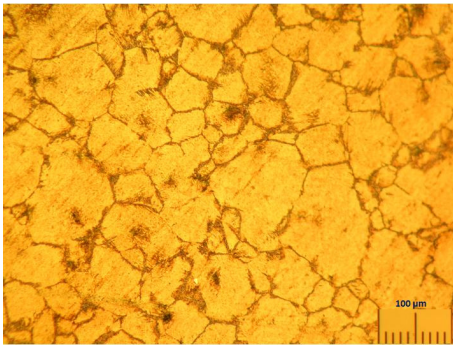
(b) 200 V-25 sn.



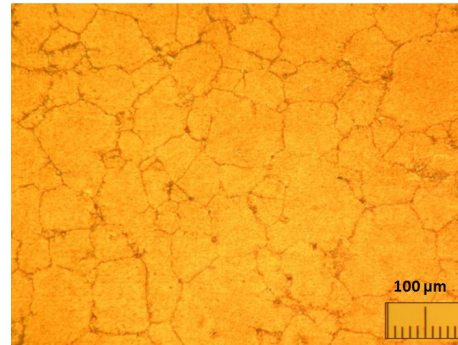
(c) 200 V-29 sn.



(d) 200V-36 sn.



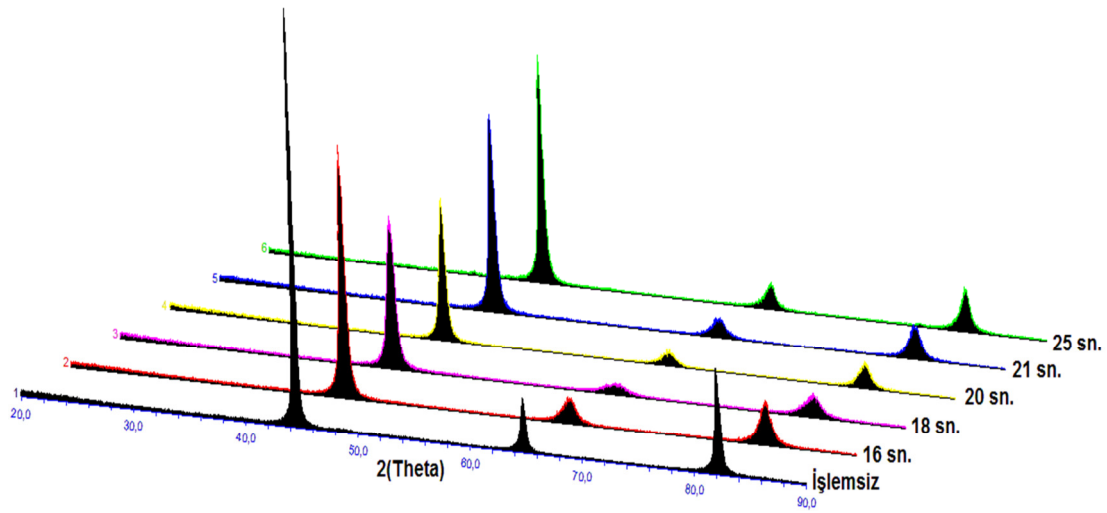
(e) 200 V-44 sn.



(f) 200 V- 47 sn.

Şekil 6.16. İşlemsiz AISI 1040 çeliğinin ve 200 V gerilim ile 25 sn., 29 sn, 36 sn., 44 sn, 47 sn. EPT uygulanmış numunelerin ostenit dane boyutu mikroyapıları

300 V gerilim uygulanarak yüzeyleri 16, 18, 20, 21 ve 25 saniye işlem görmüş numunelerin XRD sonuçları Şekil 6.17’de verilmektedir. Şekil 6.17’deki XRD verilerine göre işlem süresine bağlı olarak martenzit piklerinin şiddetinin 20 saniyelik işlem süresine kadar azaldığı ve daha sonra tekrar çok küçük bir artış gösterdiği anlaşılmaktadır. Pik şiddetleri de artan işlem zamanı ile orantılı olarak düşüş göstermiştir. XRD detayları EK-B de verilmektedir.



Şekil 6.17. 300 V gerilimde farklı süreler uygulanarak sertleştirilen yüzeylerinden çekilen XRD sonuçları

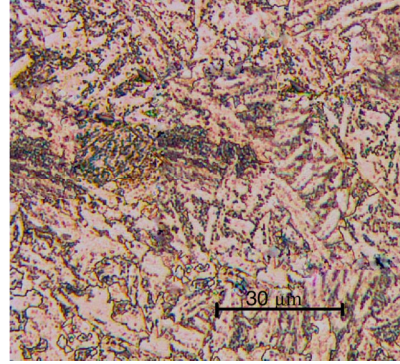
Aşırı ısıtma sıcaklıkları sertlik derinliğinde bir artış sağlamasına rağmen yüzey sertliğinde tane irileşmesine bağlı olarak sertlik düşüşüne sebebiyet vermektedir. İşlem süresinin 44 saniye ve üzeri olduğu deneylerde plazma yüzeyinde kısmi ergimeler ve aşırı tufal oluşumu, bozulmalar ve geometrik ölçülerden sapmalar ve sertlikte bir düşüş gözlenmiştir. Bu durum, aşırı ostenitleme sıcaklığına bağlı olarak tane irileşmesi ile izah edilmektedir [41].

6.2. AISI 4140 Çeliği

6.2.1. AISI 4140 çeliği elektrolitik plazma işlemleri

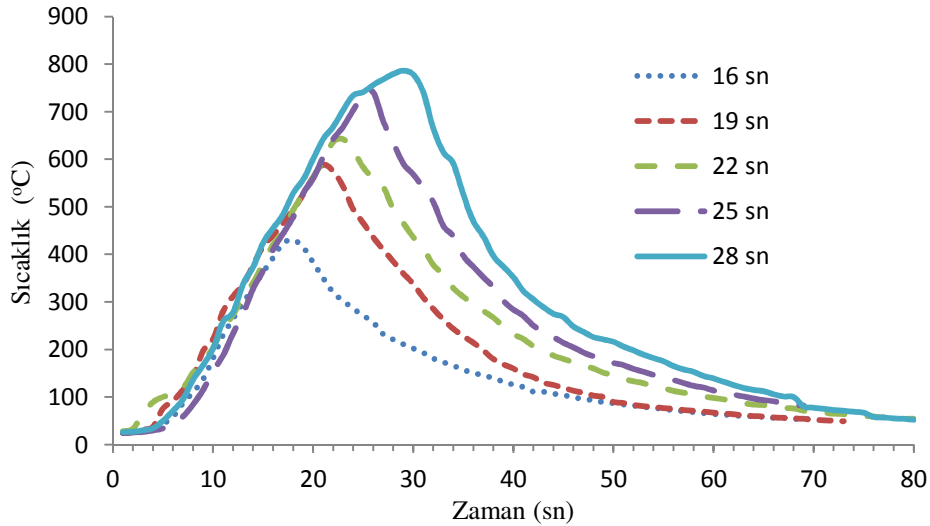
Elektrolitik plazma ile AISI 4140 çeliğinin sertleştirme işlemlerine ait veriler Tablo 5.4. ve Tablo 5.5’de verilmiştir.

İşlem görmemiş AISI 4140 çeliğine ait karakteristik perlit ve ferrit yapıdaki mikroyapı fotoğrafları Şekil 6.18’de gösterilmektedir. Bu numunenin işlemsiz halde mikrosertlik aralığı 210 - 225 HV olarak ölçülmüştür.



Şekil 6.18. AISI 4140 çeliği işlemsiz haldeki mikroyapısı

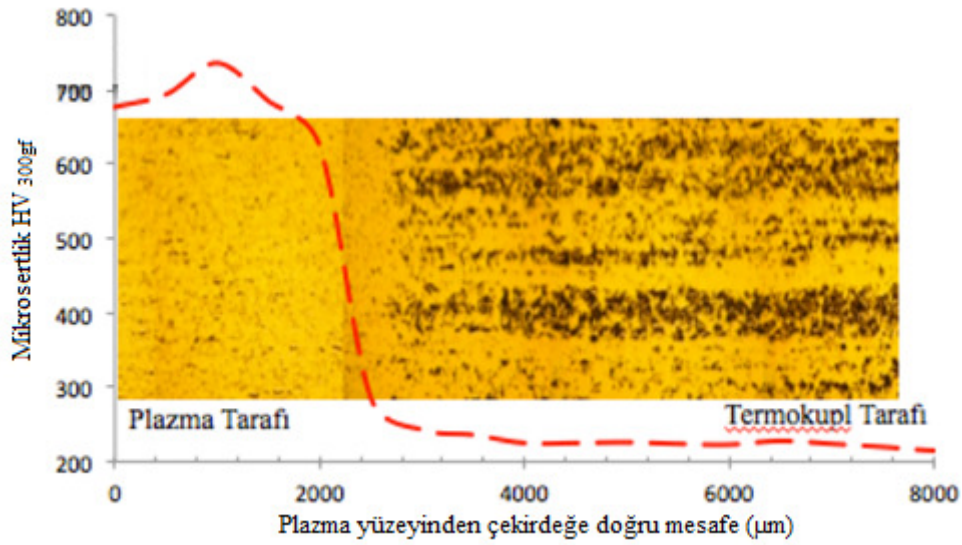
200 volt gerilimden daha düşük değerlerde genel olarak efektif bir ısıtmanın olmadığı daha önceki bölümlerden anlaşılmıştır. Artan gerilim değerinin sertlik derinliğini arttırdığı da görülmüştür. Bu nedenle gerilim değeri 260, 300 ve 320 Volt değerlerinde ve farklı ısıtma sürelerinde seçilerek EPT işlemleri araştırılmıştır.



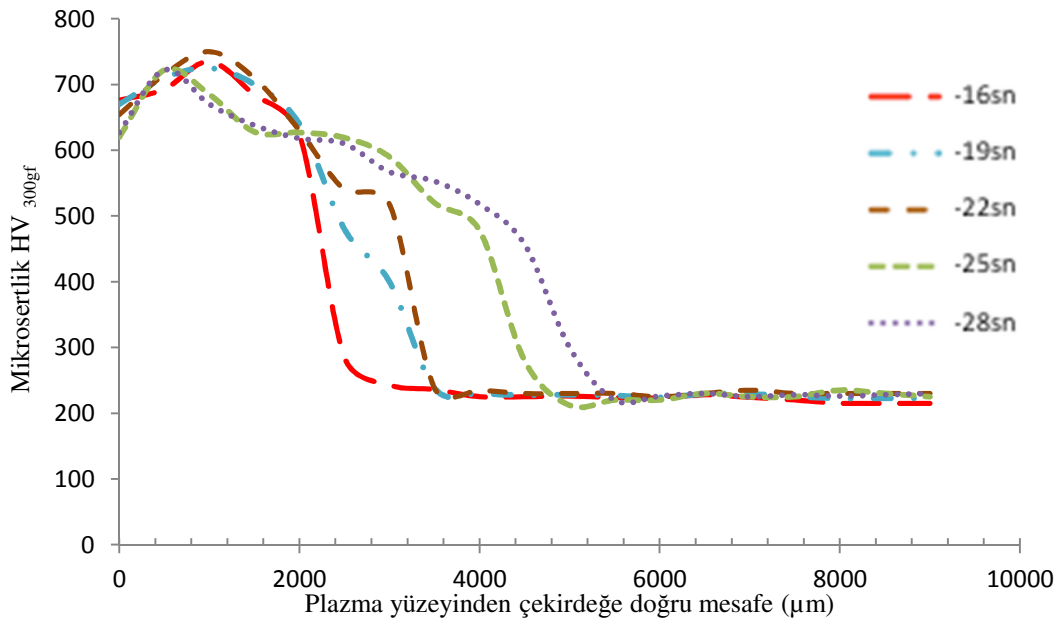
Şekil 6.19. 260 volt gerilim uygulanan EPT işlemine ait numune ısınma ve soğuma eğrileri

260 V gerilim, altında 16, 19, 22, 25 ve 28 saniye EPT sürelerinde elde edilen ısınma ve soğuma eğrileri Şekil 6.19’da verilmektedir. Isınma ve soğuma eğrileri plazma yüzeyine 2 mm mesafedeki termokupllardan elde edilmiştir. Sıcaklıklar 450-800 °C aralığında artan işlem süresi ile orantılı olacak şekilde ölçülmüştür. Sistemden 38-42

amper akım çekilmiştir ve 16 saniye uygulanan deney sonrasında numune kesiti boyunca görüntülenen mikroyapı ve yapıdaki sertlik dağılımı Şekil 6.20’de verilmektedir. Bu şekle göre plazma işlem gören taraftan itibaren çekirdeğe doğru modifikasyon gerçekleşmiş ve 2500 μm derinliğe kadar ilerlemiştir. Bu noktadan sonra ferrit ve perlit fazları içeren mikroyapı belirginleşmektedir ve sertlikte azalma meydana gelmektedir.

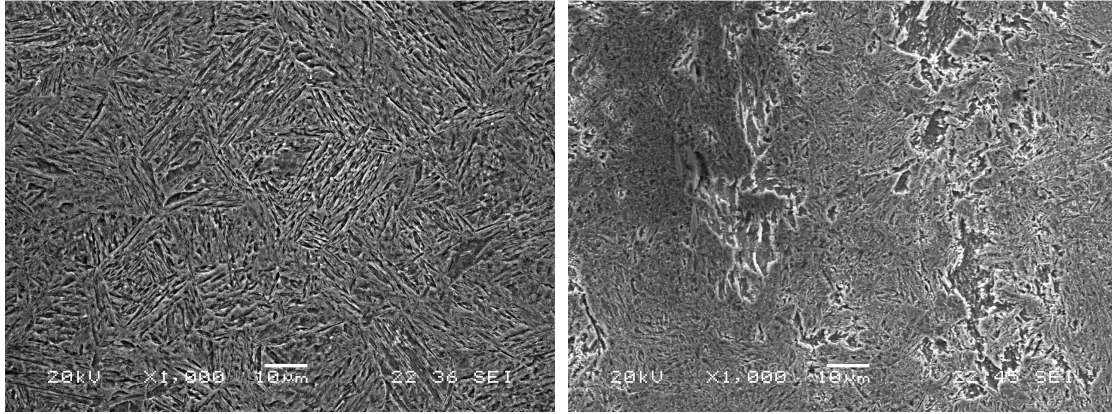


Şekil 6.20. 260 V-16 saniye EPT işlemi panoramik görüntüsü



Şekil 6.21. Elektrolitik plazma ile 260 V gerilim altında farklı sürelerde sertleştirilen AISI 4140 çeliğinin yüzeyden çekirdeğe doğru mikrosertlik - mesafe grafiği

19 saniye işlem süresinde ise, 2500 μm sertlik tabakası 500 HV ve daha üzeri değerlerde elde edilmiştir (Şekil 6.21). 22 saniye işlem yapılan numunede ise sert tabaka 3000 μm mesafede devam etmiştir. Sert tabakadaki artış 25 saniye işlem yapılan numunede 3750 μm , 28 saniye işlem yapılan numunede ise 4250 μm boyunca devam etmiştir. Genel anlamda 16 saniye ile 28 saniye işlem süresi baz alındığında, sertlik derinliğindeki artış 200 $\mu\text{m}/\text{sn}$. olarak elde edilmiştir. 28 saniye işlem gören numunenin plazma yüzeyine 100 μm mesafedeki martenzitik mikroyapı ve plazma etkileşim yüzeyi boyunca elde edilen martenzitik yapının, azalarak oluşan martenzit, perlit ve ferrit fazlarına ait gelen geçiş zonu SEM görüntüleri Şekil 6.22’de verilmektedir. Geçiş zonu karakteristik bir bölge olup tüm 260 V gerilim altında gerçekleştirilen tüm numunelerde gözlenmiştir.

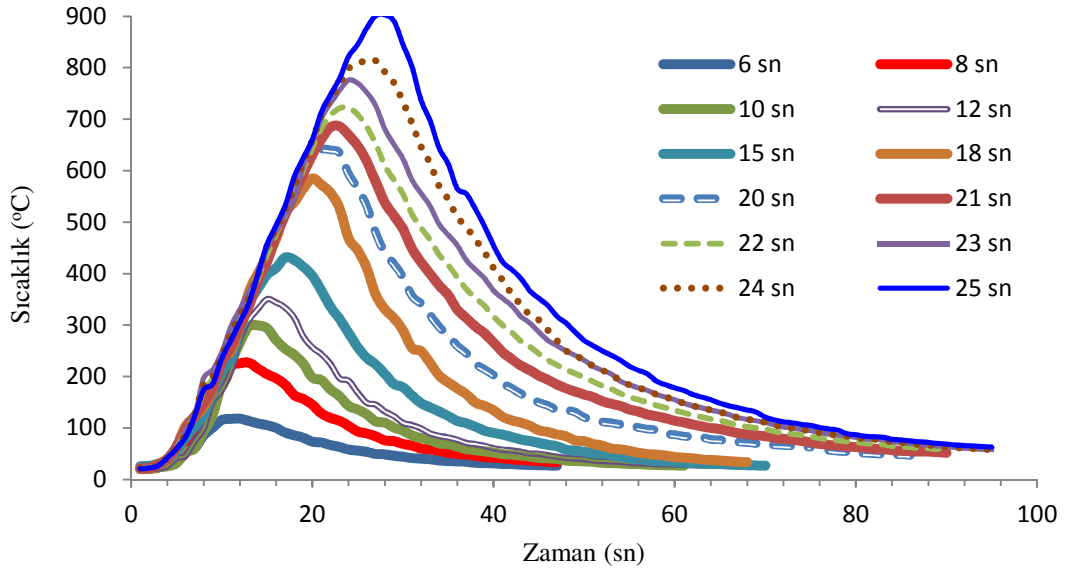


(a)

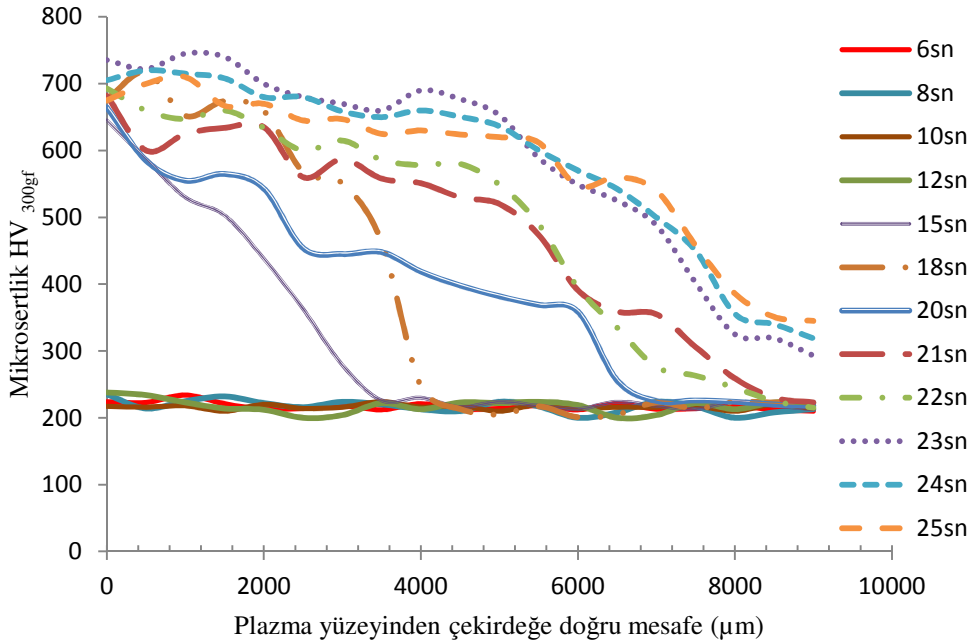
(b)

Şekil 6.22. AISI 4140 Çeliği 260 Volt-28 saniye işlem gören numuneye ait (a) Plazma ile temas eden yüzey ve (b) 5000 μm içerideki geçiş zonuna ait SEM görüntüleri

300 V gerilim uygulanarak yapılan çalışmalarda ise 6 ile 25 saniye aralığında deney süreleri seçilmiştir, bu deney sonuçlarına ait ısınma-soğuma eğrileri Şekil 6.23’de , plazma işlem yüzeyinden çekirdeğe doğru mikrosertlik-mesafe grafiği ise Şekil 6.24’de verilmektedir. 6, 8, 10 ve 12 saniye EPT sürelerinde modifikasyon sağlanamamış ve sertlikte herhangi bir artış elde edilememiştir. 15 saniye üzeri EPT sürelerinde sertlik artışı elde edilmiş olup, 18 saniyede 3500 μm mesafe, 21 saniyede 5500 μm , 24 saniyede ise 7000 μm sertlik derinleri en düşük 500 HV olacak şekilde sağlanmıştır. 300 V uygulanan gerilimde, sertlik derinliğindeki artış, 500 $\mu\text{m}/\text{sn}$ olarak tespit edilmiştir.



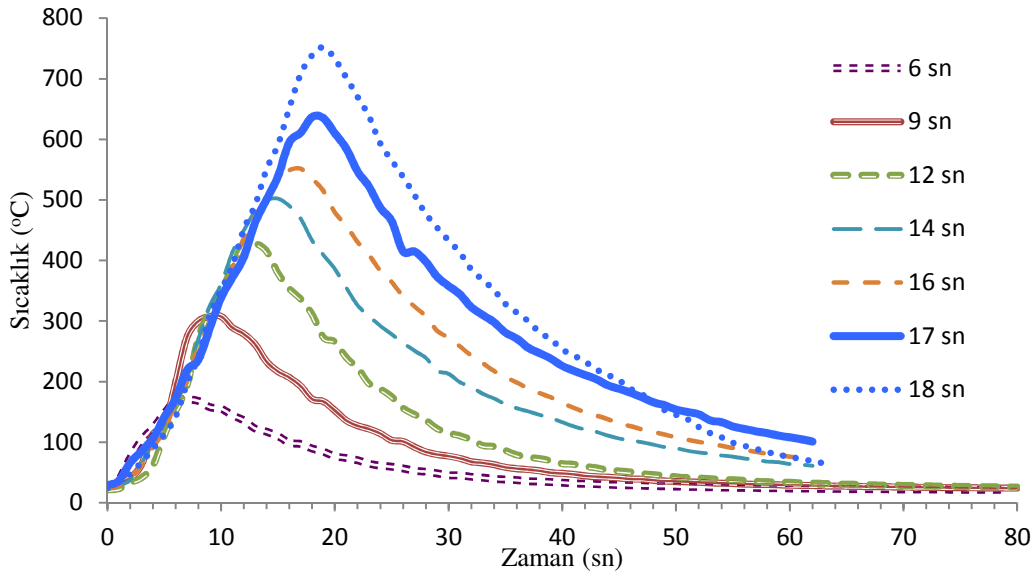
Şekil 6.23. 300 volt gerilim uygulanan EPT işlemine ait numune ısınma ve soğuma eğrileri



Şekil 6.24. Elektrolitik plazma ile 300 V gerilim altında farklı sürelerde sertleştirilen AISI 4140 çeliğinin yüzeyden çekirdeğe doğru mikrosertlik - mesafe grafiği

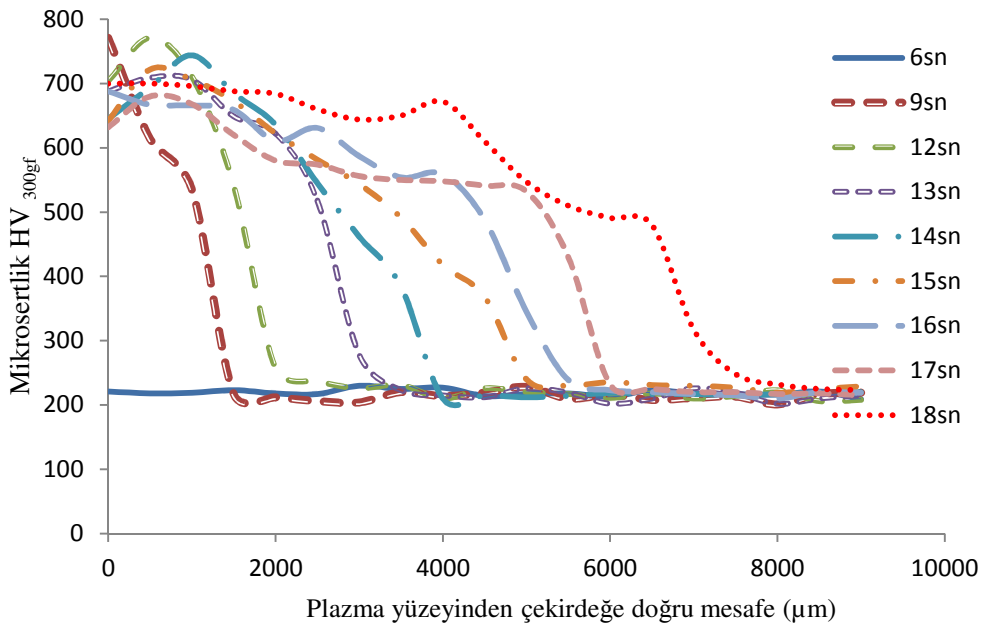
320 V gerilim uygulanarak gerçekleştirilen EPT işlemlerine ait ısınma ve soğuma eğrileri Şekil 6.25'de verilmektedir. İşlemler 6, 9, 12, 14, 16, 17 ve 18 saniye süresince uygulanmış olup plazma yüzeyinin 2 mm üzerinde, 6 saniyede 170 °C, 9 saniyede 300 °C, 12 saniyede 425 °C, 16 saniyede 550 °C ve 18 saniyede 750 °C sıcaklıklara erişilmiştir. Ölçülen bu numune iç sıcaklıkları ve zaman arasında bağıntı kurulacak olursa ısıtma hızının 100 °C/sn. seviyelerine yükseldiği anlaşılmaktadır.

Literatürde, 320 V gerilim altında ısıtma hızının $150\text{ }^{\circ}\text{C/sn}$. olduğu bildirilmektedir [58]. Bu değer elde ettiğimiz değerden $50\text{ }^{\circ}\text{C/sn}$. fazla olup, ısıtma hızındaki sıcaklık ölçüm farklılıklarının numune boyutlarına bağlı olduğu düşünülmektedir. 320 V gerilim ile en hızlı ısıtmanın sağlandığı grafiklerden anlaşılmaktadır. Ancak, bu denli hızlı bir ısıtma durumunda 10-15 saniye içerisinde yüzeyin ergimeye başladığı da bilinmektedir [58]. Elektrolit yüzeyindeki aşırı ısınma ve buna karşın, çekirdek tarafındaki sıcaklık farkı da istenmeyen bir durumdur. 300 V geriliminden daha yüksek değerlerdeki artış, plazma formunun, kararlı ısıtma rejiminden çıkarak, kuvvetli arkların olduğu bölgeye çekmektedir. Bu bölgedeki şok dalgaları ve kuvvetli deşarjlar yüzey özellikleri açısından kötüleşmeye sebep olabilmektedir [25,60].

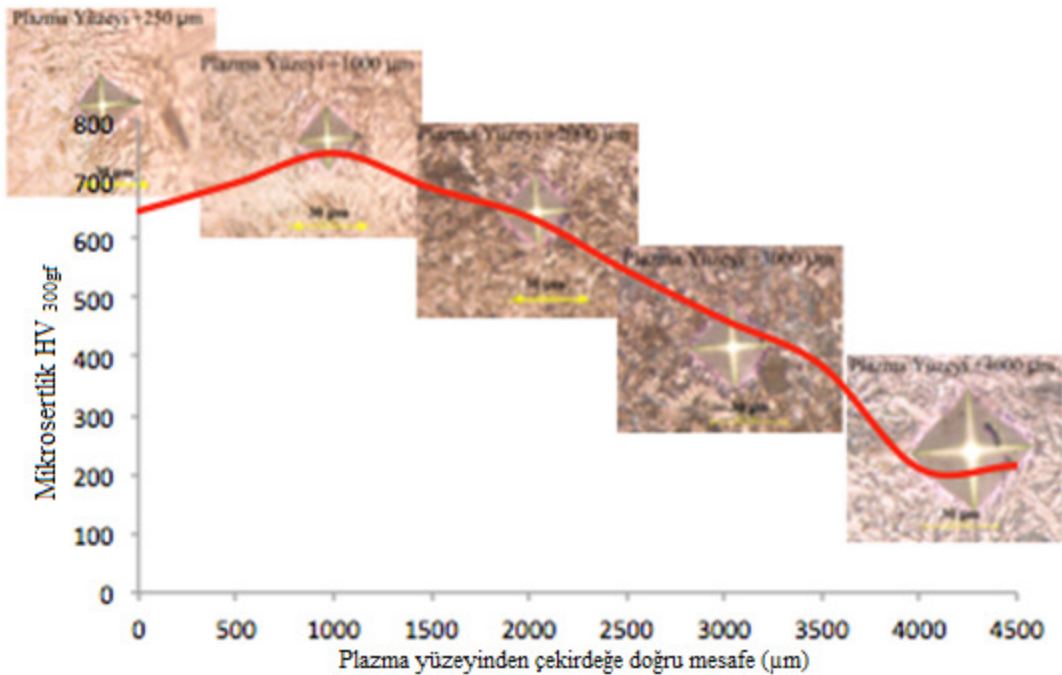


Şekil 6.25. 320 volt gerilim uygulanan EPT işlemine ait numune ısınma ve soğuma eğrileri

9 sn. işlem süresinden önce sertlikte önemli bir değişim gözlenmezken, 9 saniye ve sonrasında artan süreye bağlı olarak sertlik artışı meydana gelmiştir ve 18 saniye sonunda 500 HV ve üzerindeki sert tabaka derinliği yaklaşık $7000\text{ }\mu\text{m}$ mertebesine ulaşmıştır (Şekil 6.26). 320 V uygulanan gerilimde, sertlik derinliğindeki artış, $600\text{ }\mu\text{m/sn}$ olarak tespit edilmiştir. Sertlik derinliği mikroyapı ilişkisi kurma adına, 320 Voltta 14 ve 18 sn. işlem gören numunelerin kesit mikroyapı fotoğrafları Şekil 6.27 ve 6.28'de verilmektedir.

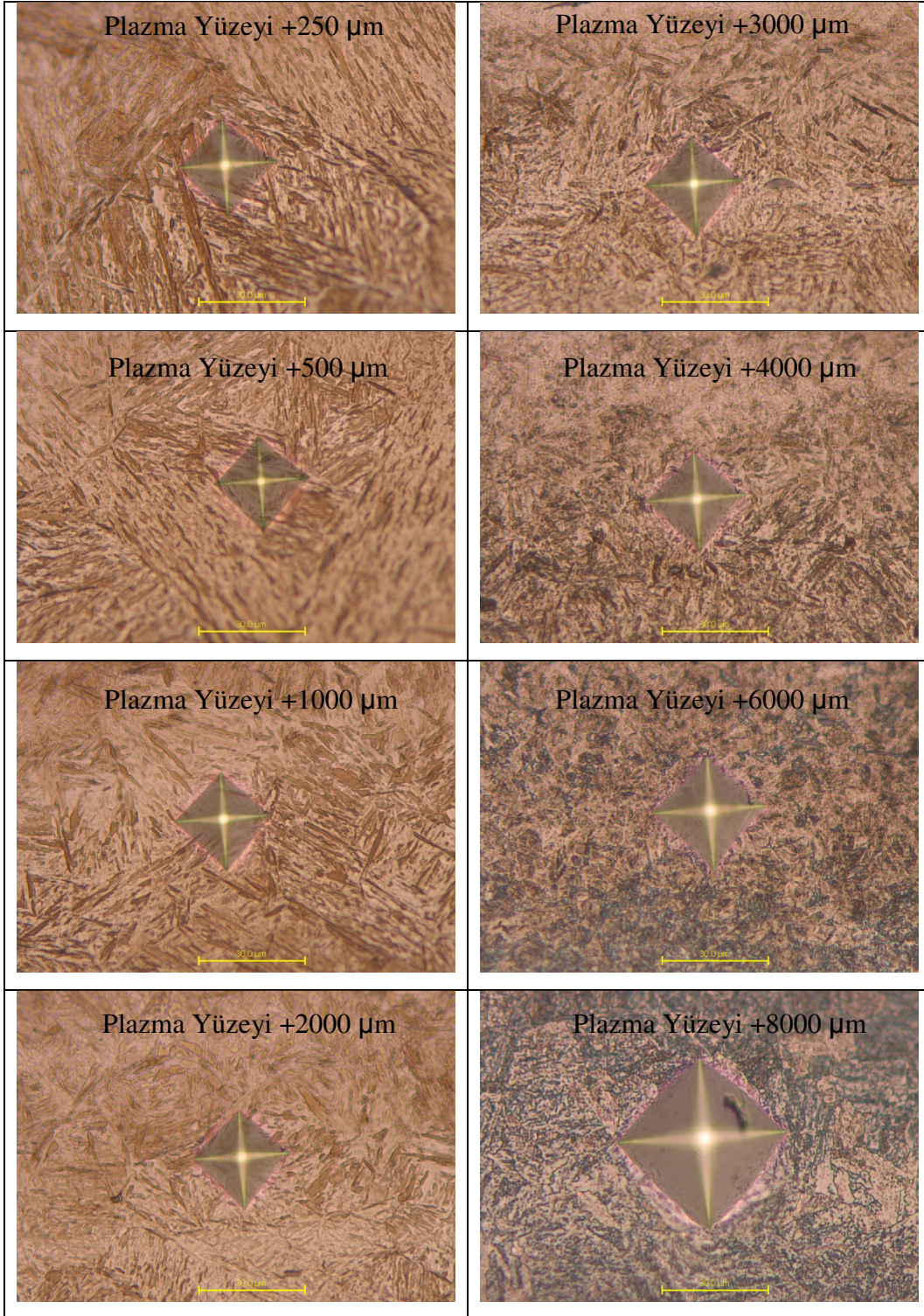


Şekil 6.26. Elektrolitik plazma ile 320 V gerilim altında farklı sürelerde sertleştirilen AISI 4140 çeliğinin yüzeyden çekirdeğe doğru mikrosertlik-mesafe grafiği



Şekil 6.27. Elektrolitik plazma ile sertleştirilen yüzeyden çekirdeğe doğru mikro yapıdaki değişime bağlı olarak mikro sertlik değişimi (320 V-14 saniye)

Fotoğraflardan görüleceği üzere plazma işlemi yapılan yüzeyde elmas ucun izi sertleşen yapıya bağlı olarak küçülmektedir. Malzemenin iç taraflarına doğru yapılan ölçümlerde iz büyüklüğü artmakta ve başlangıç iz büyüklüğüne erişmektedir.



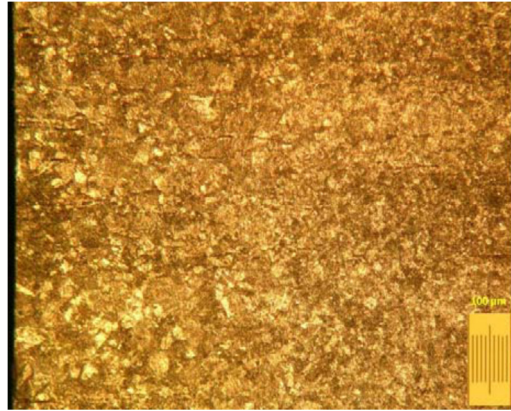
Şekil 6.28. Elektrolitik plazma ile sertleştirilen yüzeyden çekirdeğe doğru mikro yapıdaki değişime bağlı olarak mikro sertlik değişimi (320 V-18 saniye)

Genel olarak gerilim değerindeki artış sert tabaka derinliklerinde büyümeye neden olmuştur. 260 Volt işlemden saniyede 200 µm sert tabaka elde edilirken, 300 Volt'da

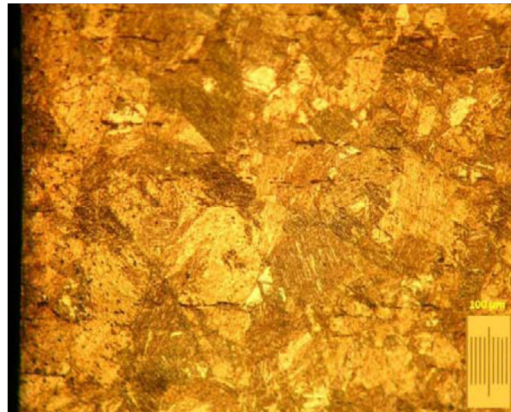
bir saniyelik işlem süresinde 500 μm ve 320 Volt işlemde ise bu mesafe 600 μm mertebesinde meydana gelmiştir.

Ancak ısıtma sürelerinin daha uzun tutulması durumunda elektrolitik plazma ile ısıtılan yüzeyde bozulmalar meydana gelmekte ve yüzey sertlik değerlerinde kısmi düşüşler gözlenmektedir.

Yapılan ostenit tane boyutu incelemelerinde sertleştirilmiş numunelerin yüzeyleri dağlanarak ostenit tane yapıları hakkında bilgi edinilmiştir. Ostenit sıcaklığına erişmeyen numunelerde mikro yapıda ostenit tane sınırları gözlenemezken sertlik artışı meydana gelmemiştir. 320 volt gerilim uygulanarak 14 ve 18 saniye ısıtılan numunelerin tane boyutunu gösteren fotoğraf Şekil 6.29(a) ve (b)'de verilmektedir. Bu iki fotoğraftan görüleceği üzere plazma süresindeki artış ostenit tane boyutunda büyüme meydana getirmiştir.



(a)



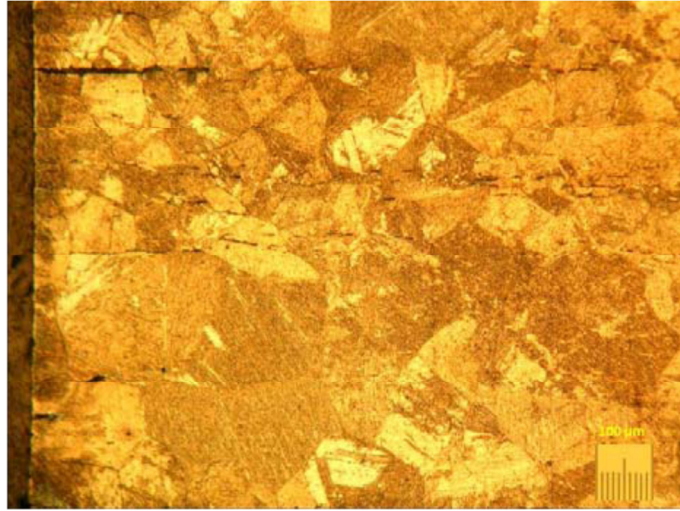
(b)

Şekil 6.29. 320 V-14 sn (a) ve 320 V-18 sn (b) EPT ile sertleştirilen yüzey kesit görüntüsü (10X)

Şekil 6.30(a)'da 300 V-22 sn. işleminin Şekil 6.30(b)'de ise 300 V-25 sn işleminin tane sınırlarını göstermektedir. Aynı gerilimdeki iki farklı süreyi karşılaştırılırsa; artan işlem süresinin tane boyutunu artırdığı gözlenmektedir.



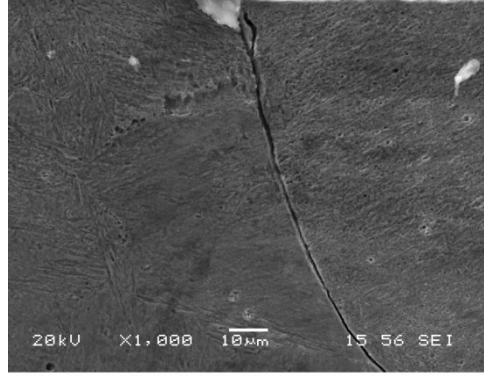
(a)



(b)

Şekil 6.30. 300 V-22 sn (a) ve 300 V-25 sn (b) EPT ile sertleştirilen yüzey kesit görüntüsü (10X)

300 V gerilim uygulanan ve 25 saniye işlem gören numunede yüzeyde çatlamlar oluşmuştur (Şekil 6.31). Bu da AISI 4140 çeliğinin yüksek sertleşebilirlik karakterinden kaynaklanmaktadır. Yaklaşık 100 °C/sn'de ısıtılması ve devamında ani su verilmesi yüzey çatlamlarına sebep olmuştur. Bu çatlamları engellemek için ani ısıtmanın önüne geçilmesi gerekir, bu sebeple AISI 4140 çeliğine darbeli ısıtma olarak tabir edilen kontrollü ısıtma rejimi uygulanmıştır.

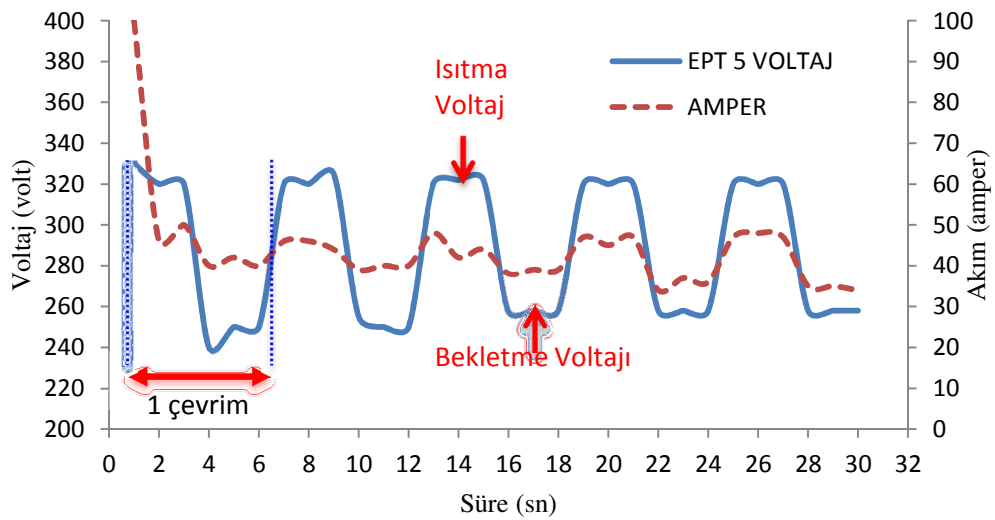


Şekil 6.31. AISI 4140 300 V-25 sn EPT ile sertleştirilen yüzeyde çatlak hasarına ait SEM görüntüsü

6.2.2. AISI 4140 çeliğinin darbeleri gerilimler altında EPT işlemleri

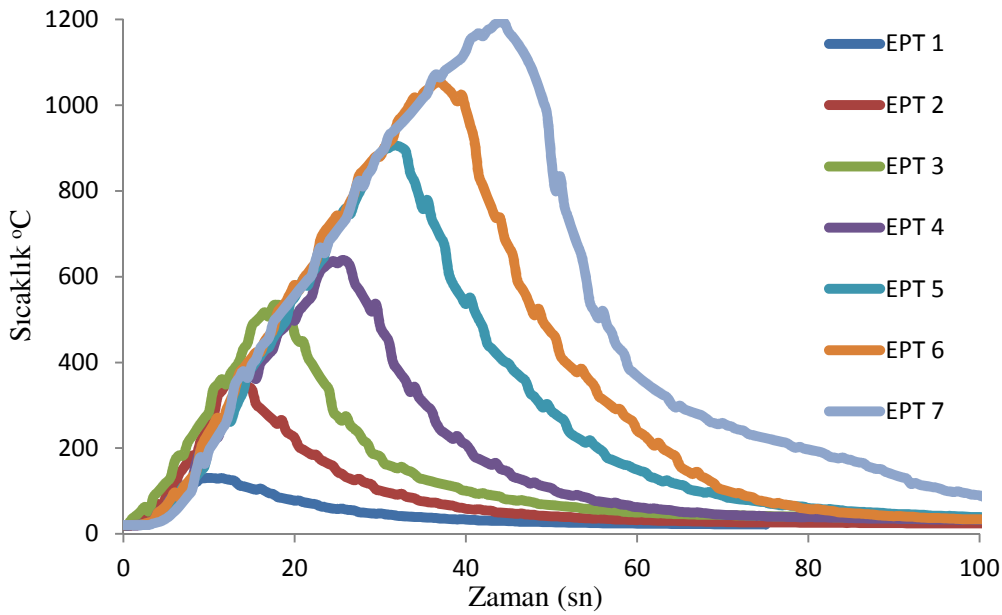
Sabit gerilim altında yapılan plazma yüzey sertleştirme uygulamalarında çok hızlı bir ısıtma gerçekleşmektedir, bu hızlı ısıtmanın önüne geçmek ve daha kararlı bir ısıtma rejimi oluşturmak amacı ile darbeleri gerilim uygulaması yapılmıştır.

Darbeleri gerilim, belirli periyotlarda yüksek gerilim ve yine belirli periyotlarda daha düşük gerilim uygulanması ile gerçekleştirilmektedir. Bu sayede numune üzerinde ani şok ısıtmasının önüne geçilir, daha kontrollü ısıtma sağlanmış olur ve termal şoktan kaynaklanan çatlamların önüne geçilir. Şekil 6.32’de 5 çevrim uygulanan darbeleri gerilime ait gerilim-akım grafiği verilmektedir.



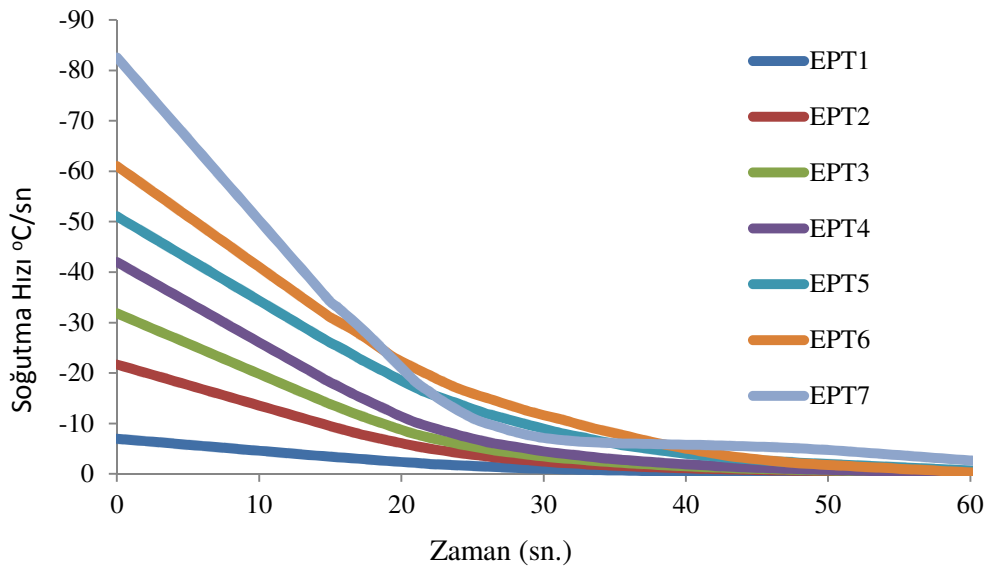
Şekil 6.32. Darbeleri gerilim uygulanan EPT 5 işlemine ait zamana bağlı gerilim ve akım grafiği

Grafikte her bir çevrimde 3 saniye 320 V ısıtma gerilimi 3 saniye 250 V bekleme gerilimi uygulanışı görülmektedir. Deneyle 1 ila 7 çevrim arasında gerçekleştirilmiştir. Darbeli gerilim çalışmalarına ait detaylar Tablo 5.6'da verilmiştir. Elektrolitik plazma işlemlerinde akım değeri birinci saniyede 100 amper olan akım değeri daha sonra plazma oluşumu ile tekrar 48-50 amper seviyesine düşmektedir. Elde edilen veriler Şekil 6.33'de grafik olarak gösterilmektedir. Isıtma hızı 30 °C/sn olarak gerçekleşmiş olup, darbeli gerilim kullanmadan yapılan ısıtma hızı olan 100 °C/sn den çok daha düşük olup arzu edilen kontrollü ısıtma gerçekleştirilmiştir.



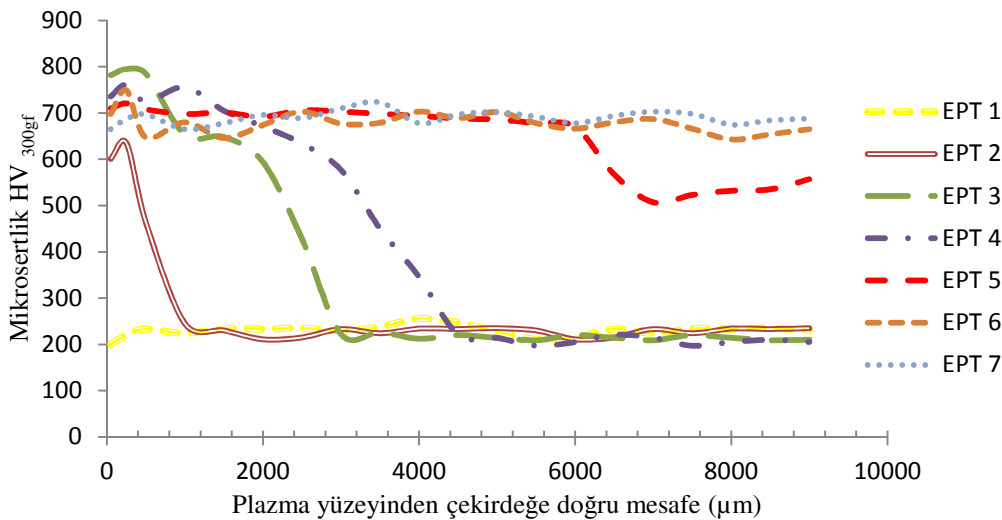
Şekil 6.33. 4140 çeliği, EPT1, EPT2, EPT3, EPT4, EPT6 ve EPT7 işlemlerine ait ısınma-soğuma eğrileri

4140 Çeliği üzerine yapılan darbesiz sabit voltaj yüzey sertleştirme işleminde (Şekil 6.25) 18 saniye sonunda 750 °C numune iç sıcaklığı elde edilirken, darbeli voltajda 18 saniye sonunda 475 °C civarında kalmıştır 750 °C sıcaklığa yaklaşık 26 saniyede ulaşılmıştır. Buradan da anlaşılacağı üzere darbeli voltaj uygulaması çeliklerde ısıtma ve sıcaklık kontrolü sağlamaktadır. 4140 çeliği EPT işlemlerine ait su verme sonrası kayıtları edilen eğrilerinin türevlerinden elde edilen soğuma hızlarına ait soğuma eğrileri Şekil 6.34'de verilmektedir. Eğrilere göre EPT 7 işleminde soğuma hızı 85 °C/sn, iken EPT 6 da ise 60 °C/sn civarında elde edilmiştir. Numune iç sıcaklığı yükseldikçe soğuma hızı orantılı olarak artmaktadır.



Şekil 6.34. 4140 çeliği, EPT1, EPT2, EPT3, EPT4, EPT6 ve EPT7 işlemlerine ait soğuma hızları

Yapılan çalışmada EPT1, EPT2, EPT3, EPT4, EPT6 ve EPT7 çevrimleri sonrası sertlik derinlikleri Şekil 6.35’de verilmektedir. Darbeli gerilimle yapılan yüzey sertleştirme işlemlerinde 3 çevrimden itibaren sertleşmenin olduğu anlaşılmaktadır. Şekil 6.35’de görüleceği üzere 1 çevrimde yüzey sertleştirme gerçekleşmemiştir. 2 çevrimli uygulamada çok az bir tabaka sertleşirken, 3 çevrimli uygulamada 500 HV ve üzeri sert tabaka kalınlığı 2400 μm olarak gerçekleşmiştir. 4 ve 5 çevrimli uygulamalarda ise 500 HV üzeri sertlikteki tabaka kalınlığı sırası ile 3300 ve 7000 μm olarak gerçekleşmiştir. 6 ve 7 çevrimli uygulamalarda ise sert tabaka kalınlığı tüm numune kalınlığı (10 mm) boyunca devam etmiştir.



Şekil 6.35. AISI 4140 çeliği EPT 1-2-3-4-5-6-7 çevrimleri sonrası sertlik derinlikleri

Sertlik derinliđi evrim suresinin artmasına paralel olarak artmakla birlikte, numune yuzeylerinde herhangi bir atlak gozlenmemiřtir (řekil 6.36). Ancak darbeli plazma uygulamasında 6 ve 7 evrimli numunelerde yuzey ergimeleri gerekleřmiřtir. Burada iřlem suresinin 36 ve 42 saniyelerde olması neticesinde sıcaklıđın 30 °C/sn ısıtma hızı ile yukselerek 10 mm kesitli numunelerde yuzeylerin ergimesine sebep olmuřtur.

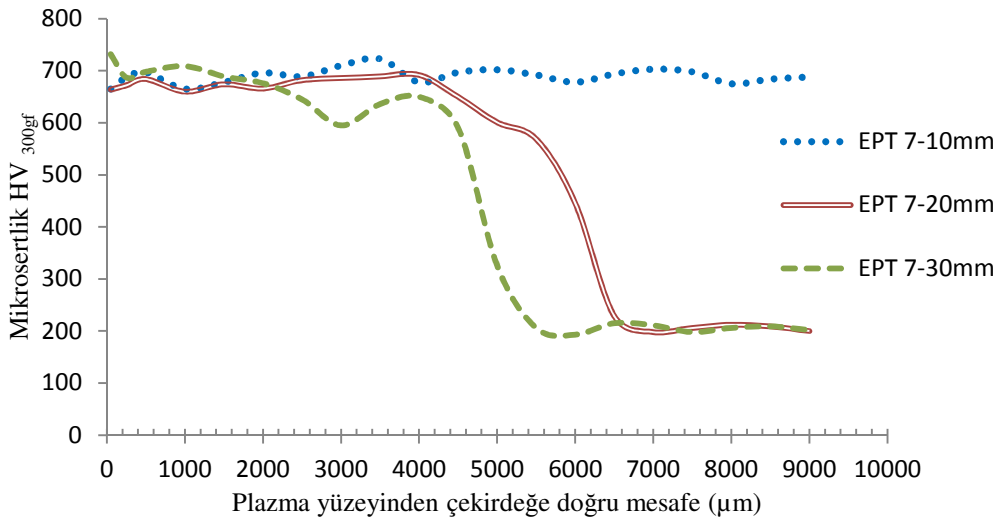


řekil 6.36. 4140 eliđi, EPT 1-7 evrimleri sonrası numune yuzeyinde oluřan plazma spotları

Farklı kalınlıkların etkisini incelemek iin 20 mm ve 30 mm kalınlıđında numuneler 7 evrim darbeli plazma iřlemine tabi tutulmuřlardır. Bu iřlemler sonrasında 20 mm olan numune yuzeyi EPT 5, 30 mm olan numune yuzeyi ise EPT 4'e benzerlik gstermiřtir.

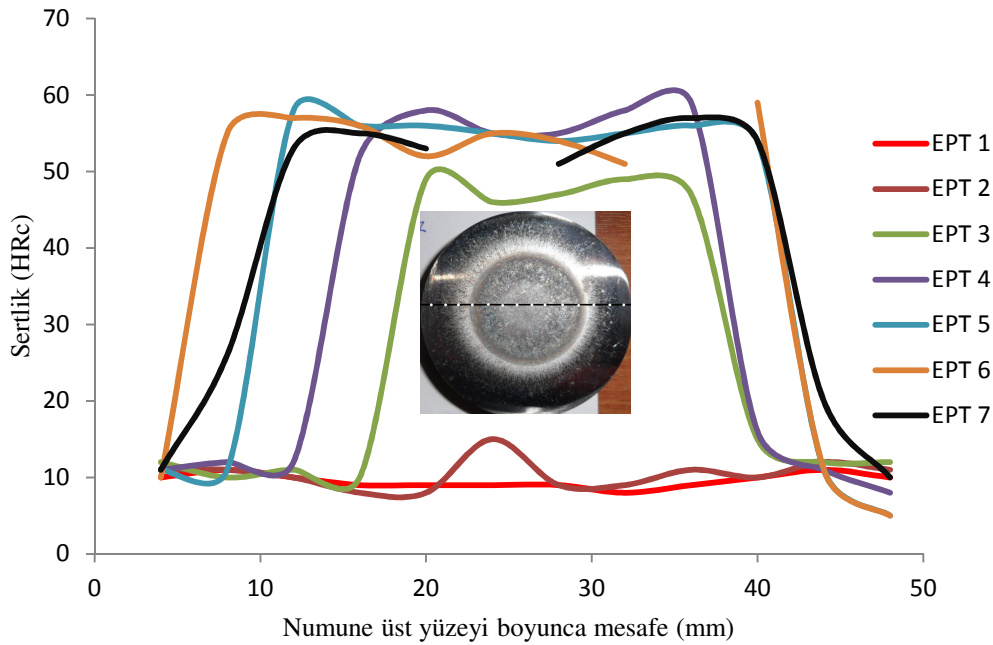
řekil 6.37'den de grleceđi zere 7 evrim sonunda 10 mm kalınlıđındaki numunenin sert tabaka kalınlıđı numunenin kalınlıđı boyunca korunurken, 20 mm ve 30 mm kalınlıđındaki numunelerde 500 HV ve zeri sert tabaka kalınlıkları sırası ile 5000 m ve 6000 m civarında gerekleřmiřtir.

20 ve 30 mm kalınlıđındaki numunelerde 7 evrim sonunda yuzeyde ergime meydana gelmemiřtir.



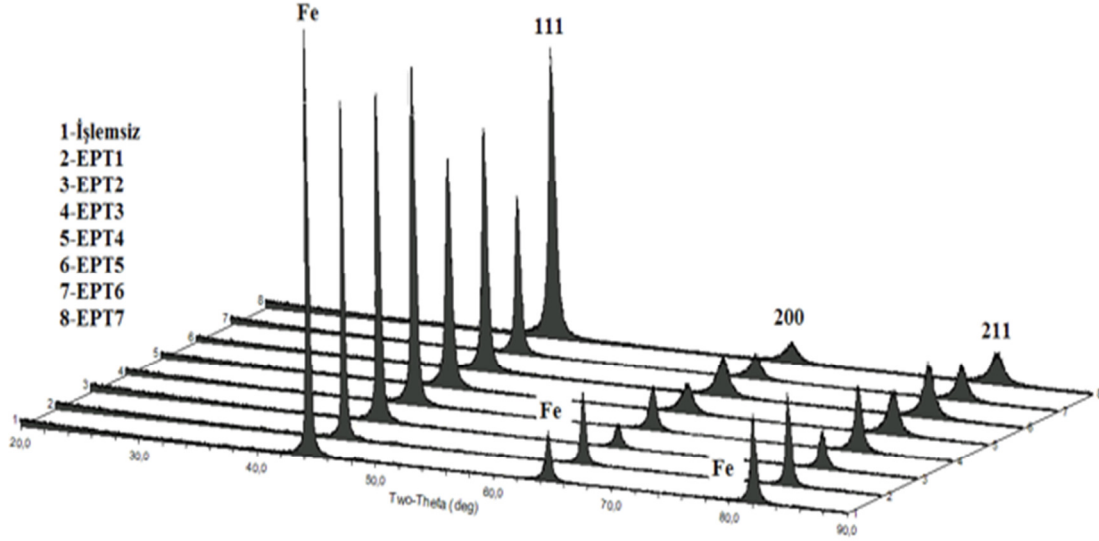
Şekil 6.37. 4140 Çeliği EPT 7-8-9 çevrimleri sonrası farklı kalınlıklara ait sertlik derinlikleri

Sertleşen bölgenin homojenliğini incelemek için elde edilen sertleşmiş spotların merkezlerinden geçecek şekilde çizgisel bir sertlik taraması yapılmıştır. Bu taramaya ait sonuçlar Şekil 6.38’de verilmektedir. Bu sonuçlara göre EPT 1 ve 2 gibi yeterli sıcaklığa ulaşamayan numunelerde sertleşme olmamıştır, aşırı ısıtmaya maruz kalan EPT 7 gibi numunelerde yüzey sertlikleri bölgesel ergimelerden dolayı hassas ölçülememiştir. Ancak diğer aralıktaki numunelerde sertlik değerleri plazma spotunun içindeki çap boyunca aşırı bir farklılık göstermemiştir.



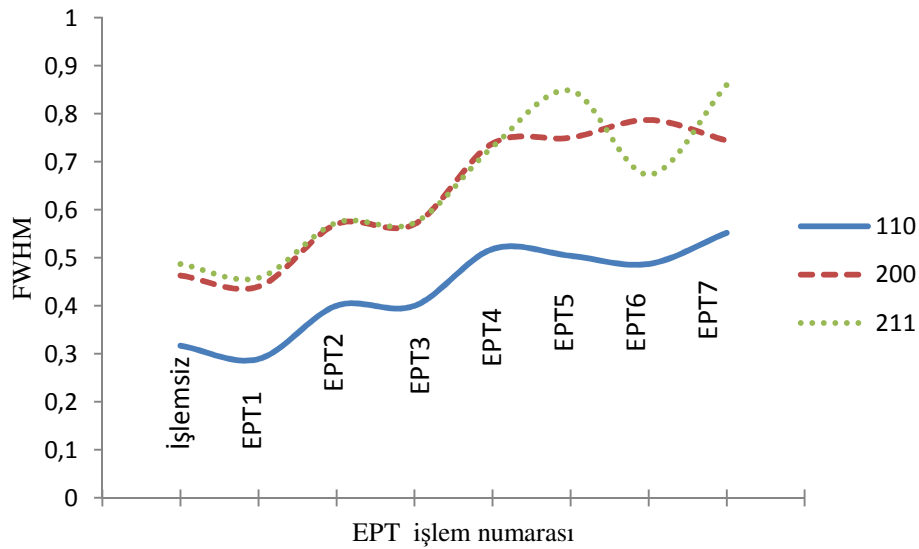
Şekil 6.38. 4140 çeliği, EPT çevrimleri sonrası plazma spotları HRC sertlik ve genişlikleri

Darbeli plazma uygulanarak yapılan yüzey modifikasyon işlemleri sonucu elde edilen 1 ila 7 çevri arasındaki numunelere X-ışınları analizi yapılmıştır. X-ışınlarına ait difraksiyon paternleri Şekil 6.39'da verilmektedir. Genel olarak işlemsiz numuneden itibaren işlem sayısının artışı ile 110, 200 ve 211 deki Fe pik şiddetleri azalarak genişleme göstermektedir.



Şekil 6.39. 4140 çeliği, işlemsiz numune ve EPT 1-7 işlemleri sonrası XRD sonuçları

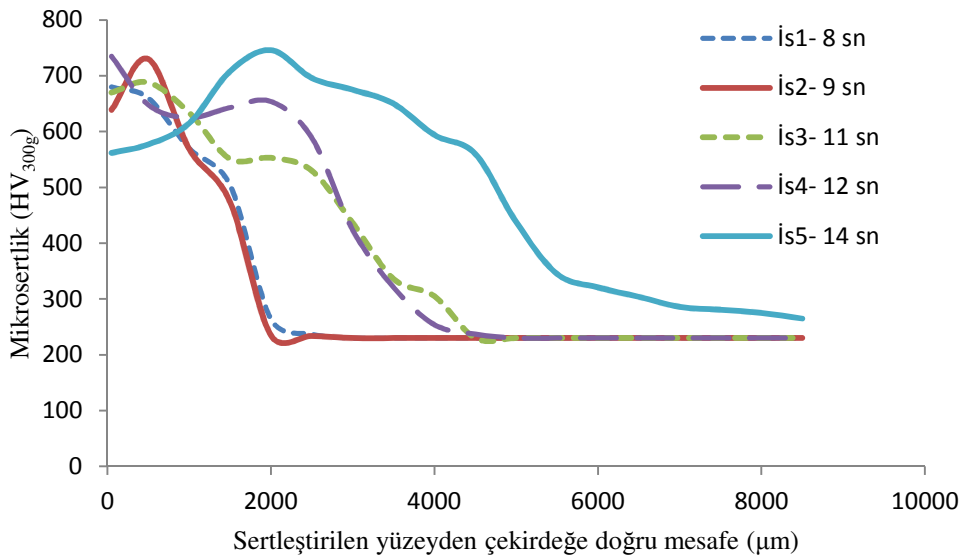
Şekil 6.40'da verilen FWHM değerleri incelendiğinde artan çevrim sayısına bağlı olarak FWHM değerleri artış göstermektedir.



Şekil 6.40. 4140 çeliği, işlemsiz numune ve EPT 1-7 işlemleri sonrası XRD-FWHM sonuçları

6.2.3. AISI 4140 çeliğinin indüksiyonla sertleştirme işlemleri

Elektrolitik plazma ile normal ve darbeli olarak yüzey modifikasyonu yapılan AISI 4140 çeliklerine karşılaştırma yapmak amacı ile günümüzde yaygın olarak uygulanan indüksiyonla sertleştirme işlemi yapılmıştır. İndüksiyonla sertleştirme çalışmaları 6, 8, 9, 11, 12 ve 14 sn. zaman dilimlerinde yapılmış olup, 6 saniye işlem gören numunede herhangi bir sertlik artışı elde edilemezken, sertlik derinlikleri artan ısıtma süresi ile orantılı olarak artmaktadır (Şekil 6.41).



Şekil 6.41. İndüksiyonla farklı ısıtma sürelerinde sertleştirilen AISI 4140 çeliğinin yüzeyden çekirdeğe doğru mikrosertlik- mesafe grafiği

Şekil 6.41'den görüleceği üzere 500 HV ve üzerindeki sert tabaka kalınlığı 8 ve 9 saniye işlem gören numunelerde 1400 ve 1600 µm olurken, 11 ve 12 saniye işlem gören numunelerde 2600 µm ve 2800 µm mertebesinde kalmıştır. 14 saniye işlem süresinde ise, 4800 µm derinliğinde sert tabaka elde edilirken yüzeyde çatlamlar meydana gelmiştir (Şekil 6.42).

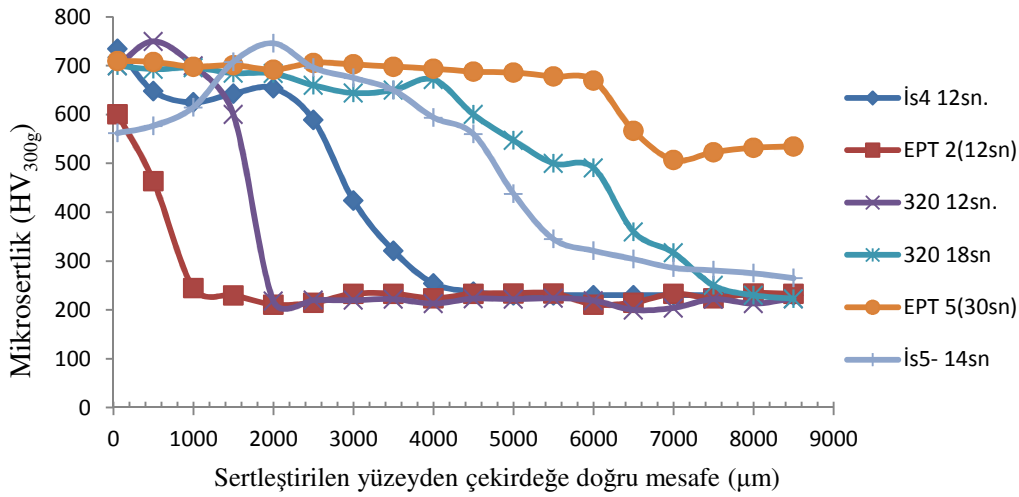


İndüksiyonla sertleştirilen yüzey

Çekirdek

Şekil 6.42. İndüksiyonla sertleştirme sırasında İs-5 numunesinde yüzeyden çekirdeğe doğru oluşan çatlak hattına ait görüntü

4140 çelikleri yüksek sertleşebilirliğe sahip çelikler olup, martenzit dönüşümünden kaynaklanan su verme çatlamları büyük problem teşkil etmektedir. Şekil 6.43'de çeşitli voltaj ve sürelerdeki elektrolitik plazma sertleştirilmenin ve 12 ile 14 saniye indüksiyonla sertleştirilmiş 4140 çeliklerindeki su verilmiş uçtan itibaren sertlik derinlikleri verilmektedir.



Şekil 6.43. AISI 4140 çeliğinin farklı yöntemlerle sertleştirilmesine ait sertlik derinlikleri.

500 HV ve üzeri sert tabaka kalınlıkları incelenecek olursa, 12 sn darbeleri voltaj uygulanan numune 400 µm sert tabaka kalınlığı elde edilirken 320 V sabit gerilimde aynı sürede 1600 µm sert tabaka oluşmaktadır. Aynı zaman zarfında indüksiyonla sertleşmede bu sert tabaka kalınlığı 2800 µm mertebesindedir.

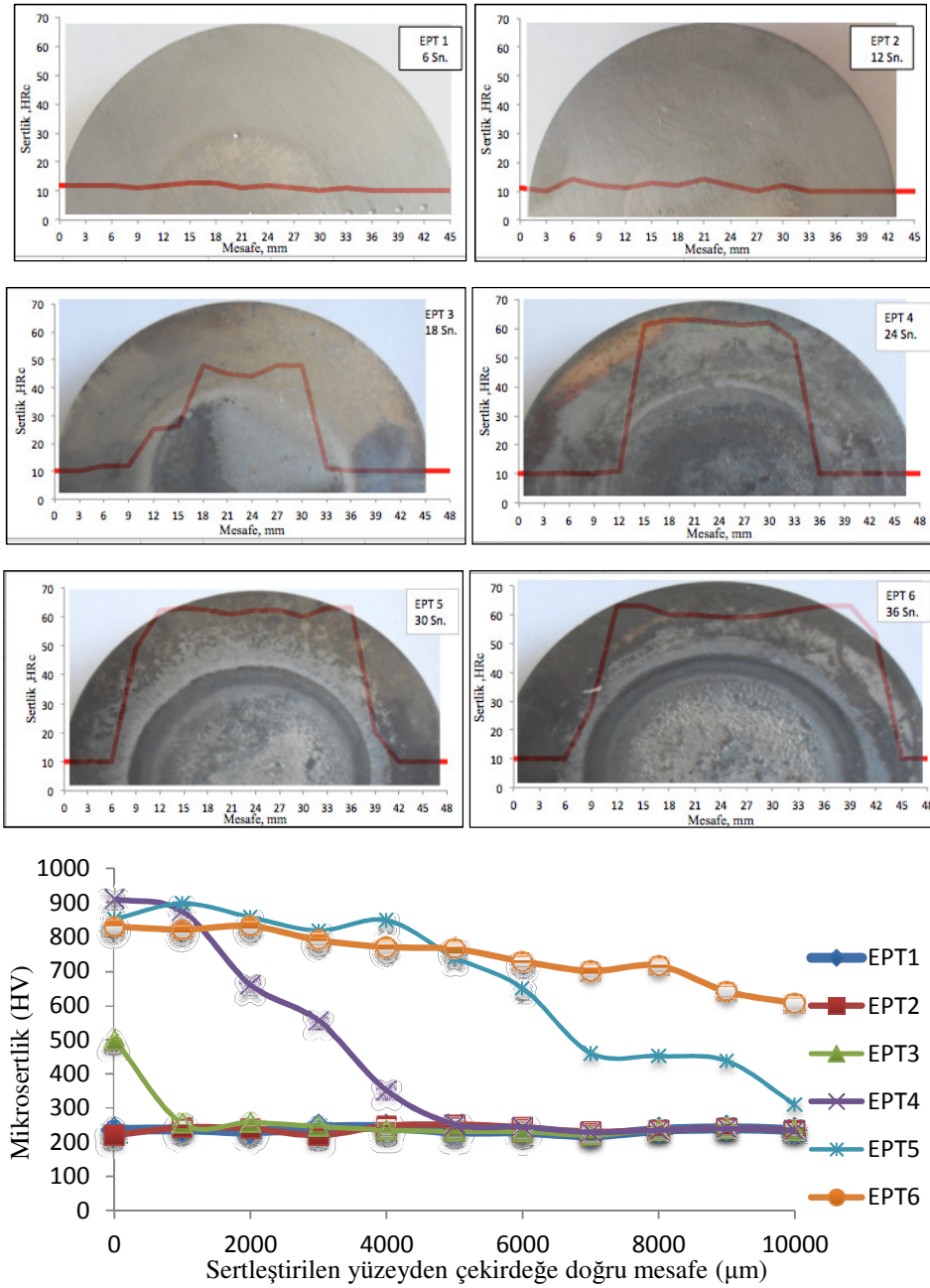
Bu sonuçlardan anlaşılacağı üzere indüksiyonla sertleştirme işleminde kısa işlem sürelerinde sertlik derinliği fazla olmaktadır. Ancak 14 saniye işlem gören indüksiyonla sertleşmiş numunenin sert tabaka kalınlığı 4800 µm olurken, numune yüzeyinde çatlamlar meydana gelmektedir. Bu çatlamlar imalat sektöründe kusurlu kabul edilerek malzeme, enerji ve işgücü kayıplarına sebep olmaktadır. Halbuki 4800 µm ve daha derin tabaka kalınlıkları malzemede çatlama yapmayacak şekilde 320 V 18 saniyede darbesiz plazma prosesinde ve 7000 µm ve üzeri sert tabaka kalınlığı da 30 saniye darbeleri plazma prosesinde elde edilebilmektedir.

Bu sonuçlardan görüleceği üzere 4140 çelikleri için en yüksek ve ideal sert tabaka derinliği darbeleri plazma uygulanarak elde edilmektedir.

6.3. 1.2333 Çeliği

6.3.1. 1.2333 çeliğinin darbeli gerilimler altında EPT işlemleri

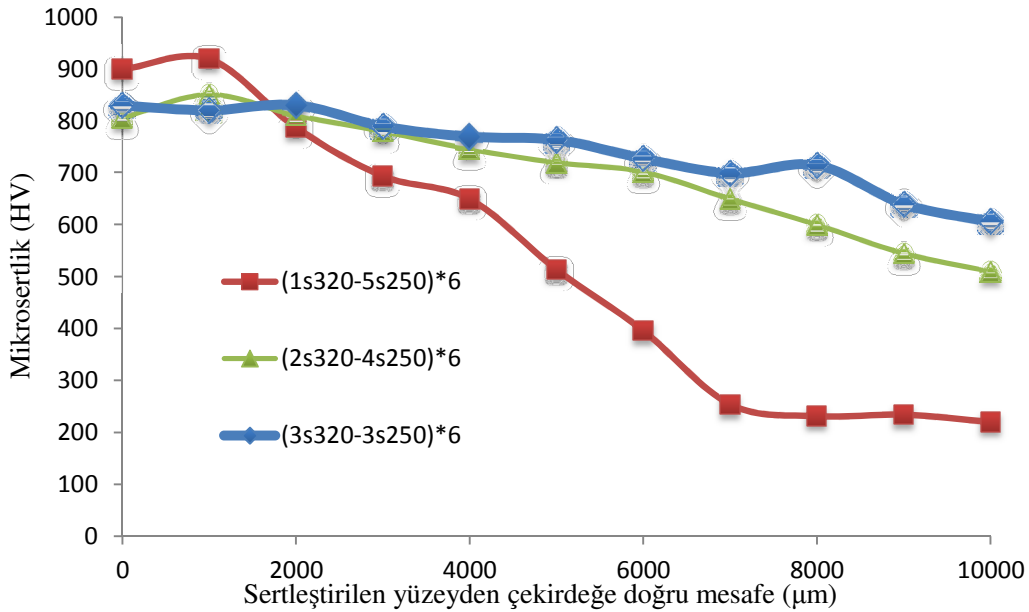
1.2333 soğuk işlem takım çeliği (Carumo), kesme flanşları ve form verme kalıplarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu tür çeliklerin su ile sertleştirilebilir olması tercih edilmesine neden olmaktadır. Bu çeliğe ait işlemler Şekil 6.44’ de verilmektedir.



Şekil 6.44. 1.2333 Çeliği EPT 1-2-3-4-5-6 çevrimleri sonrası plazma spotları ve sertlik derinlikleri

Şekil 6.44'deki mikrosertlik grafiğinden görüleceği üzere 6 sn. ve 12 sn. işlem uygulanan EPT 1 ve 2 numunelerin sertliklerinde herhangi bir değişim gözlenmezken, 18 sn (EPT 3). çevriminde yüzeye çok yakın mesafede 500 HV sertliğe ulaşılmıştır. 24 sn. ve 30 sn. çevrimlerde ise 500 HV ve üzerindeki sert tabaka kalınlığı sırası ile 3500 μm ve 7000 μm seviyelerinde gerçekleşmiştir. 36 saniyelik işlem sonunda 500 HV ve üzeri sert tabaka 10000 μm boyunca devam etmektedir.

Yapılan bir diğer çalışmada ise (Şekil 6.45) darbeleri plazmada ısıtma gerilimi (impuls) ve bekleme (pause) geriliminin etkileri incelenmiş olup, 1.2333 çeliğine 1sn 320 V ve 5sn. 250 V 6 çevrim, 2 sn 320 V ve 4 sn. 250 V 6 çevrim , 3 sn 320 V ve 3 sn. 250 V 6 çevrim darbe uygulaması yapılmıştır.

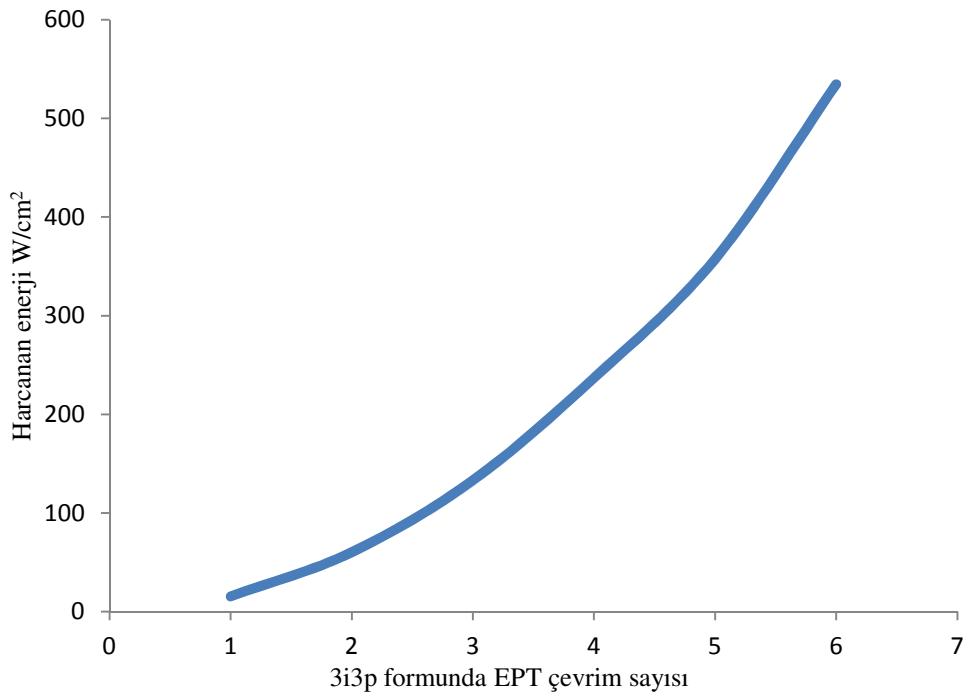


Şekil 6.45. 1.2333 Çeliği, EPT (1sn320-5sn250)*6, (2sn320-4sn250)*6, (3sn320-3sn250)*6 çevrimleri sonrası sertlik derinlikleri

Şekil 6.45'den görüleceği üzere yüksek voltajda tutma zamanı artarken, veya düşük voltaj bekleme zamanı azalırken sertleşme derinliği artmaktadır. Buna göre 500 HV ve üzeri sert tabaka kalınlığı 1sn 320 V ve 5sn. 250 V 6 çevrim uygulanan numunede 5000 μm iken, 2 sn 320 V ve 4 sn. 250 V 6 çevrimde 10000 μm , 3 sn 320 V ve 3 sn. 250 V 6 çevrimde 10000 μm üzerinde olmaktadır. Buradan da anlaşılacağı

üzere bekletme gerilimindeki 1 saniyenin ısıtma gerilimine aktarılması durumunda 5000 μm sert tabaka kalınlığı kazanılmaktadır.

Enerji tüketimi yaklaşımı ile bakılacak olursa, sistemden çekilen enerji her bir çevrim ve toplam çevrimler için Wattsaat olarak hesaplanmış olup birim alan başına düşen enerji Şekil 6.46'da verilmektedir.

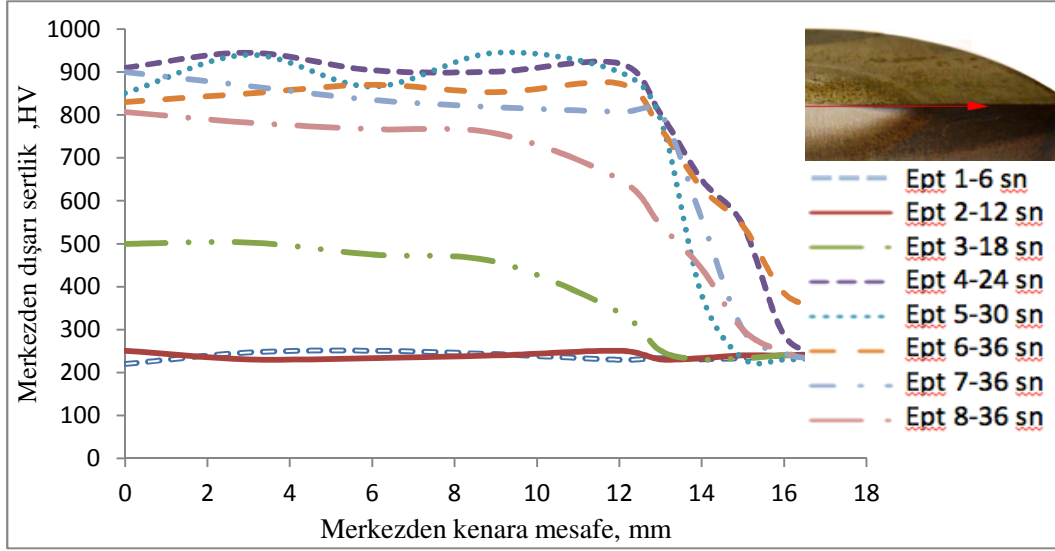


Şekil 6.46. 1.2333 Çeliği, EPT çevrimleri sonrası enerji tüketim grafiği

Şekil 6.46'dan anlaşılacağı üzere 1 çevrim zamanındaki artış ortalama 90 W/cm^2 enerji tüketirken sertleşme başladıktan sonra 1 çevrimdeki artış 500 HV ve üzerindeki sert tabaka kalınlığında 3500 μm artış sağlamaktadır.

Farklı ısıtma gerilimi sürelerindeki darbeli gerilim uygulamaları enerji ve ısıtma verimi bakımından incelenecek olursa, $(1\text{sn}320-5\text{sn}250)*6$, $(2\text{sn}320-4\text{sn}250)*6$, $(3\text{sn}320-3\text{sn}250)*6$ çevrimlerindeki enerji tüketimleri sırası ile 395, 468, 535 W/cm^2 şeklinde ölçülmüştür, aynı gerilimlerdeki ısıtma hızı ise numuneye takılı termokupuldan alınan sıcaklık verilerine göre, sırası ile 20 $^{\circ}\text{C}/\text{sn}$, 25 $^{\circ}\text{C}/\text{sn}$ ve 30 $^{\circ}\text{C}/\text{sn}$ civarlarında ölçülmüştür. Buradan da anlaşılacağı üzere bekleme gerilimindeki

1 saniyenin ısıtma gerilimine aktarılması ile 5000 μm sert tabaka kazanılırken, ortalama 70 W/cm^2 enerji tüketmektedir.



Şekil 6.47. Numunelerin plazma yüzeyine paralel yapılan mikrosertlik sertleşme genişliği sonuçları

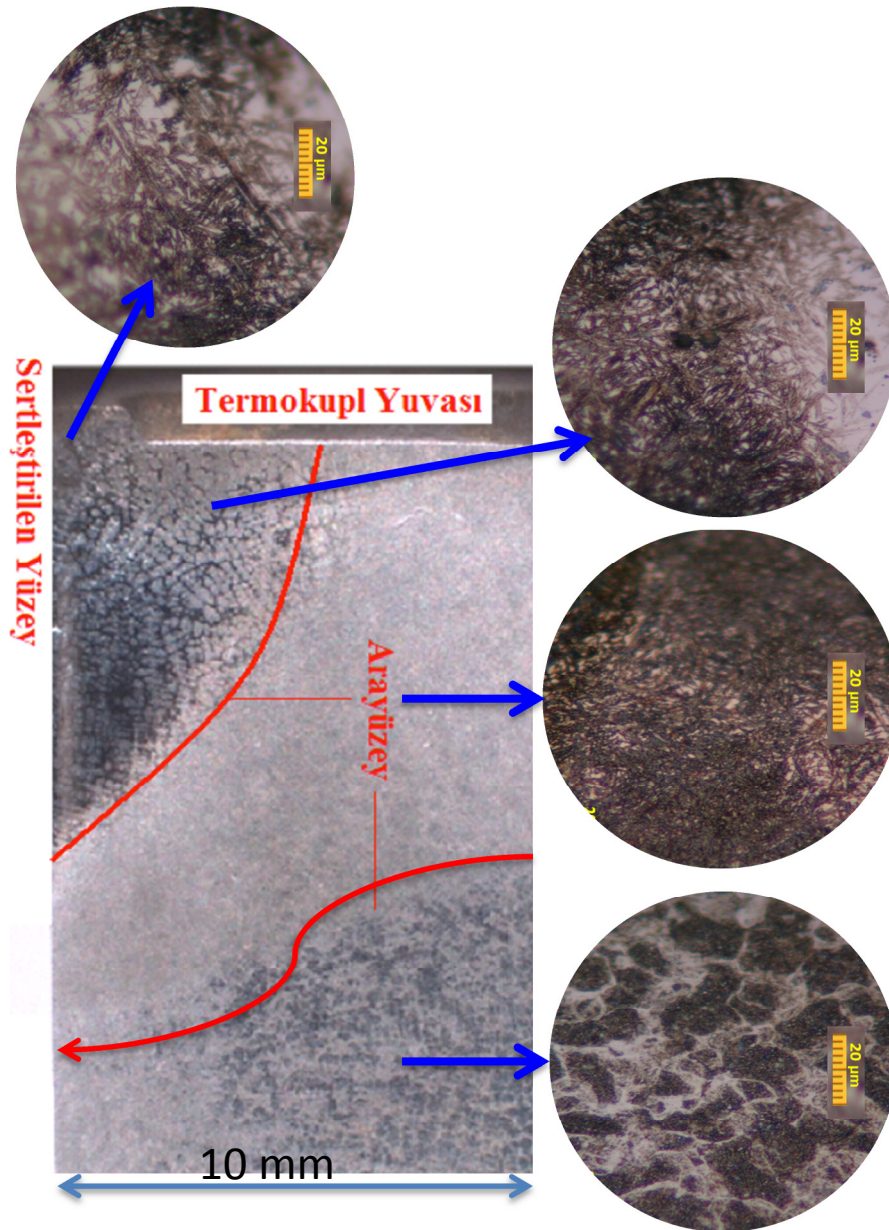
Merkezden kenara paralel olarak plazma yüzeyinden ölçülen mikrosertlik sonuçları Şekil 6.47'de verilmektedir. Bu yöntemle plazma soputunun çapı ve spotun bitiminden sertlik almayan bölgeye olan ara geçiş bölgeleri tespit edilmiştir. 24 sn, 30 sn işlem gören numunelerde 30-32 mm çapında sertlik alanı elde edilmiştir. Sertlik değerleri spot boyunca homojenliğini korumuştur.

1.2333 çeliğinde elde edilen sertlik değerleri 1040 ve 4140 çeliğine göre daha yüksek seviyelerde olup 60-64 HRC arasında olarak ölçülmüştür. 1.2333 çeliğine ait HRC sertlik sonuçları EK-C de verilmektedir. Aynı şekilde mikrosertlik değerlerinin 800-900 HV bandında olduğu tespit edilmiştir. Sertlikteki artışın nispeten yüksek karbon (% 0.6) ve krom elementi (%4.5) içermesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Nitekim karbon içeriğine bağlı sertleşme karbon atomlarının martenzitik kristal yapı içindeki oktahedral boşluklara sıkışması ile meydana gelmektedir [86,111].

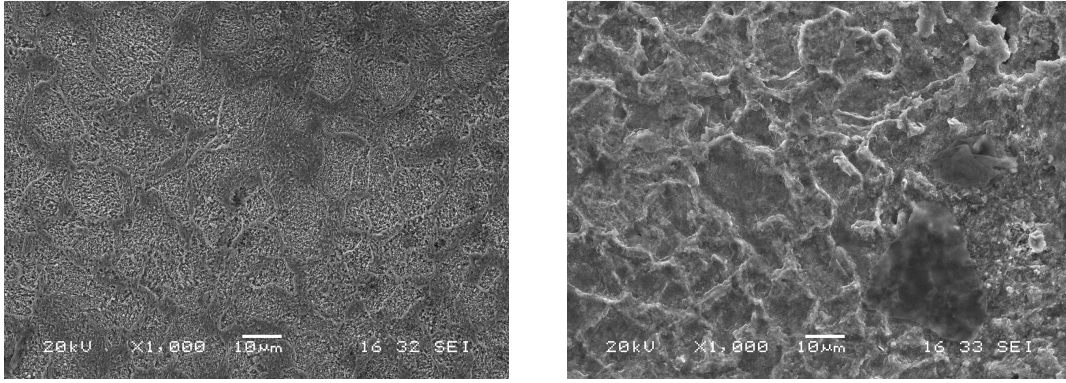
Ayrıca Cr, Mn, Ni gibi alaşım elementleri TTT eğrilerini sağa doğru öteleyerek, soğumayı takiben %100 martenzit elde etmek için yeterli zaman sağlamaktadır [94].

Martenzitik dönüşüme uğramış spot ve çeyrek daire şeklinde sertleşen bölge numune içine doğru ilerleme göstermekte, martenzitik fazdan sonra geçiş zonu başlamakta, bu geçiş zonu boyunca sertlik düşmektedir.

Geçiş zonu malzemenin orijinal formuna kadar devam etmektedir. Bu formlar makro dağlama işlemi ile gözle dahi net bir şekilde ayırt edilmektedir. Şekil 6.48. EPT işlemi sonrası sertleşen yüzeyden alınan kesitin (ara yüzey) stereo ve optik mikroskop mikroyapılarını göstermektedir.



Şekil 6.48. EPT işlemi sonrası sertleşen yüzey ve arayüzey tipik stereo mikroskop görüntüsü (1,2333)



(a)

(b)

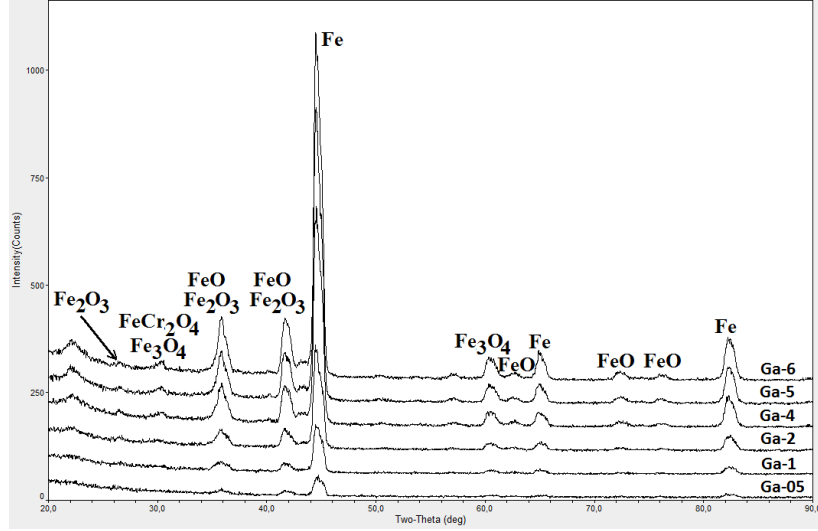
Şekil 6.49. Sertleştirilen yüzeye ait farklı bölgelerden çekilmiş SEM görüntüleri (a) EPT 5, (b) EPT 6

EPT süresine bağlı olarak mikro yapıdaki değişim Şekil 6.49'daki SEM görüntülerinde verilmektedir. Buna göre 30 sn. işlem gören numuneye oranla 36 sn. işlem gören numune, aşırı ısıtmaya bağlı olarak farklı mikro yapı içermekte yer yer martenzitik yapı görülürken yer yer tane kabalaşması görülmüştür. Mikroyapıda kromun yüksek olduğu bölgeler açık renkli dairesel şekiller olup kromkarbür oldukları öngörülmektedir. Nitekim krom, vanadyum gibi karbür oluşturu elementler dane sınırlarında çökelmek sureti ile tane yapısını inceltirken, sertleşme bilirligi arttırmaktadır [112].

6.3.2. XRD ve yüzey pürüzlülük incelemeleri

Elektrolitik plazma işlemi ile yüzeyde oluşan değişim ve yeni fazlar farklı XRD yöntemleri kullanılarak analiz edilmiştir. Bu yöntemlerden birincisi numune yüzeyinde oluşan katmanları altlıktan ayırt etmek için tercih edilen ve numune yüzeyine düşük açılarla ve belirli aralıklarla artırılarak yapılan "Glancing Angle" adı verilen yöntemdir [113].

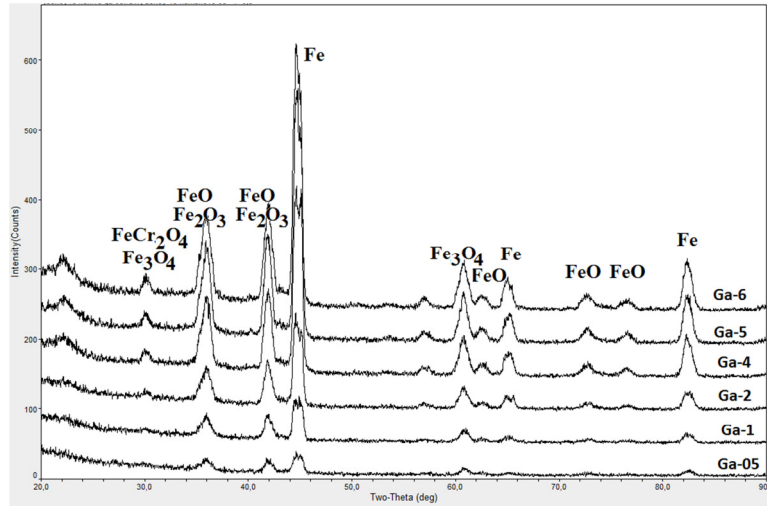
24 sn (EPT 4) işlem sonrası numune yüzeyine 0.5, 1, 2, 4, 5 ve 6 derece açılarla x-ışını göndererek yapılan ölçüm sonucu elde edilen paternler Şekil 6.50'de verilmektedir. Yapılan çözümlenme sonucu oluştuğu düşünülen fazlar grafik üzerinde gösterilmiştir. Genel olarak oksidasyon gerçekleşmiş, artan açığa bağlı olarak 45, 65 ve 83 derecelerde bulunan Fe pik şiddeti artmıştır. Düşük X-ışını açılarında gürültü ve amorf pik yapısı görülmüştür.



Şekil 6.50. EPT-4 Numunesine ait 0,5-6 derece ışın gelme açılarında çekilen XRD paternleri

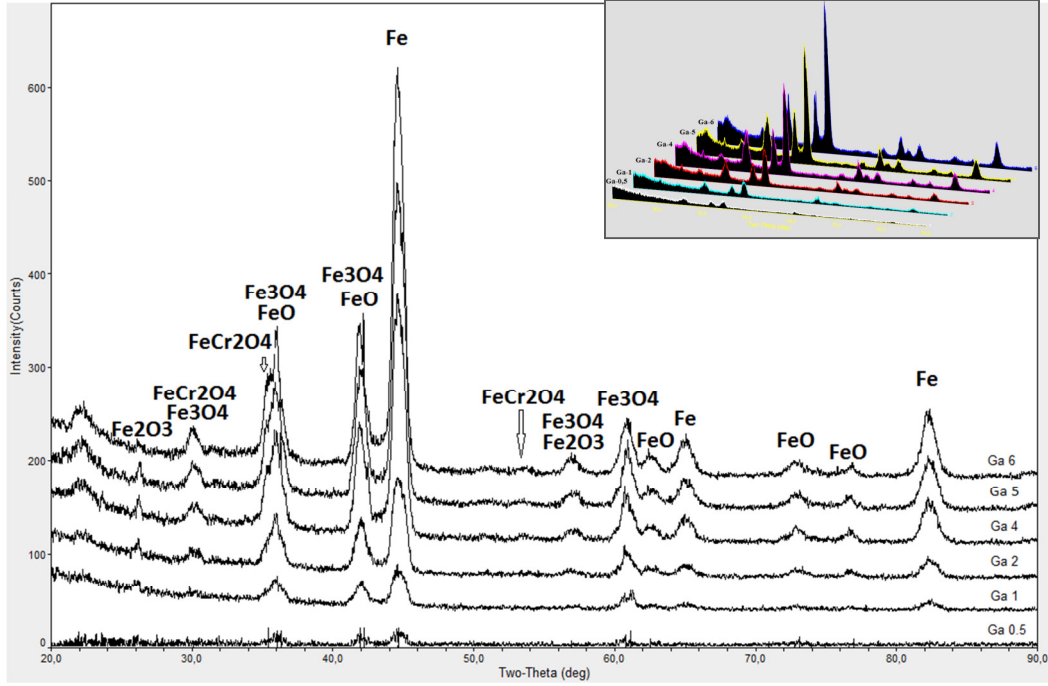
Ayrıca X-ışınları gelme açısı büyüdükçe demiroksit pikleri görülürken, FeCr_2O_4 (demirkromoksit) fazının da varlığı gözlemlenmiştir.

Şekil 6.51'de artan EPT işlem süresinin (30 sn.) etkisi daha açık bir şekilde gözlenmiştir. EPT 4 (24 sn) ile aynı tarama açılarında, EPT 5'deki oksit piklerinin daha şiddetlendiği görülmektedir.



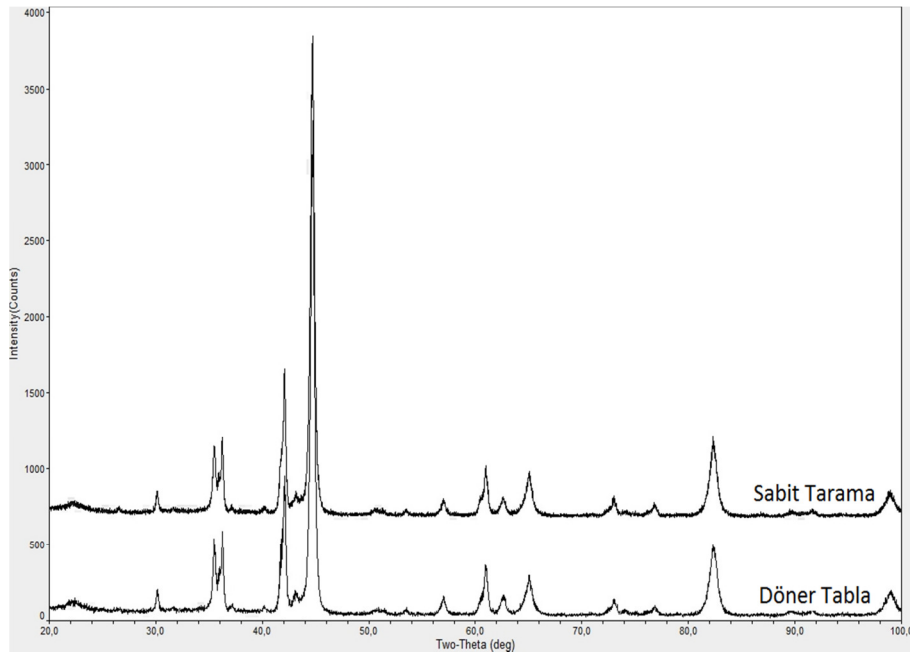
Şekil 6.51. EPT-5 Numunesine ait 0,5-6 derece ışın gelme açılarında çekilen XRD paternleri

Şekil 6.52'de ise yine aşırı plazma sıcaklığına bağlı olarak yüzeyde teşekkül eden oksit filmin daha yoğun ve pik şiddetlerinin daha yüksek olduğu görülmüştür (36 sn.). Aynı zamanda 26 ve 54 derecelerde yeni oksit formalarının ait pikler oluşmuştur.



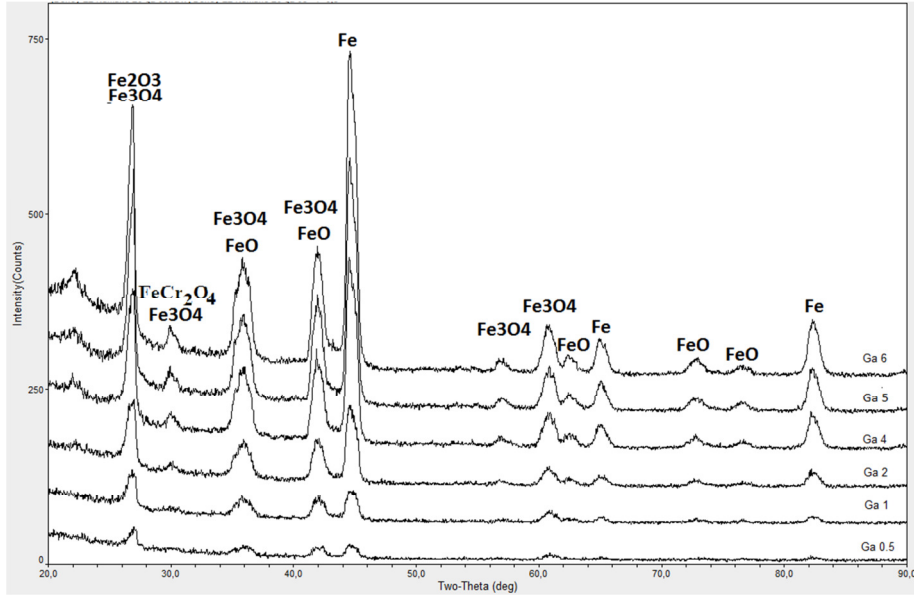
Şekil 6.52. EPT-6 numunesine ait 0,5-6 derece ışın gelme açılarında çekilen XRD paternleri

Şekil 6.53’de 20-100 derece arasında numunenin sabit tutulması ve numunenin kendi etrafında döndürülmesi sureti ile taranmıştır. İki patern arasında pik şiddeti ve genişliklerinde bariz bir değişim olmadığı anlaşılmıştır. Bu sonuç plazma ile sertleştirilen spotun homojen bir yapıda olduğunu göstermiştir.

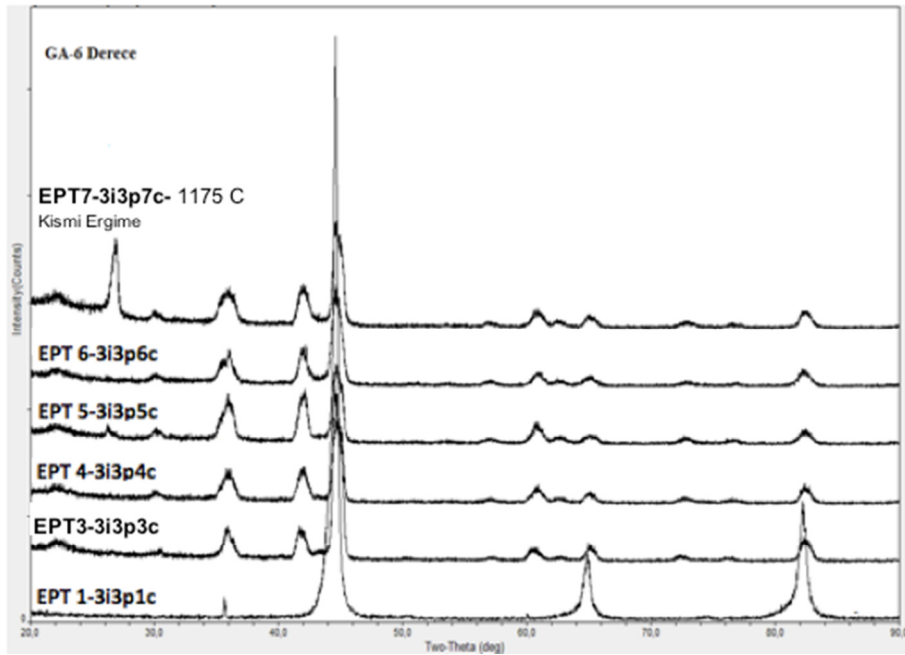


Şekil 6.53. EPT-6 Numunesine ait 20-100 derece aralığında numunenin sabitlenerek ve 360 derece döndürülerek çekilen XRD paternleri

7 çevrim yapılarak yüzeyi ergitilmiş bir numune üzerinde de x-ışını incelemeleri yapılmıştır. Bu şekilde aşırı sıcaklığın yüzeydeki etkisi görülmeye çalışılmıştır. Sonuç olarak oksit filmi kalınlığının ve tüm oksit piklerinin yüksekliğinin arttığı gözlenmiştir. 27, 36 ve 42 derecelerde görülen oksit piklerinin göze çarpan bir şekilde en çok artış gösteren pikler olduğu anlaşılmaktadır (Şekil 6.54).

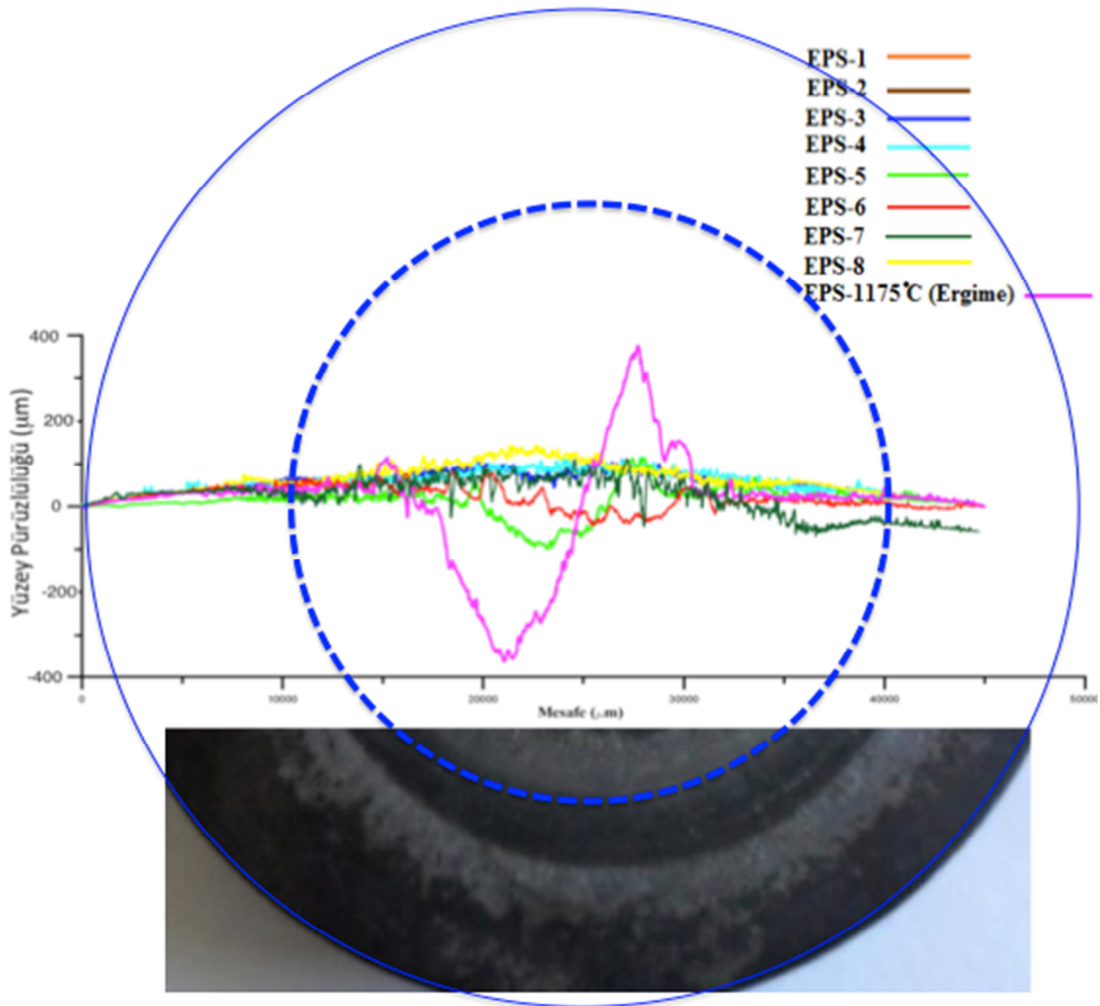


Şekil 6.54. Aşırı ısıtılmış numuneye 20-100 derece aralığında çekilen XRD paternleri



Şekil 6.55. 6 Derece X ışını gelme açısı ile çekilen XRD paternleri

Genel olarak sıcaklığın ve zamanın etkisi incelendiğinde, çevrim sayısı arttıkça numune üzerindeki oksit piklerinin oluşumu ve bu oksit piklerini şiddetinin de arttığı gözlenmektedir (Şekil 6.55). Şekilden de görüleceği üzere 1 çevrimlik süreçte malzemenin yüzeyinde farklı bir pik teşekkül etmezken sertlikte de bir değişiklik meydana gelmemiştir, 44, 62, 83 derecelerde demir pikleri tespit edilmiştir. Çevrim sayısının artması ile işlem süreci ve buna bağlı yüzey sıcaklığı artmakta ve bu derecelerdeki pikler martenzit piklerine dönüşmektedir [62]. Bununla birlikte süreç ve yüzey sıcaklıktaki artış Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , $FeCr_2O_4$ ve FeO fazlarının oluşmasına yol açmaktadır. Yüzey oksidasyonu 3 çevrimden başlamış 7 çevrime kadar artarak devam etmiştir. Numunelerin döndürülmesi sureti ile yapılan standart x-ışını analizinde yine benzer şekilde artan çevrim süresinin yüzeyde daha kalın oksit film oluşturduğu anlaşılmıştır. En yüksek yüzey oksidasyonu ve gürültülü patern aşırı ısıtılmış numunede gözlenmiştir.

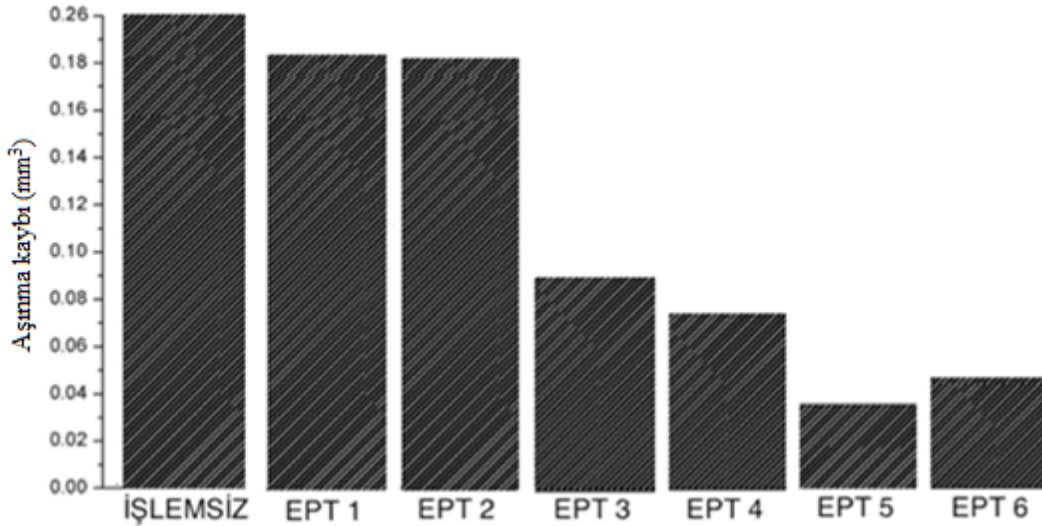


Şekil 6.56. Sertleştirilen yüzeylerin pürüzlülük profili (Kesikli Daire Plazma spotunu, Düz daire Numune Çapını göstermektedir)

EPT işlemleri neticesinde plazma ile oluşturulan spot boyunca yüzey profilometresi ile ölçülen pürüzlülük sonuçları Şekil 6.56'da verilmektedir. EPT işlemlerinde pürüzlülük 100 μm seviyesinde ölçülürken EPT 6 ve aşırı ısıtılan numunelerde yükseltir ve çöküntüler şeklinde ortalama 400 μm genlik göstermiştir. Pürüzlülük genel olarak plazma spotunun merkezinde yoğunlaşmıştır. Bu yoğunluk, plazma etkisi ile sıcaklığın merkezde yoğunlaşmasından kaynaklanmaktadır.

6.3.3. Aşınma deneyleri

Çalışmadan elde edilen EPT 1-EPT 6 deney numunelerine aşınma testleri uygulanmış olup, işlemsiz numune ile EPT 1 ve EPT 2 nolu numuneler hemen hemen aynı sonuçları göstermiştir (Tablo 5.11). EPT 1 ve EPT 2 numunelerinde işlem süresinin yetersizliği neticesinde, işlem gören yüzeylerde bir sertlik artışı meydana gelmemiştir, bu nedenle aşınma özelliklerinde göze çarpan bir değişim olmamıştır. (Şekil 6.57)



Şekil 6.57. Tüm numuneler için 10 N -30 dakika aşınma deneyi şartlarındaki aşınma kayıpları

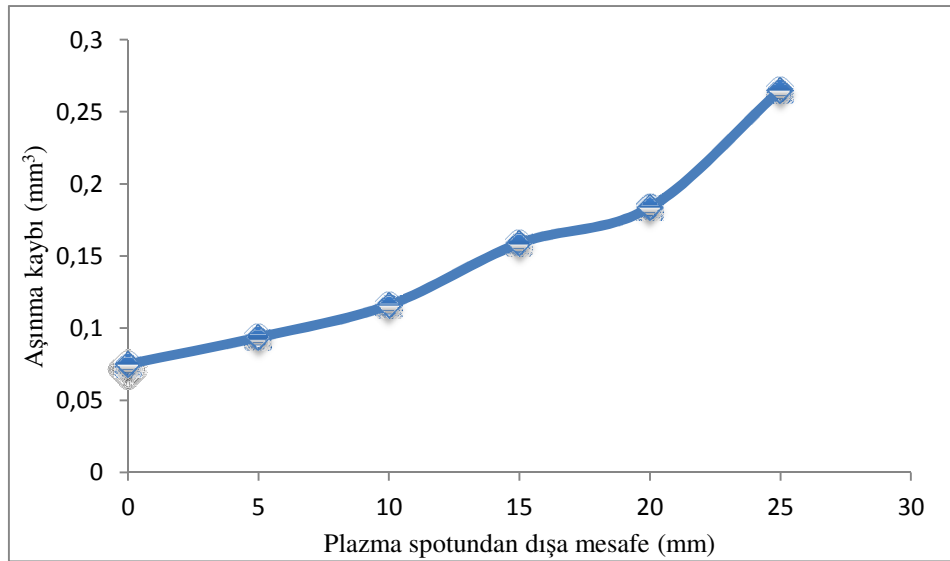
Şekil 6.57'den görüleceği üzere 10 N yük ile 30 dakika (180 m) gerçekleştirilen deney neticesinde plazma işlem zamanındaki artış aşınma kayıplarını azaltmıştır.

Deney numunesinin farklı bölgelerinin aşınma direnci EPT 4 numunesi için, plazma spotunun merkezinden 5 mm aralıklarla dışarı doğru incelendiğinde (Şekil 6.58),

merkezden işlemsiz alana doğru gidildikçe aşınma direncinin azaldığı anlaşılmaktadır (Şekil 6.59).



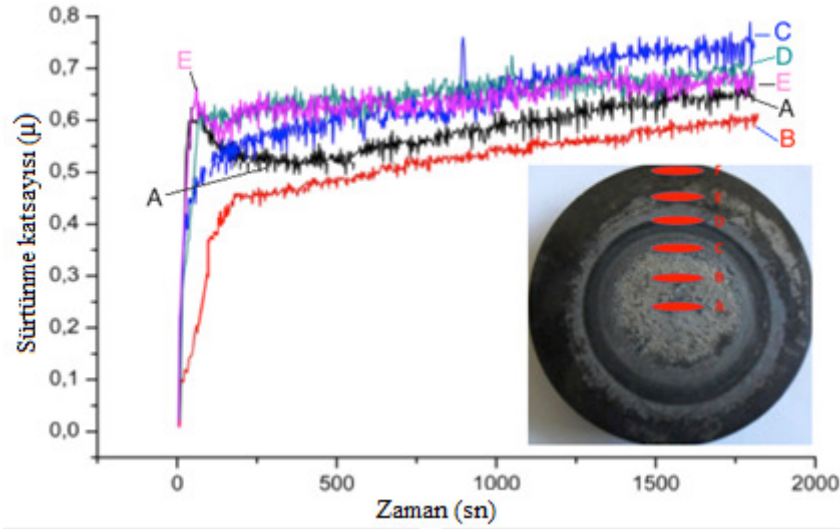
Şekil 6.58. Sertleştirme işlemi sonrasında yüzeyde oluşan spot üzerindeki farklı bölgelere ait aşınma izleri (EPT4)



Şekil 6.59. Plazma spotundan 5 mm mesafe ile dışa doğru yapılan aşınma deney sonuçları (EPT4)

Bu aşınma deneyleri neticesinde kayıt edilen sürtünme katsayıları Şekil 6.58’de gösterilmektedir. Sürtünme katsayıları deney süresindeki artışa bağlı olarak yavaş bir artış göstermiştir. Plazma spotunun iç kısmındaki aşınma Şekil 6.58’deki “A” bölgesine ait sürtünme grafiği siyah çizgi ile gösterilmiştir (Şekil 6.60). Aşınma B ile gösterilen deneyde sürtünme katsayısı 0,45 den başlayarak 0,6 μ değerine yükselmiştir. Bu değer deneyin başlaması ile statik bölge sonrası ve başlangıç

bölgesi içerisinde $0,65 \mu$ ya yükselmiş, daha sonra yüzey pürüzlülüklerinin bozulması ile $0,5 \mu$ ye gerileyip deney süresi olan 1800 saniye sonunda tekrar $0,6 \mu$ ye yükselmiştir. Sürtünme katsayısındaki artış aşınma izinin derinleşmesinden kaynaklanabilmektedir [114]. Şekil 6.60'daki B, C ve D bölgelerindeki sürtünme katsayısı ise ortalama $0,65 \mu$ değerinde kalmıştır. Yüzeyin zımparalanması ve parlatılması işlemi takiben yapılan aşınma deneylerinde ise sürtünme katsayısı yine ortalama $0,55-0,78 \mu$ aralığında lineer olarak artmak ve değişmekle beraber ortalama olarak $0,66 \mu$ değerinde ölçülmüştür. Plazma spotunun dışında aşınma oranı yükselmiştir. Plazma spotu matris ara yüzeyinde aşınma değeri ortalama 0.6μ 'de kalmıştır.

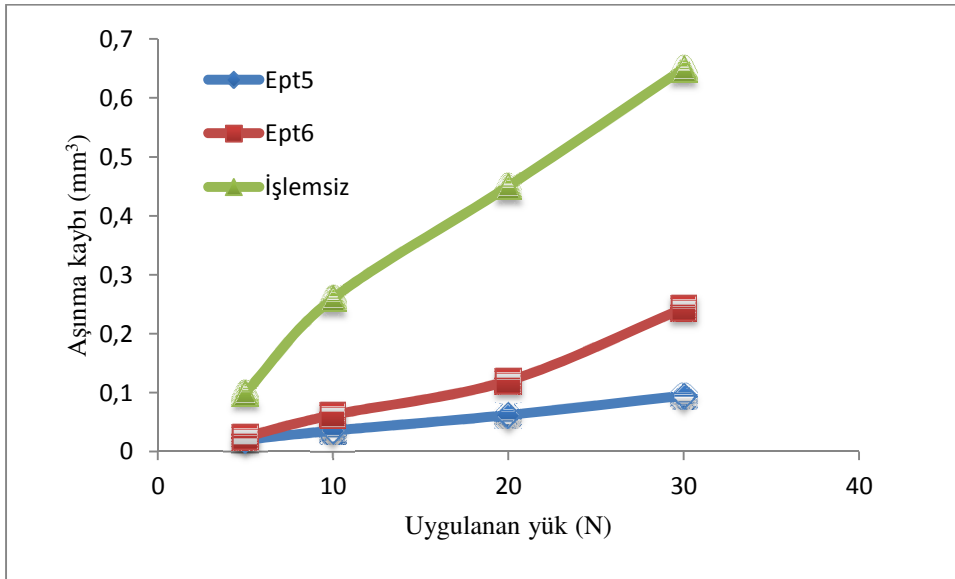


Şekil 6.60. Spot üzerindeki farklı bölgelere ait aşınma deneyleri sırasında kayıtlı sürtünme katsayıları

EPT-3 numunesinin sertleştirme işlemi sonrasında yüzeyde oluşan spot üzerindeki farklı bölgelere ait aşınma deneylerine ait sonuçlar Tablo 5.12'de verilmektedir. Tablo 5.12'de sonuçları verilen ve Şekil 6.58'de gösterilen A, B, C deneyleri; kayma mesafesinin etkisini, D bölgesi ara yüzey etkisini, E deneyi ise plazma spotu dışındaki ısıl tesir altında kalmayan bölgenin aşınma davranışını içerecek şekilde farklı aşınma süresi ve farklı bölgeler denenmiştir. Plazma spotunun içerisinde 10 N yük ile 180 metre kayma mesafesinde yapılan aşınma deneyleri sonrası aşınma izi pürüzlülüğü 3.82μ iken, plazma spotunun bittiği hattan itibaren aşınma izine ait pürüzlülük 5.29μ a yükselmiştir. Plazma spotunun iç kısmı ile dış kısmı arasında yaklaşık 2.5 kat bir aşınma kaybı farklı olmuştur. Plazma spotunun bittiği ara yüzey

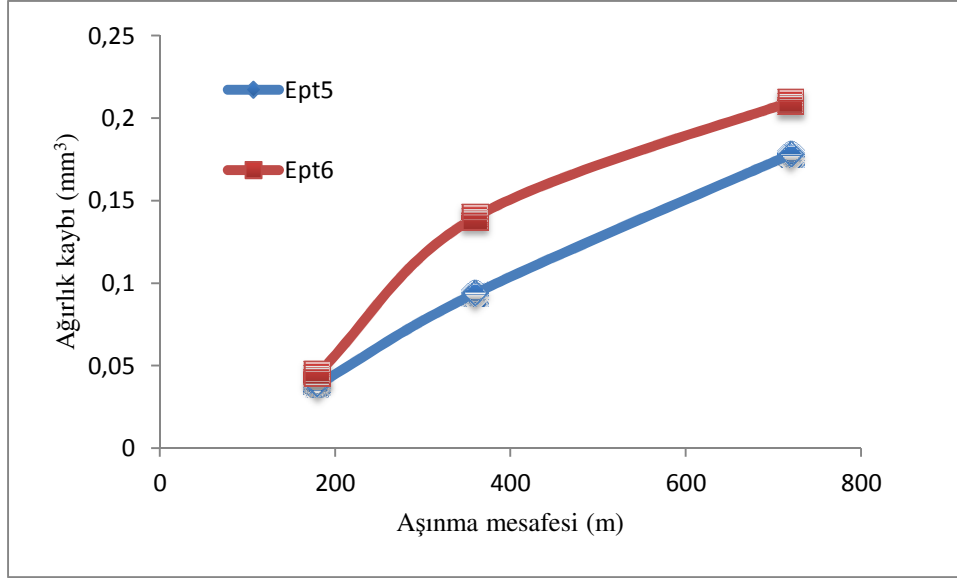
de aşınma kaybında 2 kat artış olmuş, ancak yine işlemsiz numuneye göre aşınma direncinde artış elde edilmiştir. Kayma mesafesi arttıkça aşınma kaybı ve aşınma izine ait pürüzlülük artmıştır.

EPT-5 numunesine ait aşınma deneyi sonrası profilmetre ile aşınma izi karakterizasyon sonuçları Tablo 5.13'de verilmektedir. EPT 5, EPT 6 işlemleri sonrasında plazma spotunu içerisinde kalan alanda artan yüke bağlı aşınma oranları ve işlem yapılmamış 1.2333 çeliğine ait farklı yüklerdeki aşınma deney sonuçları Şekil 6.61'de verilmektedir. Yük artışı aşınmada ki artışı beraberinde getirmiştir. 10 N'dan daha ağır yüklerde lineere yakın bir aşınma artışı gözlenmiştir. 5 N ile 30 N aralığındaki her yük değeri için en düşük aşınma EPT 5 numunesinde gerçekleşmiştir. Nispeten EPT 5'e göre yüksek aşınma gerçekleşen EPT 6 numunesinde meydana gelen aşınma plazma işlemi sonrasında meydana gelen pürüzlülük oranı yüksek yüzeydeki pürüzlerin kırılması ve uzaklaşması ile gerçekleştiği düşünülmektedir.



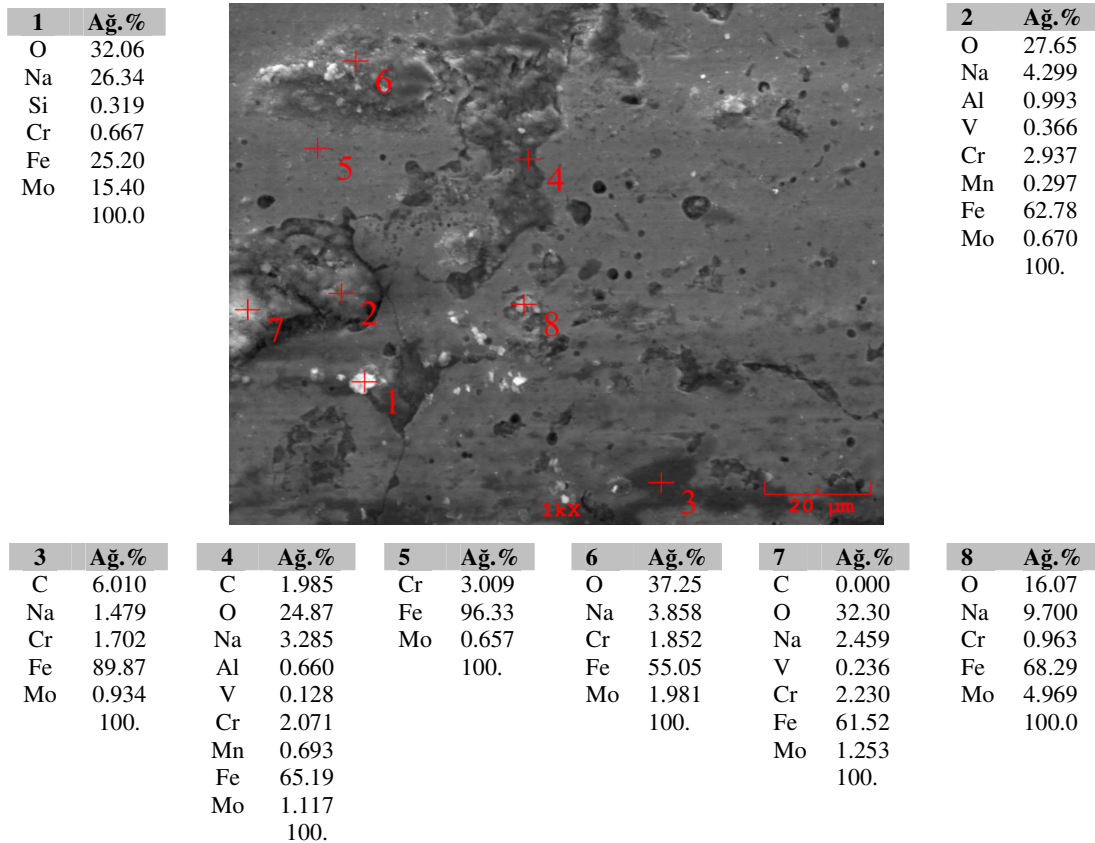
Şekil 6.61 Plazma spot alanı içinde yük-aşınma kaybı grafiği (EPT5, EPT6, İşlemsiz) Mesafe 180 m

Mesafe değişkenine bağlı aşınma kaybı grafiği Şekil 6.62'de verilmiştir. 180 metre ile 720 metre aralığında mesafeler aşınma yolu olarak belirlenmiştir. Ağırlık kaybı-mesafe grafiklerinden anlaşılacağı üzere artan kayma mesafesi ile aşınma kaybı artış göstermiştir. En az aşınma kaybı EPT 5 de görülmüş ancak çevrim sayısının EPT 6 ya artırılması ile tekrar aşınma kaybı artmıştır.

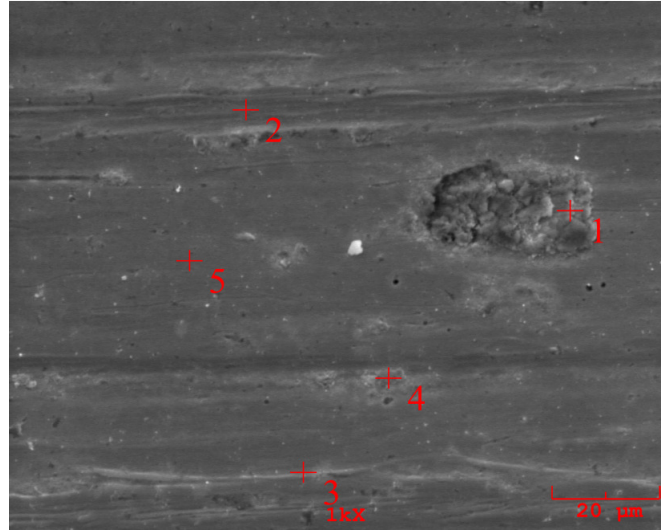


Şekil 6.62. Plazma spot alanı içinde kayma mesafesi-aşınma kaybı grafiği (EPT5, EPT6) Yük 10N

Şekil 6.63, Şekil 6.64 ve Şekil 6.65 sırası ile modifiye edilen plazma spotu üzerinde 10, 20 ve 30 N yük kullanılarak yapılan aşınma deneyleri sonrasında aşınma izinin SEM-EDS incelemesini göstermektedir.



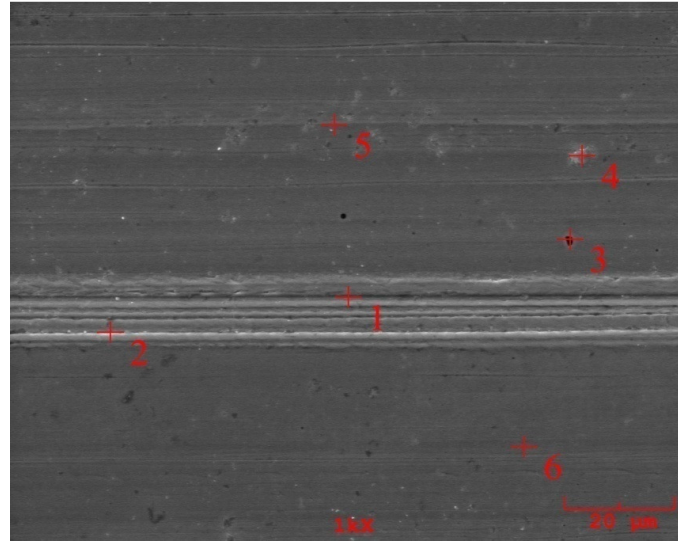
Şekil 6.63. Plazma işleminin sonrası aşınma iz ve ürünlerine ait SEM-EDS analizi (10N 30 Dk-EPT5)



1	Ağ. %	2	Ağ. %	3	Ağ. %	4	Ağ. %	5	Ağ. %
C	0.000	O	0.000	C	0.000	C	6.767	O	0.000
O	13.537	Cr	2.916	O	0.000	O	14.764	Cr	3.954
V	0.263	Fe	97.084	Si	1.189	Si	0.671	Fe	96.046
Cr	2.765		100.00	Cr	2.923	V	0.029		100.00
Mn	0.000			Fe	95.888	Cr	2.305		
Fe	83.436				100.00	Fe	75.463		
	100.00						100.00		

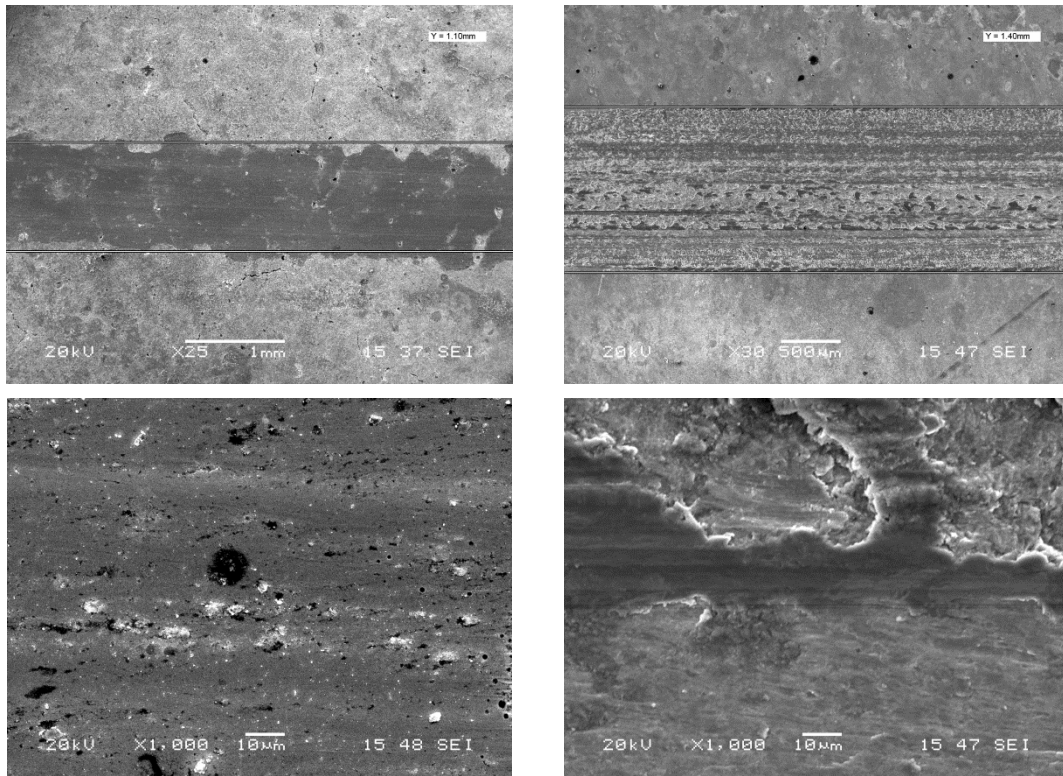
Şekil 6.64. Plazma işlemi sonrası aşınma iz ve ürünlerine ait SEM-EDS analizi (20N 30 Dk-EPT5)

Şekildeki içerisindeki rakamlar EDS analizi yapılan bölgeleri göstermektedir. EDS analiz sonuçları Aşınma izlerinin altında verilmektedir. 10 N yük altında derin yivler veya adhesiv davranış gözlenmemiştir bununla beraber şiddetli bir aşınma gerçekleşmemiştir. Modifiye işlem sonrasında hızlı ısınma ve soğuma etkisi ile oluşan tane incelmeleri ve yüzey oksitleri aşınma etkisini azaltmıştır. EDS ile bulunan sodyum ve yüksek oranda detekte edilen karbon elementinin elektrolitten veya numune hazırlama aşamasından kaynaklanabilmektedir. Oksit ise EPT işleminin tabiatı gereği yüksek sıcaklıkta oksijen difüzyonu ile gerçekleşmiştir [76,114]. Aşınma yükünün artması ile (20 N) iz karakteristiği abrazyon ağırlıklı olmakla beraber bir miktarda adhesif etki oluşmuştur. Aşınma yükünün 30 N olması ile aşınma şiddetlenmiş, aşınma ürünlerinin oluşturduğu derin ve ince yivler aşınma mekanizmasında etkili olmuştur. Aynı zamanda kısmi plastik deformasyon olduğu düşünülmektedir. Plazma ile modifiye edilen bölgenin içi ve modifiye edilmeyen bölgenin aşınma izleri Şekil 6.66'de verilmiştir. İşlem görmemiş numunede adhesif ve abrazyon etki altında kalan ciddi bir aşınma durumu gerçekleşirken, işlem görmüş numunede aşınma hasarı daha az seviyede kalmıştır.



1	Ağ. %	2	Ağ. %	3	Ağ. %	4	Ağ. %	5	Ağ. %
Si	1.149	Si	1.334	C	0.000	C	2.397	C	0.000
Cr	3.761	Cr	3.766	O	2.295	O	5.721	O	0.000
Mn	0.378	Mn	0.322	Si	0.763	V	0.032	V	0.506
Fe	94.713	Fe	94.578	Cr	2.935	Cr	3.353	Cr	4.116
	100.000		100.000	Mn	0.332	Mn	0.205	Mn	0.950
				Fe	93.675	Fe	88.293	Fe	94.428
					100.000		100.000		100.000

Şekil 6.65. Plazma işleminin sonrası aşınma iz ve ürünlerine ait SEM-EDS analizi (30N 30 Dk-EPT5)



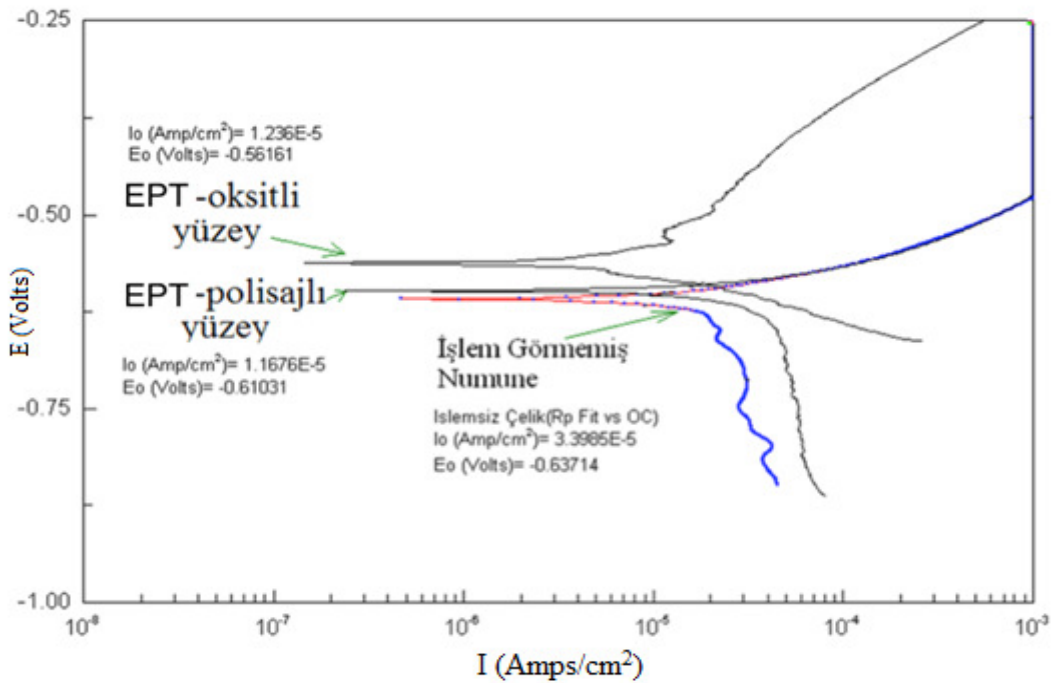
(a)

(b)

Şekil 6.66. Plazma bölgesi içi (a) ve dışı (b) aşınma izi SEM görüntüsü (10N 30 Dk-EPT5)

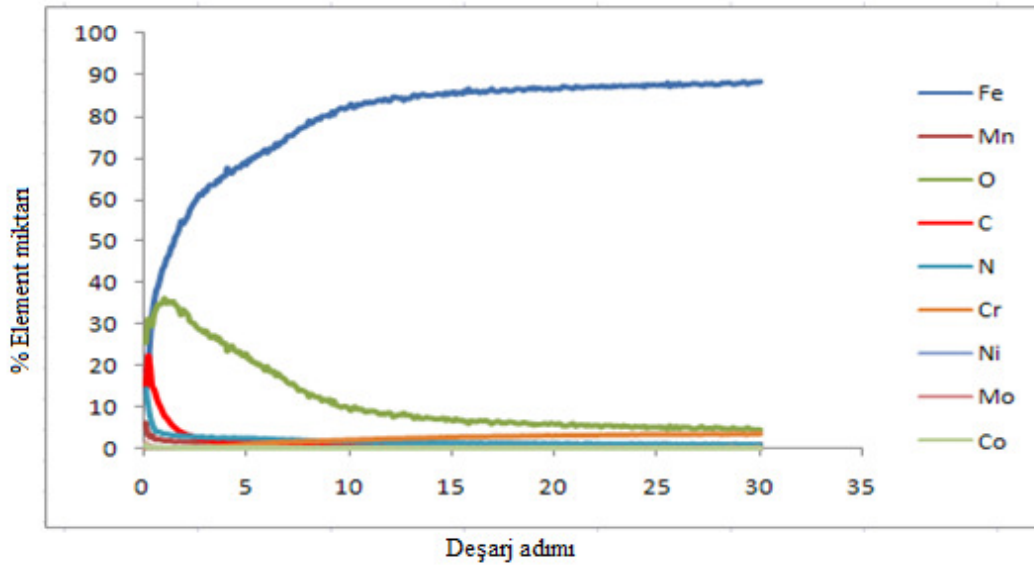
6.3.4. Korozyon deneyleri

EPT işleminin korozyon özellikleri hakkında genel bir kanı edinmek için, Potansiyodinamik korozyon testi yapılmıştır. Test sonuçları Şekil 6.67’de verilmektedir. Deney sonucuna göre EPT işlemi uygulanan numunenin E_{corr} değeri pozitif yönde artmış, EPT yüzeyinin parlatılması ile yapılan deneyde yine korozyon değeri işlemsiz numuneye göre düşük bir artış göstermiştir. Elektrolitik plazma işlemi korozyondaki artış yüzeyde oluşturulan mikro ergimelere ve bu ergimiş fazların yüzeyde çok ince yapılı bir film oluşturmasına bağlı olduğu düşünülmektedir [1, 60, 115]. Yaklaşık 100 nm kalınlığında olan 20 mikron tane boyutunda olan yüzeyde oluşan hızlı katılmış ince filmin [1] korozyon direncini artırdığı gözlenmiştir [23].



Şekil 6.67. Plazma işlemi sonrası ve işlem öncesi elektrokimyasal korozyon deneyi sonuçları

EPT işlemi sonrası yüzeyde meydana gelen elementel değişimi incelemek için yapılan GDOES analizi Şekil 6.68’de verilmektedir. Sonuçlara göre yüzeyden içeri oksijen konsantrasyonu artmaktadır. Artan oksijen konsantrasyonuna bağlı olarak, yüzeyde meydana gelen oksit yapı pasivasyon etkisi yapmakta, anodik çözünme akımını düşürmektedir, böylece korozyon direncinde artış olmaktadır [115,116]. Mikro galvanik etki azalmasına bağlı olarak, korozyon hızı azalmaktadır. [23].



Şekil 6.68. Plazma işlemi sonrası yüzeye uygulanan GDOES analiz sonuçları

6.4. 316 L Paslanmaz Çelik

6.4.1. 316 l paslanmaz çelik elektrolitik plazma difüzyon işlemleri

Şu ana kadar AISI 1040, AISI 4140, EU 1.2333 çeliğinin EPT ile yüzey sertleştirme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bulgular indüksiyonla sertleştirme gibi mevcut yöntemlerle mukayese edilmiştir. Ancak düşük karbon içeriğinden dolayı indüksiyonla sertleştirilmesi, mümkün olmayan çeliklerin yüzey işlemlerine değinilmemiştir. Bu bölümde EPT işlemleri sırasında kullanılan elektrolit içerisinde yapılan farklı ilavelerin, katot numune içerisinde difüze edilerek yüzey modifikasyonu amaçlanmıştır. Elektrolitik plazma prosesinde, elektrolit içerisinde çözündürülen organik, inorganik bileşenlerin sağladığı C, N, B gibi ara yer elementleri plazma deşarjları sırasında altık içerisinde nüfuz etmesi mümkün olmaktadır. Bu sebeple mühendislik malzemesi olarak çok yaygın kullanılan, EDS analizleri Tablo 6.2.de verilen 316L paslanmaz çeliği C, N ve B içeren elektrolitlerle difüzyon ve yüzey modifikasyon işlemine tabi tutulmuşlardır. 3 farklı elektrolit için 5 sn, 1 dk, 15 dk, ve 30 dk. olmak üzere 4 farklı zaman seçilmiştir. Difüzyon deneyleri sırasında proses parametreleri irdelenmiş, üretilen difüzyon tabakaları daha sonra optik mikroskopi, elektron mikroskobisi, sertlik, aşınma gibi incelemeler yapılmış ve sonuçlar tartışılmıştır.

Tablo 6.2. 316 L çeliğine ait parlatılmış yüzeyden alınmış EDS analiz sonuçlarını göstermektedir. Parlatılmış yüzeyde çok düşük miktarlarda karbon elementine rastlanmıştır. Farklı alanlardan yapılan ölçümler, yer yer çok az miktarda azot elementine rastlanırken bazı bölgelerde rastlanamamıştır. Cr ve Ni elementleri sırası ile % 18- % 8, demir ise % 69 seviyelerinde ölçülmüştür. Ayrıca % 3 seviyesinde de oksijene rastlanmıştır. Oksijen numune temizleme ajanlarından gelmektedir.

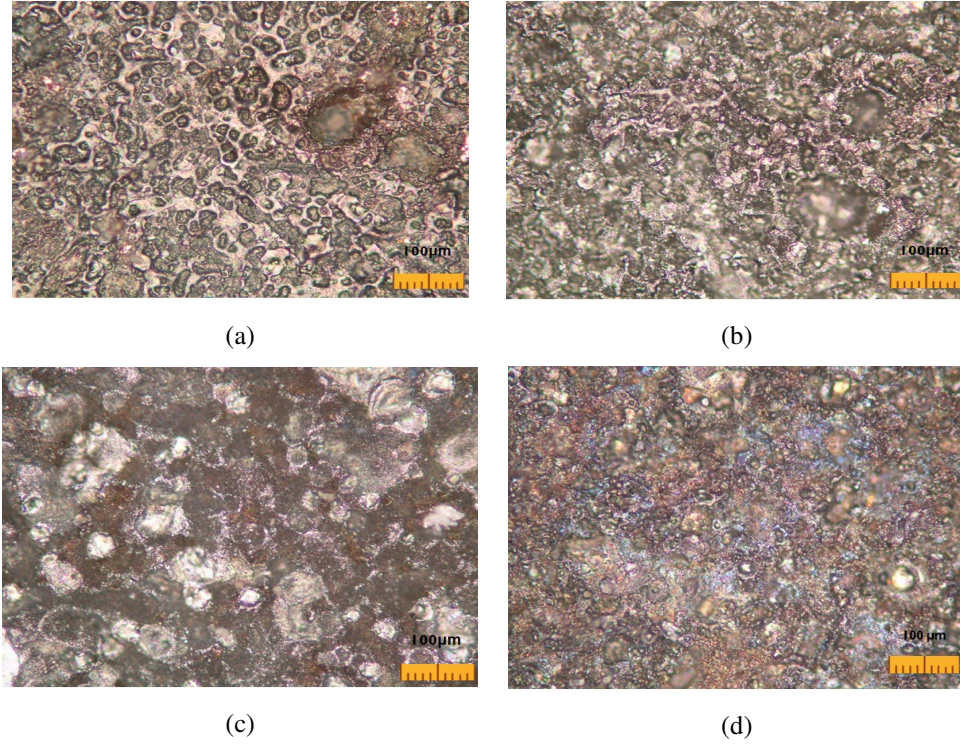
Tablo 6.2. 316L çeliğine ait parlatılmış yüzeyden alınmış EDS analiz sonuçları

Element	1. EDS analizi		2. EDS analizi	
	Şiddet (c/s)	Ağırlıkça %	Şiddet (c/s)	Ağırlıkça%
N	0.00	0.000	0.08	0.053
O	11.46	3.200	11.66	3.247
Si	6.43	1.026	5.63	0.895
Cr	129.65	18.470	124.18	17.607
Mn	3.17	0.608	8.04	1.532
Fe	303.93	69.508	302.18	68.486
Ni	21.50	7.188	24.65	8.181
	Toplam	100.000	Toplam	100.000

6.4.1.1. H₂N-CO-NH₂ içeren elektrolit ile yapılan difüzyon çalışmaları

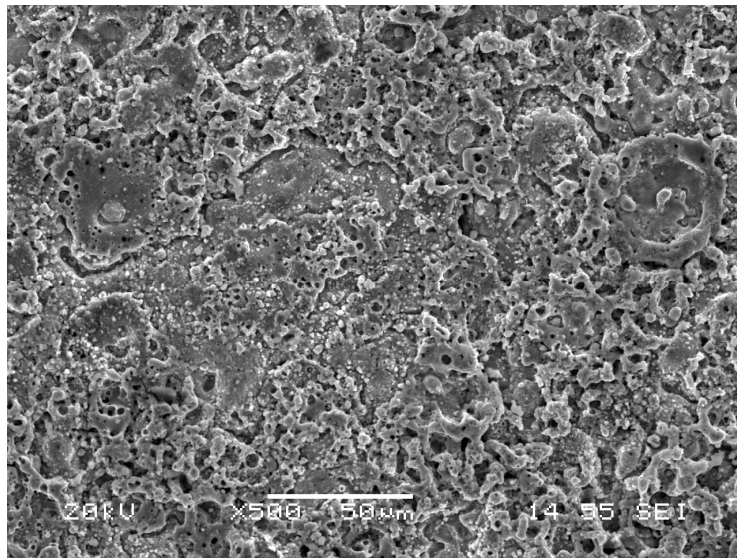
H₂N-CO-NH₂ esaslı elektrolit ile yapılan deneyler sonrasında, farklı difüzyon süreleri için plazmanın direkt olarak etkilediği yüzeylere ait için optik mikroskop görüntüleri Şekil 6.69'da verilmektedir. Mikro yapıda plazma deşarjlarına bağlı olarak oluşan mikro kraterler ve kraterlerin etrafında oluşan spheroid olarak tanımlanan mikro küresel oksit formları görülmektedir [25].

5 saniye ve 1 dakika işlem uygulanan numunelerde, plazma yüzeyi kuvvetli sparkların etkisi altında elektrolit bileşenleri ve iyonları ile etkileşime girerek oksidasyon ve nitrasyon reaksiyonları gerçekleşmiştir. Benzer mikroyapılar, 15 ve 30 dakika işlem yapılan numunede daha yoğun bir oksit ve difüzyon tabakası oluşturacak şekilde görülmektedir. Genel anlamda tipik mikro pürüzlü yüzey plazma işlem yapılan yüzey boyunca homojen bir formda üretilmiş olup bu yapının ikincil bir yağlayıcı adhezyonu, boyama veya kaplama için ideal bir yüzey olduğu düşünülmektedir. Aynı zamanda proses zamanının değişimi ile de yüzey pürüzlülük değeri kontrol edilebilmektedir [25].



Şekil 6.69. $H_2N-CO-NH_2$ içeren elektrolitle (a) 5 saniye (b) 1 dakika (c) 15 dakika ve (d) 30 dakika işlem görmüş numuneler ait optik mikroskop görüntüsü

$H_2N-CO-NH_2$ grubu plazma difüzyon çalışmaları sonrasında, plazma yüzeyine ait SEM görüntüleri ve bu yüzeylerden ölçülmüş elementel analiz sonuçları sırası ile 5 sn, 1 dk., 15dk., 30 dk., işlem süreleri için Şekil 6.70, Şekil 6.71, Şekil 6.72 ve Şekil 6.73'de verilmektedir.

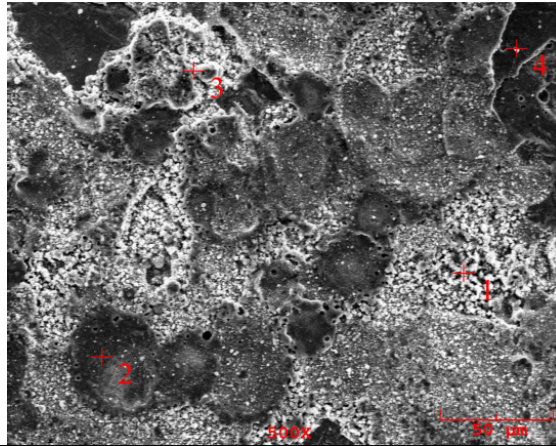


Şekil 6.70. $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile 5 saniye plazma işlemi gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi (Devam)

Elt.	Atomik %	Ağırlıkça wt.%	Atomik %	Ağırlıkça wt.%	Atomik %	Ağırlıkça wt.%	Atomik %	Ağırlıkça wt.%
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4
C	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	2.965	1.335
N	2.061	1.076	6.629	1.928	2.353	0.731	3.707	1.947
O	70.220	41.862	13.624	4.527	25.649	9.108	63.645	38.178
K	0.404	0.588	0.510	0.414	0.278	0.241	0.439	0.643
Cr	3.604	6.982	1.283	1.386	2.196	2.534	4.660	9.085
Mn	0.551	1.127	0.106	0.121	0.000	0.000	0.271	0.558
Fe	21.562	44.867	55.160	63.970	50.393	62.463	19.811	41.480
Ni	1.600	3.499	22.688	27.654	19.131	24.922	1.867	4.108

Şekil 6.70. $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile 5 saniye plazma işlemi gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi

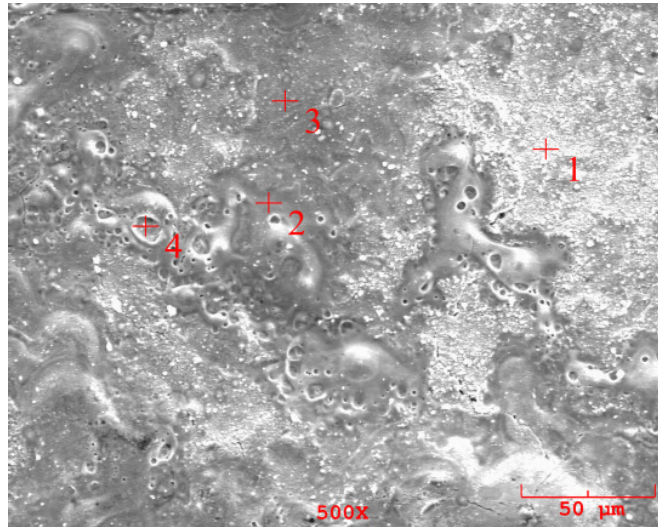
Burada metalik olmayan elementlerden oksijen ve azotun difüzyonu ön plana çıkmakla beraber, yer yer karbon elementi de bulunmuştur. Karbon elementi $H_2N-CO-NH_2$ içerisindeki yaklaşık ağırlıkça % 19 oranında bulunmaktadır ve plazma reaksiyonları sonucunda difüze olabilmektedir [22,25]. Difüzyon işlemi azot, oksijen, karbon gibi birkaç elementin kombinasyonu şeklinde de gerçekleşebilmektedir. Nitekim EDS sonuçları azot, oksijen ve karbon elementlerinin kombine difüzyonunu göstermektedir.



Elt.	Atomik %	Ağırlıkça wt.%	Atomik %	Ağırlıkça wt.%	Atomik %	Ağır. wt.%	Atomik %	Ağır. wt.%
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4
C	3.920	1.444	0.000	0.000	0.822	0.333	0.000	0.000
N	3.358	1.442	1.785	0.812	1.439	0.679	3.355	1.595
O	49.522	24.296	60.093	31.238	62.344	33.603	61.657	33.489
K	0.379	0.454	0.394	0.501	0.258	0.339	0.151	0.200
Cr	9.671	15.419	8.967	15.149	9.195	16.107	11.272	19.897
Mn	1.328	2.237	1.073	1.915	1.041	1.928	1.139	2.124
Fe	29.402	50.349	26.103	47.362	23.190	43.629	20.603	39.060
Ni	2.421	4.358	1.585	3.022	1.710	3.382	1.824	3.634

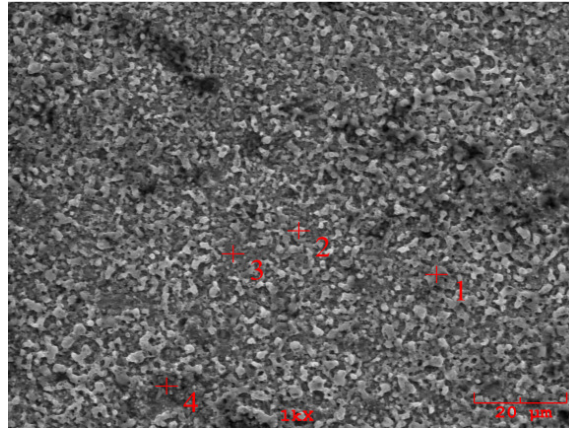
Şekil 6.71. $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile 1 dakika plazma işlemi gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi

1 dakika işlem yapılan numunede karbon elementine daha fazla noktalarda rastlanmıştır. Aynı zamanda bir çok bölgede azot elementine rastlanmıştır. Azot ve karbonun birlikte bulunması difüzyon kinetiğini etkin bir şekilde değiştirmektedir. Difüzyon hızını ve tabaka kalınlığını artırmaktadır. Artan işlem süresinin plazma yüzeyindeki azot ve karbon miktarını arttırdığı EDS sonuçlarına göre anlaşılmaktadır [22]. Gaz karbürleme ve kutu sementasyon gibi geleneksel yöntemlerle kıyaslandığında elektrolitik plazma ile yapılan difüzyon işlemlerinde, işlem süresi bir iki dakikalara kadar düşmektedir [3]. Kısa sürelerde gerçekleşen difüzyon işlemi, plaza içinde meydana gelen elektrik alanına bağlı olarak aktivasyon enerjisindeki düşüğe bağlanabilmektedir. Ayrıca elektrik deşarjları sırasında difüzyonun yüzey aktivasyonları ve adsorbsiyon yetenekleri artmaktadır, bununla beraber boşluk, dislokasyon gibi latis hatalarındaki artış bulk difüzyonu artırmaktadır [22]. Bu sebeple 1 dakika gibi işlemlerde yapılan plazma difüzyon işlemlerinde karbon ve azot gibi elementlerin difüzyonu gerçekleşmektedir.



Elt.	Atomik %	Ağırlıkça wt.%	Atomik %	Ağırlıkça wt.%	Atomik %	Ağırlıkça wt.%	Atomik %	Ağırlıkça wt.%
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4
C	0.000	0.000	1.507	0.597	0.000	0.000	0.000	0.000
N	2.271	1.074	4.418	2.041	2.489	1.037	4.251	2.010
O	63.278	34.189	57.598	30.388	52.990	25.211	61.206	33.057
K	0.298	0.394	0.291	0.375	0.278	0.323	0.251	0.331
Cr	0.661	1.160	0.320	0.548	0.486	0.752	0.551	0.967
Mn	0.409	0.758	0.463	0.839	0.567	0.926	0.632	1.173
Fe	32.734	61.733	35.231	64.878	42.867	71.188	32.645	61.542
Ni	0.349	0.692	0.173	0.335	0.323	0.564	0.464	0.920

Şekil 6.72. H₂N-CO-NH₂ çözeltisi ile 15 dakika plazma işlemi gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi

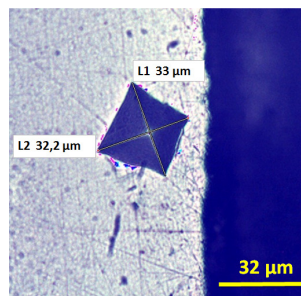


Elt.	Atomik %	Ağırlıkça wt. %	Atomik %	Ağırlıkça wt. %	Atomik %	Ağırlıkça wt. %	Atomik %	Ağırlıkça wt. %
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4
C	0.000	0.000	0.164	0.069	2.403	2.403	1.242	0.427
N	3.566	1.686	2.796	1.378	2.822	2.822	0.673	0.269
O	61.544	33.243	65.100	36.664	39.209	39.209	49.015	22.427
Ca	-	-	0.199	0.281	0.331	0.331	1.430	1.639
Cr	6.508	11.424	6.741	12.339	11.965	11.965	10.679	15.880
Mn	0.607	1.126	0.194	0.374	1.123	1.123	0.870	1.367
Fe	26.191	49.381	23.510	46.217	38.259	38.259	31.788	50.769
Ni	1.584	3.139	1.295	2.676	3.888	3.888	4.302	7.221

Şekil 6.73. $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile 30 dakika plazma işlemi gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi

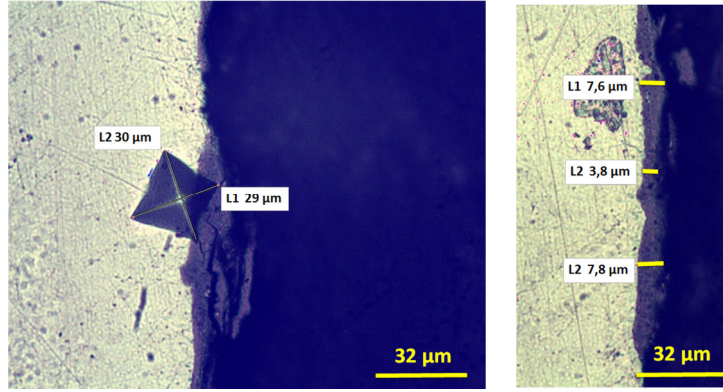
15 ve 30 dk. İşlem yapılan numunelerde yine difüzyon işlem gerçekleşmiş yüzeyde N, C ve O elementlerine rastlanmıştır.

$H_2N-CO-NH_2$ içeren elektrolit ile yapılan difüzyon işlemleri sonrası mikro sertlikler modifiye edilen tabakanın kesitlerinden ölçülmüştür. Öncelikli olarak işlem yapılmamış 316L numunenin ve 5 sn. difüzyon yapılan numunenin mikrosertlik değerleri ölçülmüştür, değerler ortalama 183,5 HV olarak ölçülmüştür (Şekil 6.74).



Şekil 6.74. 5 saniye işlem yapılan numune indentasyon izi ($183 HV_{0,1}$) ve kesit görüntüsü

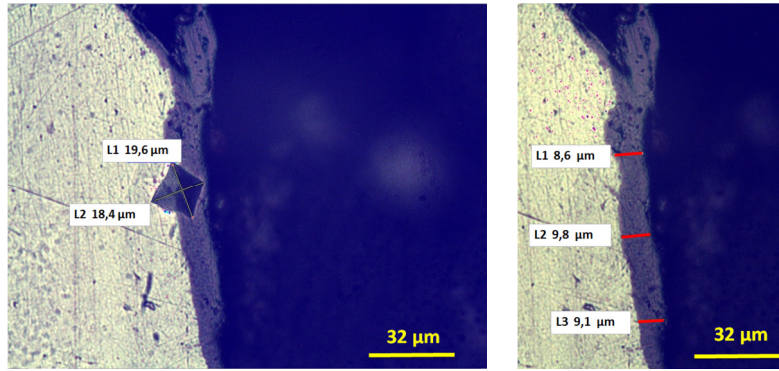
Şekil 6.75, Şekil 6.76 ve Şekil 6.77 sırası ile 1 dk. 15 dk. ve 30 dakika süresince $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisinde işlem yapılan numunelerin kesit görüntülerini göstermektedir.



a

b

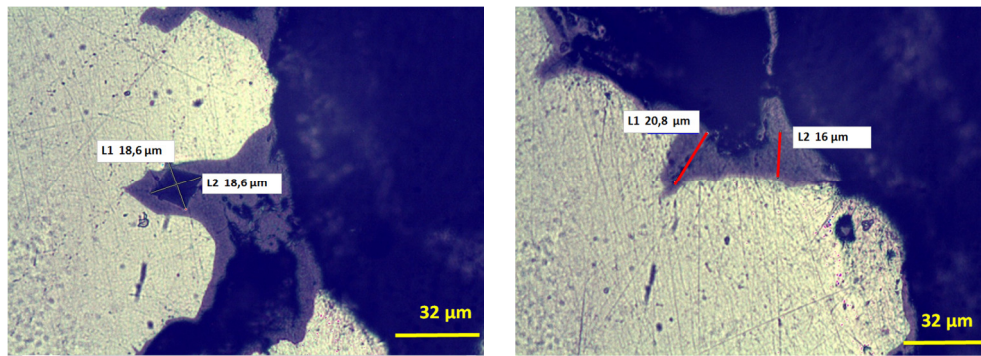
Şekil 6.75. 1 dakika işlem yapılan numune (a) indantasyon izi ($250 HV_{0,1}$) ve (b) kesit görüntüsü



a

b

Şekil 6.76. 15 dakika işlem yapılan numune (a) indantasyon izi ($513 HV_{0,1}$) ve (b) kesit görüntüsü

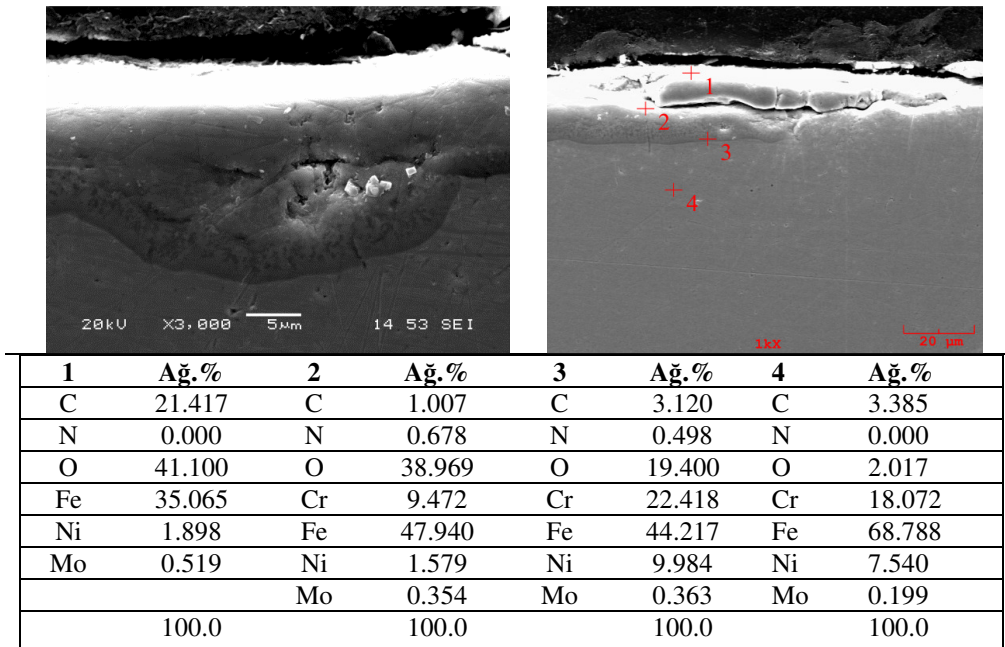


a

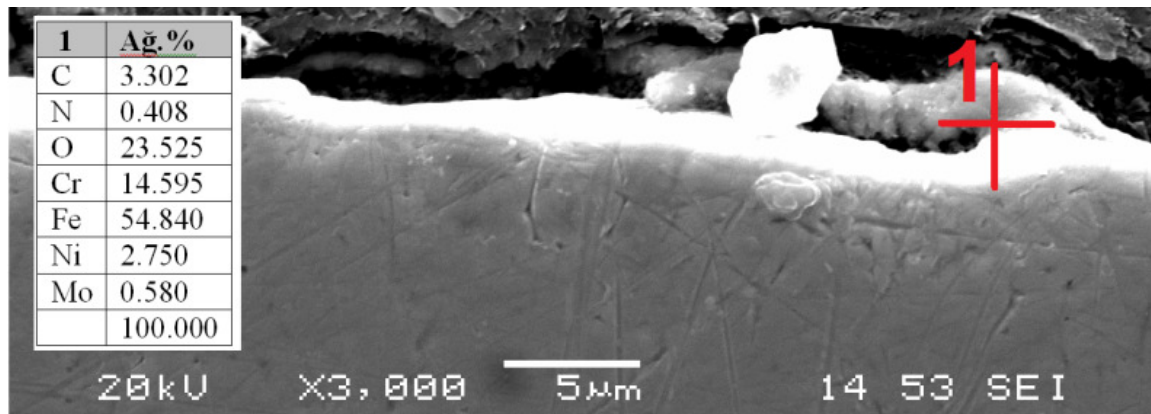
b

Şekil 6.77. 30 dakika işlem yapılan numune (a) indantasyon izi ($535,9 HV_{0,1}$) ve (b) kesit görüntüsü

30 dakika işlem yapılan numunede yüksek sıcaklıktaki plazma arklarına bağlı olarak numune içine doğru uzamış tabakalar görülmektedir. İşlem süresinin uzun olması bu tabakaları derinleştirmiş, kalınlığını arttırmıştır. Ancak artan sürenin üretilen kaplamaların tekrar koparak uzaklaştığına sebep olduğu düşünülmektedir. Bu numunede sertlik değerleri ortalama 536 HV olarak ölçülmüştür. Bu değer başlangıç değerine göre yaklaşık 3 kat yüksektir. 15 dakika işlem gören numunede sertlik değerleri ortalama 513 HV olarak ölçülmüştür. Modifiye tabakanın hat boyunca daha homojen olduğu belirlenmiştir. 1 dakika süresince işlem yapılan numunede sertlik değeri 207 HV olup kesintili bir modifiye katman, çekirdeğe doğru nüfuz eden azot konsantrasyonuna bağlı olarak gözlenmiştir. (Şekil 6.78).



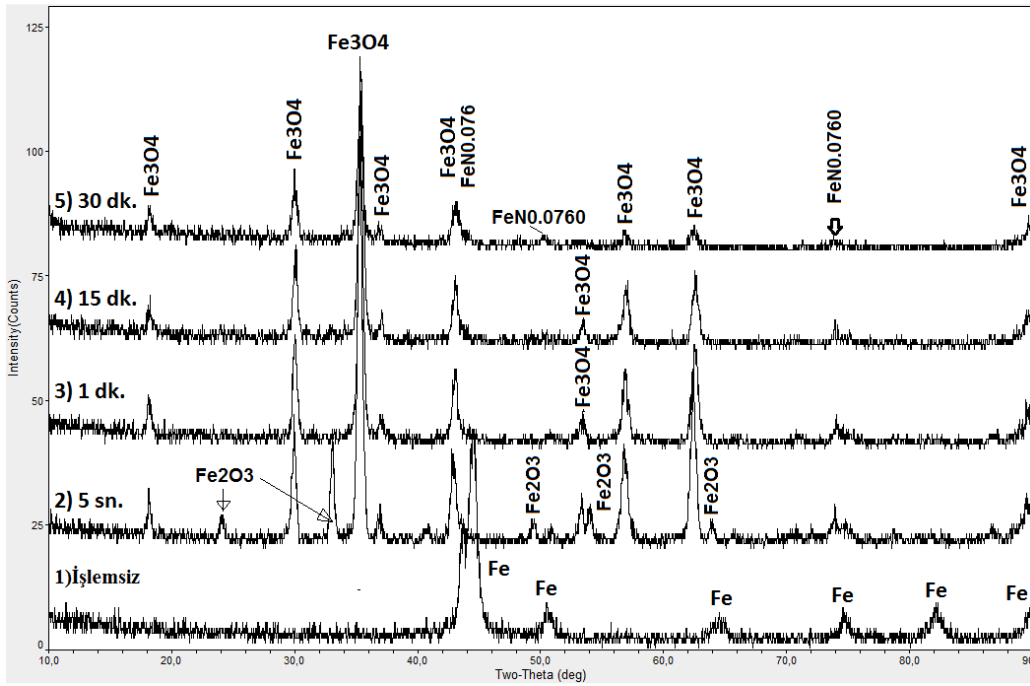
Şekil 6.78. 1dk H₂N-CO-NH₂ ile yapılan numune SEM görüntüleri ve EDS analizi



Şekil 6.79. H₂N-CO-NH₂ çözeltisi ile 5 sn. plazma uygulanan numune SEM görüntüsü ve EDS analiz

5 saniye işlem yapılan numune yüzeyinden çekilen EDS analizinde yine N ve O yoğunluğu tespit edilirken sertlikte bir yükselme gözlenememiştir (Şekil 6.79). Literatürde çok daha düşük yükler uygulandığında difüzyon tabakasının sertliğinin daha yüksek değerlerde ölçüldüğü kayıt edilmiştir [65].

$H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile yapılan numunenin yüzeyinde meydana gelen modifikasyonlar XRD ile karakterize edilmiştir ve sonuçlar Şekil 6.80'de verilmektedir. Artan işlem süresi, yüzeyde Fe_3O_4 kimyasal formunda magnetit yapıda demiroksit ve sitokimiyetik olmayan demir nitrür ($FeN_{0,076}$) fazı oluşumuna sebebiyet vermiştir. Literatürde $NH_2-CO-NH_2$ (üre) bazlı elektrolit kullanılarak yapılan çalışmada $Fe_{2,4}N$ [64] ve ϵ $Fe_{2-3}N$ [3] fazlarının oluştuğu bildirilmiştir. 5 saniye süresince yapılan deneyde ise magnetit ile beraber Fe_2O_3 formunda hematit fazlar detekte edilmiştir. Aynı zamanda 50 ve 65 derecelerdeki pikler, azot, oksijen ve karbon ile genişlemiş ostenit difüzyon tabakasını göstermektedir, benzer sonuçlar literatürle uyum göstermektedir. [65].



Şekil 6.80. $H_2N-CO-NH_2$ deneyleri ve başlangıç numunesine ait XRD paternleri ve çözümleri

XRD çözümlenmeleri, Fe_3O_4 oksit fazı ile birlikte çakışık piklerde magnetit/kromit spinel yapıda $(Fe,Cr)_2O_4$ fazlarını da göstermektedir. Belirlenen oksit veya nitrür

formları H₂N-CO-NH₂'nin dekompozisyonuna bağlı olarak teşekkül eden ürünlerin plazma ortamında aktive olması ile difüzyon olarak görev yapmıştır. H₂N-CO-NH₂'nin direk dekompozisyon denklemi anodik reaksiyon için aşağıdaki denklemle ifade edilmektedir.



Bu reaksiyona göre ürünlerde oluşan azot ve karbondioksit gazları difüzyon ile altık malzeme üzerinde teşekkül eden modifikasyon tabakasına göç etmektedir. Ayrıca aşırı iletken H₂N-CO-NH₂ çözeltilerinde amonyak gazı dekompozisyon sırasında teşekkül etmektedir ve azot sağlayıcı olarak davranmaktadır [65].



Doygun H₂N-CO-NH₂ içeren çözeltilerde katodik proses hidrojen formasyonu ve amonyanın redüksiyonu ile birlikte gerçekleşmektedir. Bu tür reaksiyon yukarıdaki eşitlikte verilmektedir. Denklem 6.1 ve 6.2. deki elektrot prosesleri gaz çıkışına sebebiyet vermektedir. Ancak anodik proseste aktif olmayan azot, katodik proseste ise aktif azot gazı aktif metal elektrot yüzeyinde NH₄NO₃'ün dekompozisyon ürünü olarak teşekkül etmektedir. Bu sebeple nitrasyon işlemi gerçekleştirmek için plazma elektrolizde katodik polarizasyon tercih edilmektedir [65]. Polarizasyon esnasında hidrokarbon ve karbon radikalleri, oksijen iyonları teşekkül etmektedir [73]. Bu tür radikallerinde difüze olarak demir-krom oksit fazlarını oluşturması muhtemel olmaktadır.

H₂N-CO-NH₂ içeren çözelti deneyleri XRD sonuçları arasında en bariz farklılık 5 sn. süresince plazma işlem yapılmış olan numunede öne çıkmaktadır. 2θ, 24, 33, 54 derecelerdeki pikler Fe₂O₃ olarak eşleştirilmiştir. Literatürdeki XRD analizleri ve azot atmosferindeki TGA ölçümleri de 480 °C derecelerde Fe₂O₃ oluşumunu desteklemektedir. Fe₂O₃ fazı 500 °C'nin altındaki nispeten düşük sıcaklıklarda teşekkül edebilmektedir. Ancak artan sıcaklıkla ve özellikle azot ortamında Fe₃O₄ fazına dönüşmektedir. Bu durumda 5 saniye süresince bölgesel sıcaklık farkına bağlı olmakla beraber yer yer Fe₂O₃ fazı da oluşabilmektedir [117]. İlerleyen proses

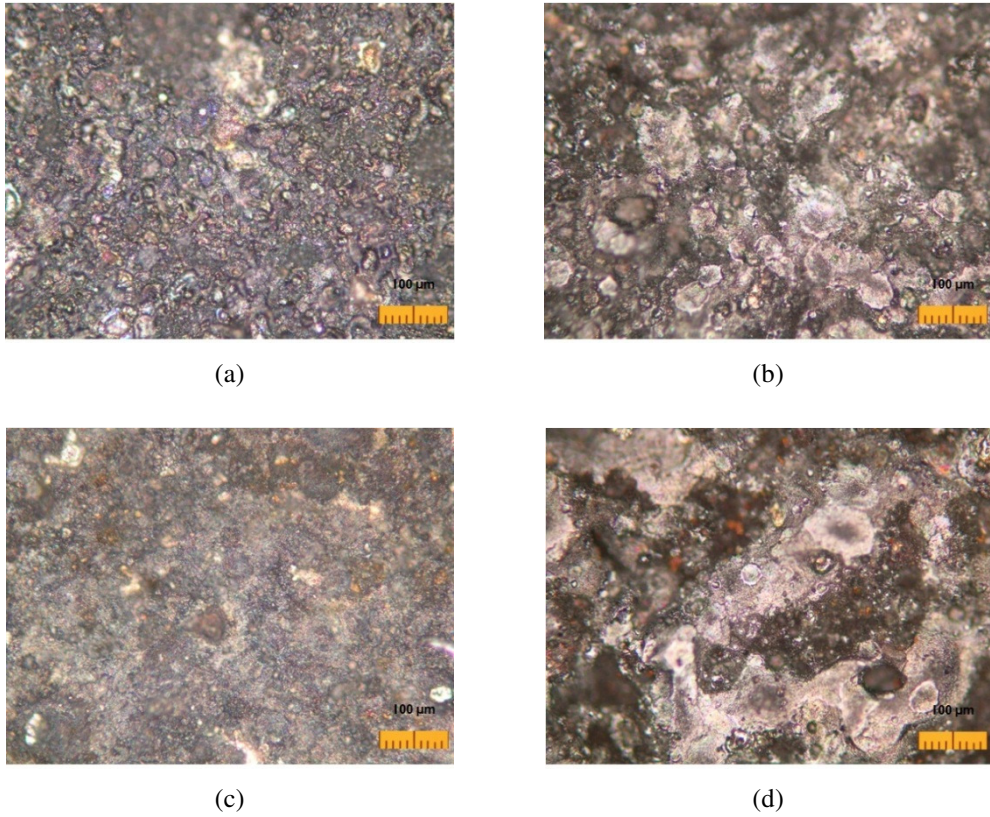
süresince daha kararlı ve koyu renli Fe_3O_4 ve $(\text{Fe,Cr})_2\text{O}_4$ fazlarına dönüşüm olmaktadır [65,114]. Elektrolitik plazma işlemlerinde katodik gerilimde numune yüzeyinde hidrojen çıkışının gerçekleştiği bilinmektedir [72]. Fe_2O_3 fazının hidrojen gazı içeren ortamlardaki reaksiyonu aşağıdaki şekilde türetilmiştir. Bu denkleme göre hematit hidrojen ile magnetite dönüşme eğilimindedir [118].



Nitekim 5 sn. işlem uygulanan numunede oluşan hematit, katodik olarak üretilen hidrojen ile reaksiyona girerek magnetide dönüşmektedir.

6.4.1.2. NH_4NO_3 içeren elektrolit ile yapılan difüzyon çalışmaları

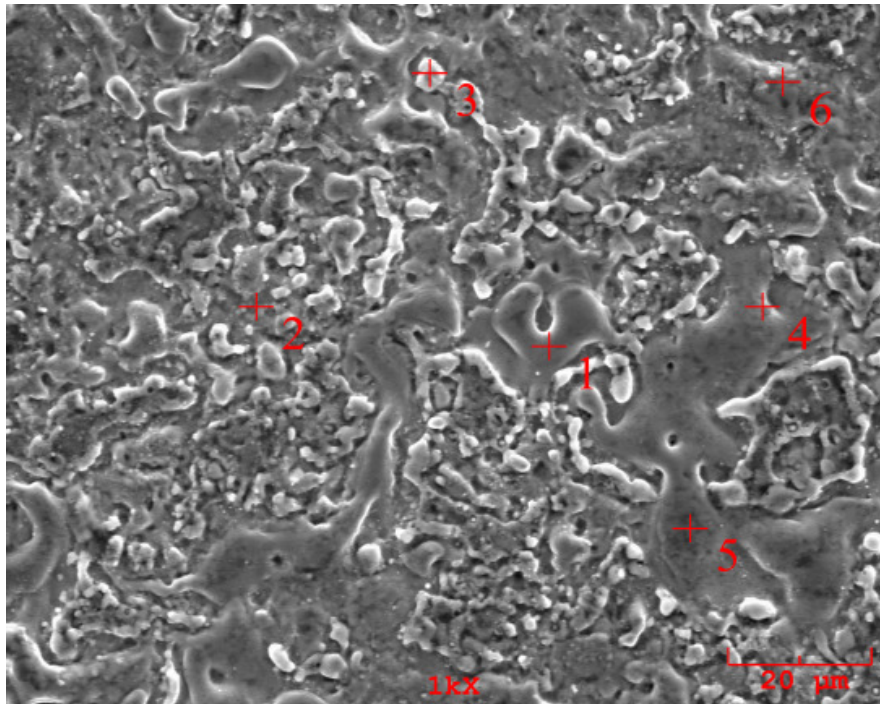
Bir diğer elektrolit ise NH_4NO_3 (amonyum nitrat) kullanılarak hazırlanmıştır. NH_4NO_3 ile hazırlanan elektrolitin iletkenliği 170-180 mS aralığında ölçülmüştür.



Şekil 6.81. NH_4NO_3 elektrolitle (a) 5 saniye, (b) 1 dakika , (c) 15 dakika ve (d) 30 dakika işlem görmüş numunelere ait optik mikroskop görüntüleri

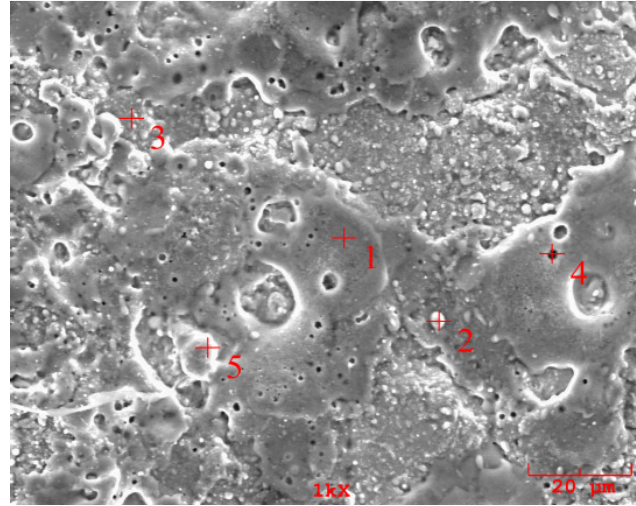
Şekil 6.81. NH_4NO_3 elektrolitle (a) 5 saniye, (b) 1 dakika, (c) 15 dakika ve (d) 30 dakika işlem görmüş numunelere ait optik mikroskop görüntülerini göstermektedir. Görüntüler temel olarak $\text{H}_2\text{N-CO-NH}_2$ ile aynı morfolojide olup, artan proses zamanının oksit ve sferoid oluşumunu artırdığını desteklemektedir. 30 dk. İşlem uygulanan yüzeyde bozulmalar gözlenirken, 15 dk. ve daha az sürelerde yapılan deney sonucunda kesit yüzeyinde modifiye katmanlar gözlenmiştir bu katman kalınlığı işlem süresi ile orantılı olarak artmıştır.

Şekil 6.82, 6.83, 6.84 ve 6.85 NH_4NO_3 çözeltisi ile sırası ile 5 sn, 1 dk, 15 dk, ve 30 dk. süre ile gerçekleştirilen plazma difüzyon deneyleri sonrasında yüzeylerden çekilmiş SEM görüntülerini ve karakteristik bölgelerden alınmış noktasal EDS analizlerini göstermektedir.



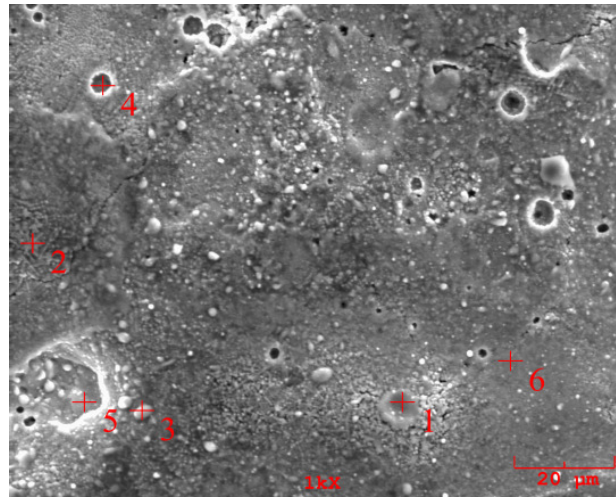
Elt.	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağır. wt.%	Atom %	Ağır. wt.%	Atom %	Ağır. wt.%	Atom %	Ağır. wt.%	Ağır. wt.%
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4	5	5	6
C	12.24	3.478	0.146	0.040	17.50	9.009	6.834	2.152	14.62	4.148	0.576
N	0.590	0.195	2.818	0.896	0.318	0.191	4.461	1.638	0.000	0.000	0.288
O	18.95	7.172	25.48	9.254	60.72	41.63	31.36	13.15	16.89	6.384	7.131
Cr	13.19	16.22	13.67	16.13	5.122	11.41	11.813	16.10	12.78	15.70	15.975
Mn	0.802	1.042	0.733	0.914	0.761	1.791	0.269	0.388	0.532	0.691	0.928
Fe	50.17	66.26	52.2	66.16	13.15	31.47	41.11	60.19	50.5	66.61	68.209
Ni	4.052	5.625	4.946	6.589	0.423	1.064	4.144	6.375	4.662	6.463	6.893

Şekil 6.82. NH_4NO_3 çözeltisi ile 5 sn. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi



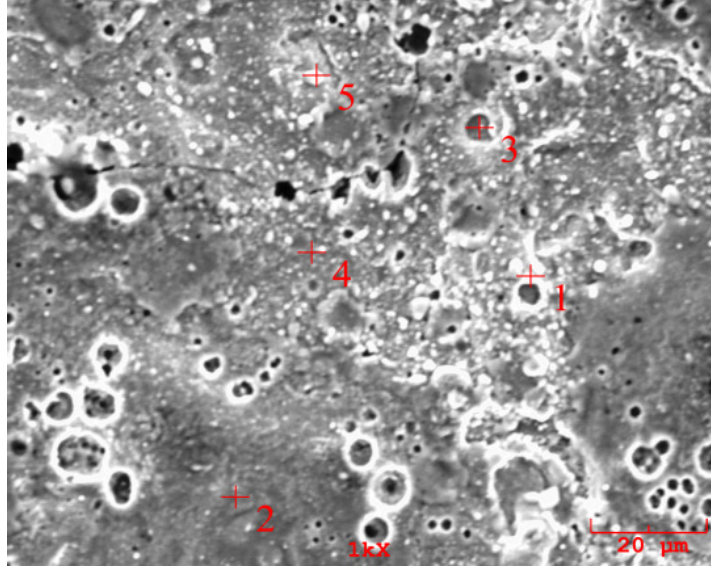
Elt.	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4	5	5
C	1.081	0.436	0.000	0.000	1.137	0.449	1.416	0.375	5.547	1.720
N	1.736	0.816	2.678	1.218	0.521	0.240	1.775	0.549	2.145	0.776
O	60.806	32.663	59.707	31.017	61.433	32.359	19.611	6.925	34.320	14.177
Cr	9.302	16.239	4.648	7.848	5.406	9.254	20.271	23.264	5.883	7.898
Mn	0.771	1.422	0.000	0.000	0.478	0.865	1.557	1.888	0.000	0.000
Fe	22.855	42.852	28.043	50.849	25.342	46.593	48.463	59.734	45.470	65.563
Ni	1.489	2.935	4.403	8.390	4.471	8.639	2.813	3.644	6.238	9.454

Şekil 6.83. NH_4NO_3 çözeltisi ile 1 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi



Elt.	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Ağırlık wt.%	Ağırlık wt.%
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4	5	6
C	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
N	1.139	0.488	1.872	0.896	1.862	0.900	0.000	0.000	1.212	1.299
O	56.28	27.55	64.00	34.99	65.03	35.90	26.23	9.502	26.92	33.11
Cr	9.914	15.77	9.517	16.91	6.824	12.24	33.29	39.18	7.755	14.95
Mn	0.818	1.375	0.613	1.150	0.506	0.959	1.245	1.549	0.962	0.916
Fe	27.29	46.642	21.37	40.799	22.59	43.54	36.43	46.05	53.655	43.979
Ni	4.550	8.171	2.615	5.244	3.183	6.447	2.789	3.705	9.490	5.738

Şekil 6.84. NH_4NO_3 çözeltisi ile 15 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi



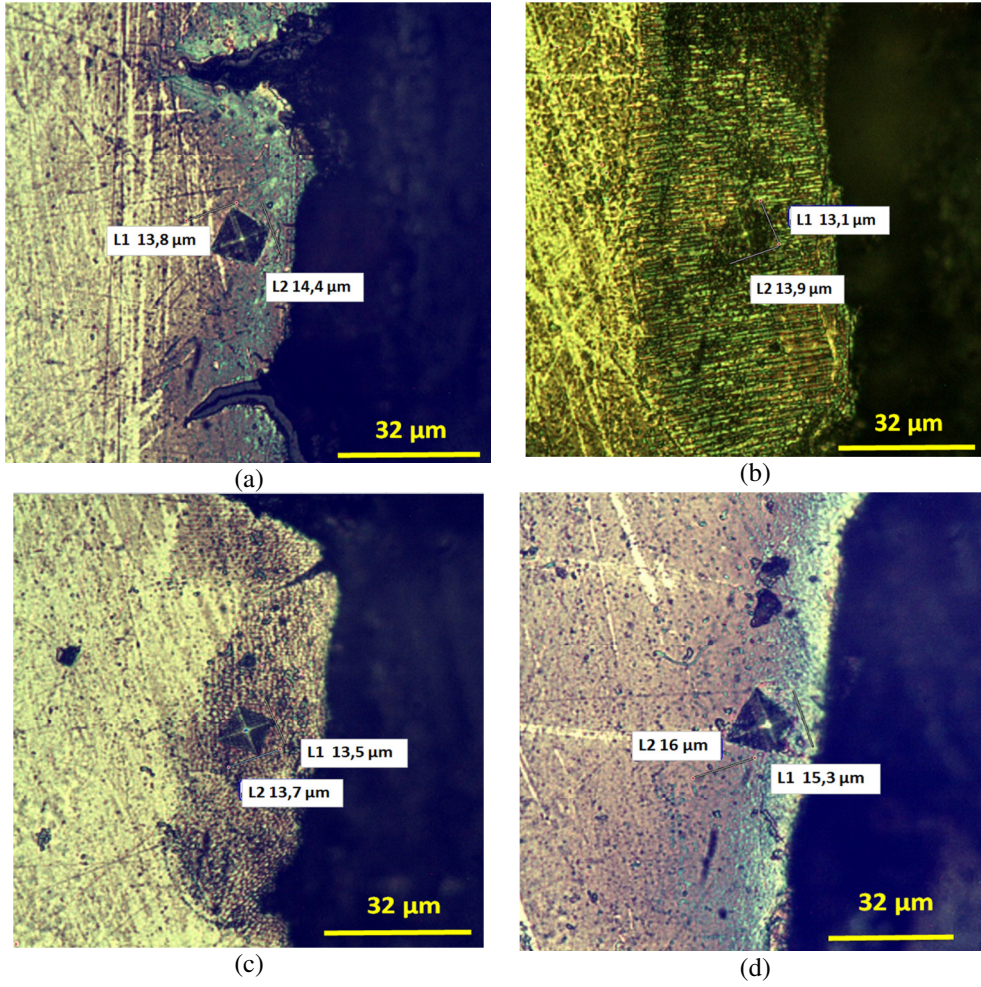
Elt.	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4	5	5
C	0.291	0.123	0.000	0.000	0.969	0.237	0.000	0.000	0.000	0.000
N	1.035	0.511	0.220	0.094	3.113	0.887	0.268	0.112	2.225	0.947
O	67.12	37.87	56.76	27.65	10.83	3.529	55.03	26.36	54.903	26.689
Cr	7.057	12.94	10.53	16.68	20.65	21.85	12.97	20.20	6.159	9.730
Mn	0.381	0.738	0.696	1.163	1.573	1.758	1.059	1.742	0.528	0.882
Fe	21.073	41.50	27.49	46.75	57.35	65.17	27.14	45.40	32.040	54.363
Ni	3.041	6.296	4.285	7.658	5.490	6.557	3.511	6.171	4.144	7.390

Şekil 6.85. NH_4NO_3 çözeltisi ile 30 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi

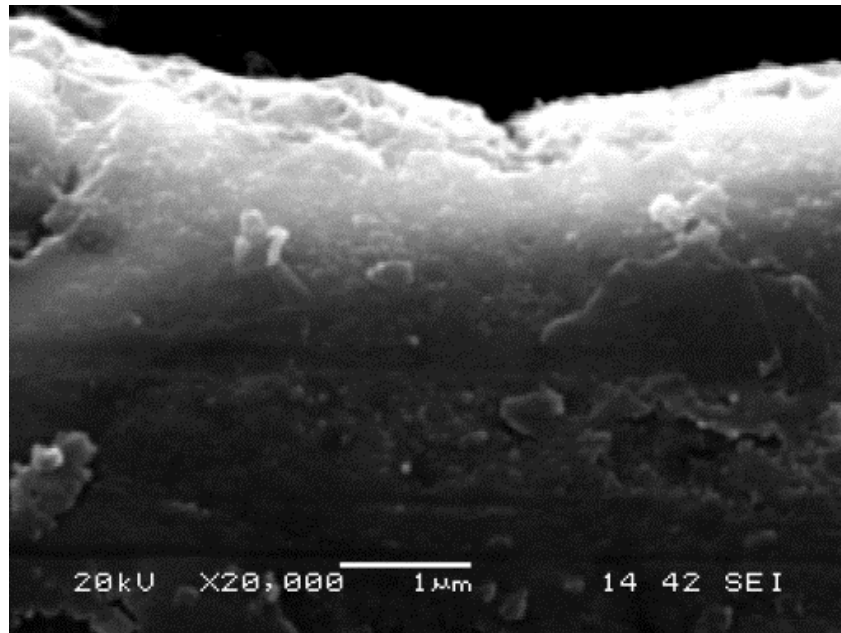
NH_4NO_3 çözeltisi ile yapılan çalışmalarda, N ve O difüzyonunun gerçekleştiği EDS sonuçlarına göre anlaşılmaktadır. Bazı noktalarda C elementi detekte edilmiştir. Bu elementin numune hazırlama işlemleri esnasında bulaşması muhtemeldir. Plazma işlem uygulanan yüzey genel anlamda krateler şeklinde artan işlem zamanına bağlı olarak değişmiştir. Süre arttıkça krater yoğunluğu artmıştır (Şekil 6.85).

NH_4NO_3 ile yapılan difüzyon işlemleri takiben numune kesitlerinden ölçülen mikro sertlik değerleri ve mikro yapı görüntüleri Şekil 6.86'da verilmektedir.

En yüksek değer 500 HV olarak 15 dk. işlem gören numunede elde edilmiştir. 30 dk.'lık numunede sertlik değeri 280 HV olup plazma süresindeki artışın yüzey filmini tekrar bozarak sertliği düşürdüğü düşünülmektedir. 1 dakika işlem gören numune sertliği de 250 HV olarak ölçülmüştür, bu numunede yüzeyde bozulma gözlenmemiştir (Şekil 6.86).

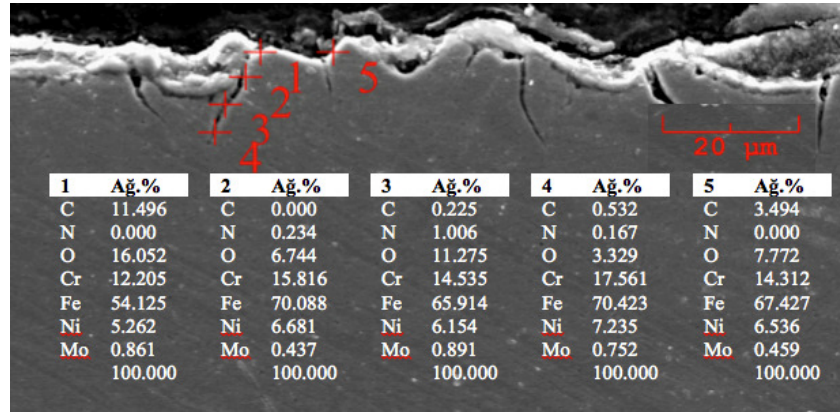


Şekil 6.86. Mikro sertlik izleri, değerleri ve kesit görüntüleri (a) 30 dk.-280-400 HV, (b) 15 dk. 500 HV(c) 1 dk.-250 HV ve (d) 5 sn.-170 HV



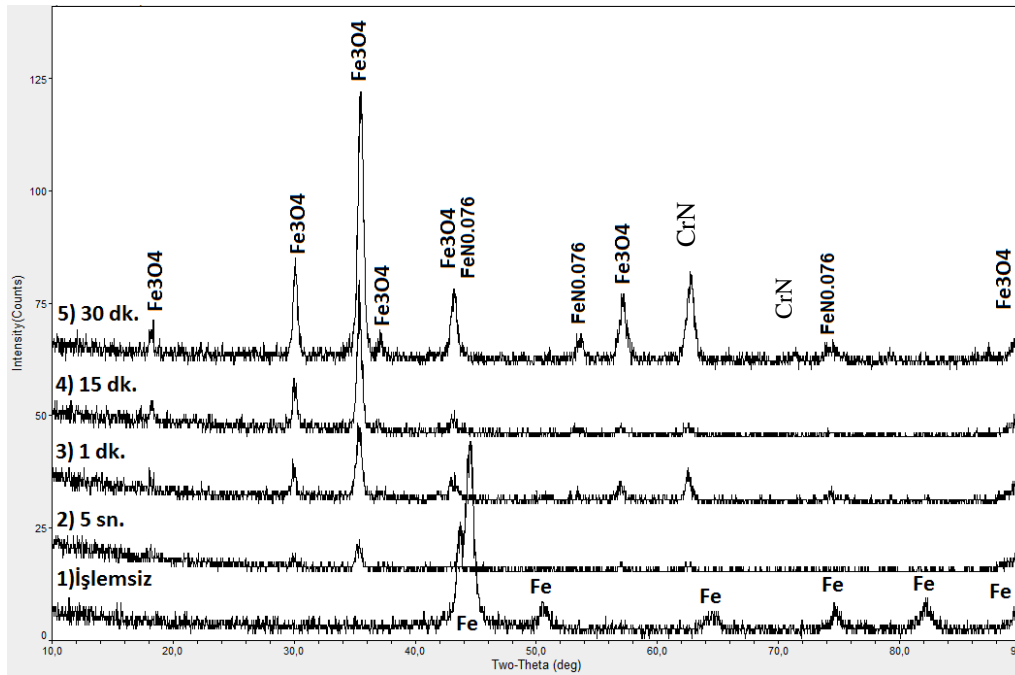
Şekil 6.87. NH_4NO_3 deneyleri 15 dk. difüzyon yapılan numune SEM görüntüsü

Yüzeydeki modifiye tabakaya ait SEM görüntüsü Şekil 6.87.'de 15 dk.'lık numune için gösterilmektedir. Demir-oksi-nitrür içerikli bu katmanın kalınlığı yaklaşık 3-4 μm civarındadır. Şekil 6.88 ise NH_4NO_3 deneyleri 5 sn.'lik numune SEM görüntüsü-EDS analizlerini göstermektedir. Yüzeyde oksijen ve azot elementlerinin difüzyonu söz konusu olup azot konsantrasyonu ağırlıkça %1 seviyesine ulaşmaktadır.



Şekil 6.88. NH_4NO_3 deneyleri 5 difüzyon yapılan numune SEM görüntüsü-EDS analizleri

NH_4NO_3 grubu deneylere ait XRD sonuçları Şekil 6.89'da verilmektedir. XRD sonuçlarına göre ağırlıklı olarak manyetit, demir-krom oksit, ve demir-nitrür, krom nitrür fazları tespit edilmiştir benzer nitrür fazlar literatürde tespit edilmiştir [22,64].

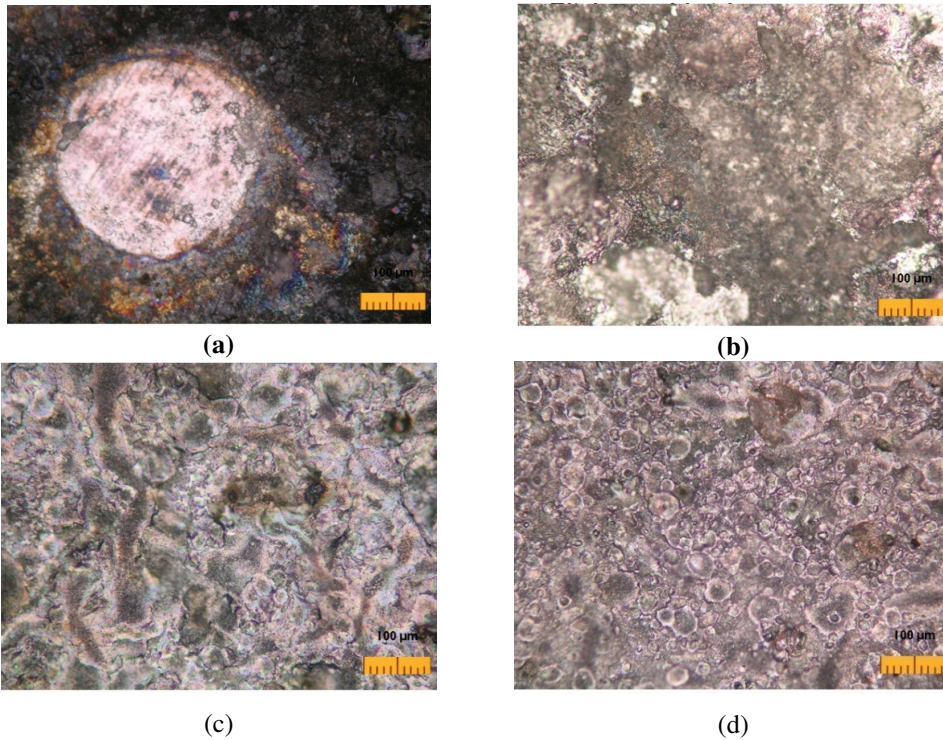


Şekil 6.89. NH_4NO_3 deneyleri ve başlangıç numunesine ait XRD paternleri ve çözümleri

6.4.1.3. H₃BO₃ içeren elektrolit ile yapılan difüzyon çalışmaları

Üçüncü elektrolit ise ağırlıkça %11,5 Bor ve %0,1 Molibden iz elementleri içeren Stabil-N ticari isimli suda çözünebilir tuz kullanılmıştır. Elektrolit iletkenliği ortalama 82 mS olarak ölçülmüştür. Kırılma voltaj değerleri 5 sn., 1 dk., 15 dk., ve 30 dk., için sırasıyla 270, 262, 220, ve 245 volt olarak ölçülmüştür. Akım değerleri 11-19 amper arasında ölçülmüştür. Kararlı plazma formu teşekkülünden sonra gerilim değeri 150 voltta akım değeri ise 6 amperde tutulmuştur.

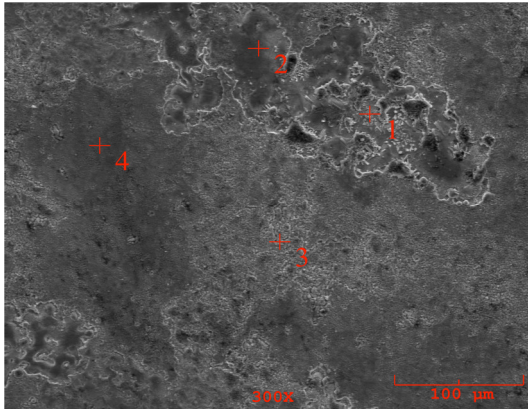
Şekil 6.90. H₃BO₃ elektrolit (a) 5 sn., (b) 1 dk., (c) 15 dk. ve (d) 30 dk. işlemlerli numune optik mikroskop görüntülerini göstermektedir. 5 sn. işlem yapılan numunede kısmi dönüşümler oluşmasına karşın 1 dk. ve daha uzun sürelerde modifikasyon gerçekleşmiş olup yüzey oksit ve bor içerikli fazlar ile modifiye edilmiştir.



Şekil 6.90. H₃BO₃ elektrolit ile (a) 5 sn, (b) 1 dk., (c) 15 dk. (d) 30 dk. işlem uygulanan numunelere ait optik mikroskop görüntüleri

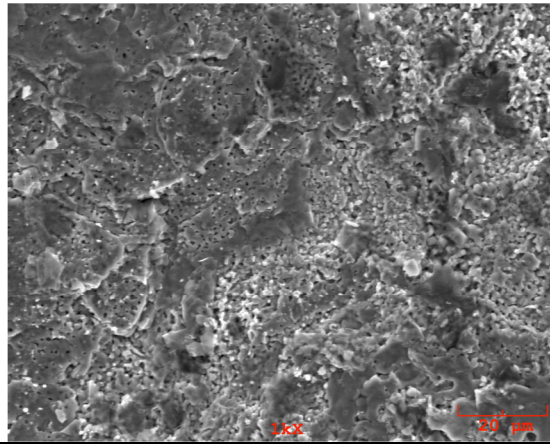
H₃BO₃ çözeltisi ile yapılan elektrolitik plazma işlemleri sonucunda numune yüzeyleri Şekil 6.91, 6.92, 6.93 ve 6.94'de verilmektedir. Numune yüzeyleri,

elektrolitik plazma reaksiyonlar sonrasında oluşan klasik yüzey topografisinden farklı olarak kümeleşmiş dentritik kollar şeklinde teşekkül etmiştir. 5 saniye işlem yapılan numune yüzeyi yeteri kadar dönüşmemiştir. 1 dakika işlem yapılan numune yüzeyi tipik plazma oksidasyon yüzeyine benzemektedir. 15 dakika ve 30 dakikalık numunelerde ise yüzeyde ergimiş tekrar tabakalar şeklinde katılmış yapılar göze çarpmaktadır. EDS analizleri yüzeyde elde bulunan N ve O elementleri difüzyonu işaret etmektedir.



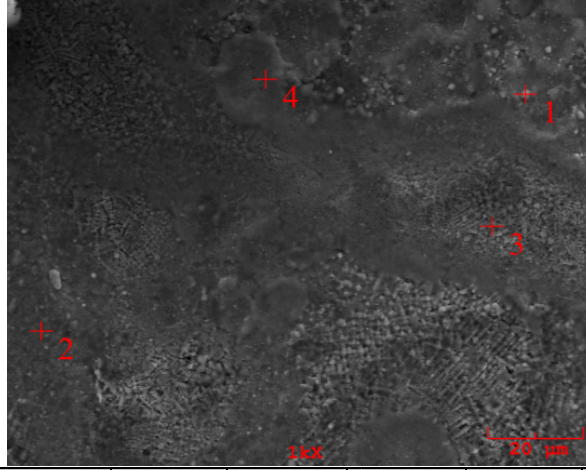
Element	Ağırlık %	Ağır. %	Ağır. %	Ağır. %
EDS	1	2	3	4
C	0.000	0.000	0.000	0.433
N	0.822	0.201	1.078	0.669
O	17.10	14.64	31.91	22.697
Cr	15.18	17.30	13.71	15.265
Mn	0.765	1.101	0.127	1.152
Fe	59.910	58.90	49.68	54.422
Ni	6.212	7.849	3.478	5.362

Şekil 6.91. H₃BO₃ çözeltisi ile 5 sn. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi



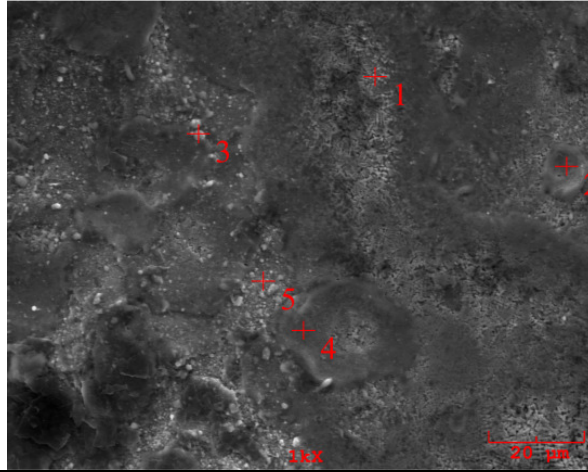
Elt.	Atom %	Ağırlık wt. %	Atom %	Ağırlık wt. %	Atom %	Ağırlık wt. %	Atom %	Ağırlık wt. %	Atom %	Ağırlık wt. %
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4	5	5
C	14.005	6.598	0.000	0.000	0.000	0.000	13.21	4.787	0.000	0.000
N	0.863	0.474	1.956	0.824	0.000	0.000	1.739	0.734	1.208	0.596
O	59.60	37.40	54.311	26.14	58.70	29.03	41.13	19.84	66.274	37.355
Al	0.223	0.236	0.342	0.278	0.132	0.110	0.263	0.214	0.351	0.334
Cr	1.789	3.649	9.388	14.68	7.717	12.4	4.870	7.637	14.179	25.973
Mn	0.135	0.291	0.030	0.049	0.127	0.216	0.069	0.114	0.713	1.381
Fe	23.075	50.545	24.400	40.99	28.671	49.501	26.583	44.771	16.429	32.323
Ni	0.250	0.575	9.468	16.718	4.392	7.970	11.74	20.791	0.624	1.290
Mo	0.061	0.229	0.106	0.306	0.257	0.762	0.382	1.106	0.221	0.748

Şekil 6.92. H₃BO₃ çözeltisi ile 1 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi



Elt.	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4
C	24.56	10.69	3.673	1.467	19.60	8.053	1.990	0.756
N	0.000	0.000	1.003	0.467	0.000	0.000	0.401	0.178
O	52.05	30.18	59.49	31.65	44.83	24.53	58.089	29.421
Cr	2.185	4.117	6.285	10.86	9.573	17.02	6.976	11.482
Fe	12.21	24.71	24.129	44.809	21.09	40.292	27.780	49.112
Ni	0.701	1.490	4.601	8.979	4.206	8.443	4.597	8.541
Mo	8.284	28.803	0.197	0.630	0.263	0.865	0.168	0.509

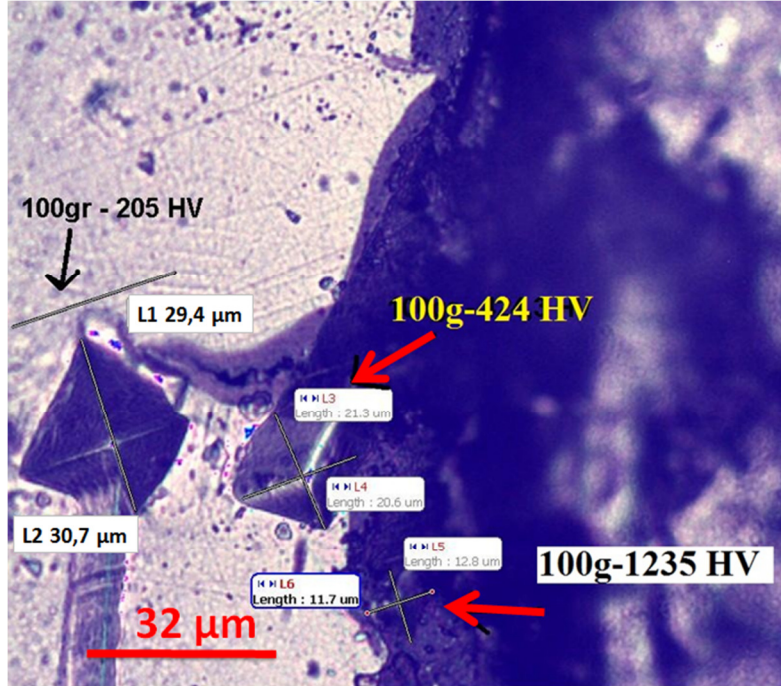
Şekil 6.93. H_3BO_3 çözeltisi ile 15 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi



Elt.	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%	Atom %	Ağırlık wt.%
EDS	1	1	2	2	3	3	4	4	5	5
C	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
N	1.848	0.818	0.000	0.000	1.616	0.837	1.031	0.482	2.642	1.320
O	58.601	29.637	53.497	24.943	70.46	41.675	63.816	34.117	66.720	38.073
Cr	5.814	9.555	9.128	13.831	3.854	7.408	5.417	9.412	5.501	10.202
Mn	0.446	0.774	0.454	0.727	0.377	0.765	0.108	0.199	0.249	0.488
Fe	30.461	53.772	33.854	55.094	21.13	43.624	26.668	49.765	22.668	45.150
Ni	2.670	4.953	2.920	4.994	2.463	5.343	2.784	5.460	2.131	4.461
Mo	0.161	0.489	0.147	0.412	0.098	0.347	0.176	0.565	0.089	0.306

Şekil 6.94. H_3BO_3 çözeltisi ile 30 dk. işlem gerçekleştirilen numune SEM-EDS analizi

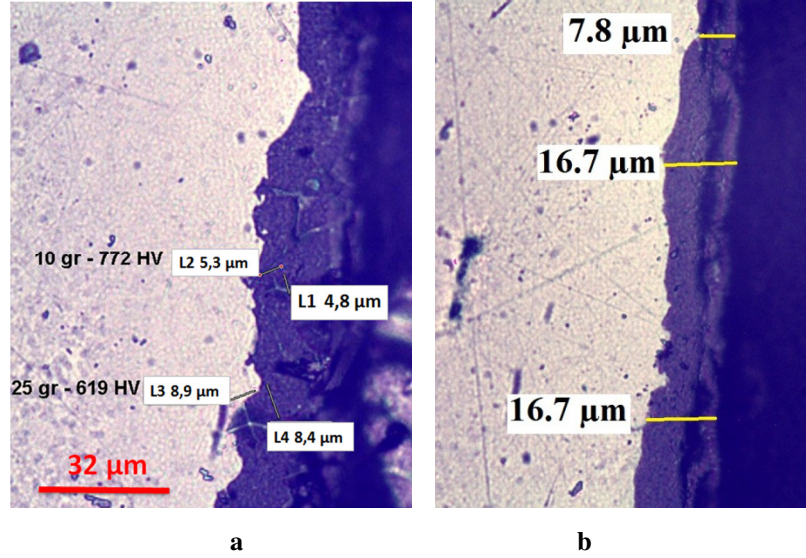
Şekil 6.95.'de 30 dk. elektrolitik plazma deneyi sonrası mikro sertlik izleri ve kesit görüntüsü verilmektedir. Sertlik değerleri modifiye edilen tabakadan altık içine doğru ölçüldüğünde 205 HV, kaplama ile altık ara yüzeyinde 424,3HV, kaplama üzerinde ise 1235 HV olarak ölçülmüştür



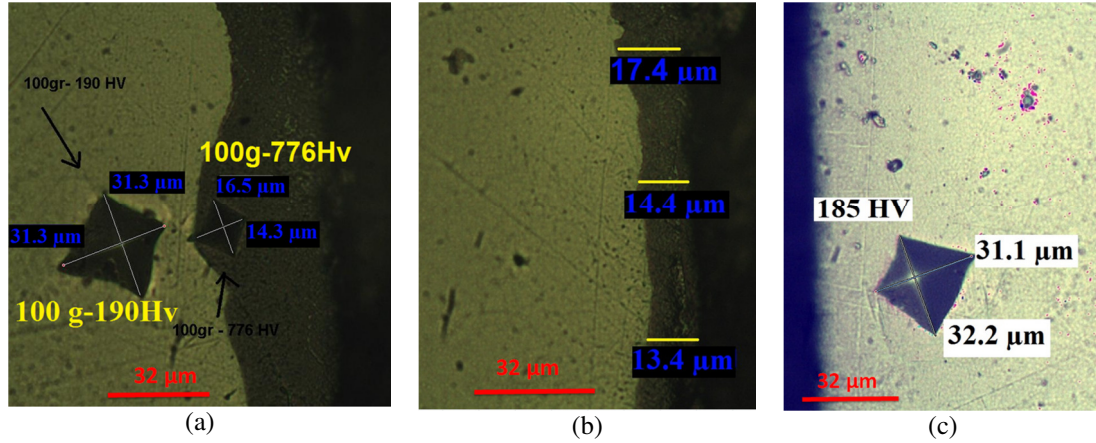
Şekil 6.95. 30 dk. H_3BO_3 deneyi mikro sertlik izleri ve kesit görüntüsü (205 HV_{0,1} - 424,3 HV_{0,1} - 1235 HV_{0,1})

Şekil 6.96 (a). 15 dk. işlem yapılan numunede sertlik değerleri 772 HV ve 619 HV olarak ölçülmüştür. Kaplama kalınlığına ve sürekliliğine dair bilgi edinmek için kaplama hattı boyunca çekilmiş optik mikroskop görüntüsü Şekil 6.96.(b)'de verilmektedir.

Şekil 6.97 (a). 1 dk. H_3BO_3 içerikli elektrolitle yapılan deneye ait mikrosertlik değerleri ve görüntülerini (b) tabaka kalınlığını (c) ise 5 sn. işlem gören numunenin sertlik ve kesit görüntüsünü göstermektedir. Modifikasyon tabakasının, numune üzerinde plazma etkisi kalan hat boyunca 13-17 µm kalınlıklarda, homojen ve çatlaksız bir formda biriktirildiği şekillerden görülmektedir. Sertlik değerleri ise 776 HV'ye yükselmiştir. 5 sn. işlem yapılan numunede plazma işlem zamanının kısa olması sebebi ile bariz bir yüzey modifikasyonu oluşmamıştır.

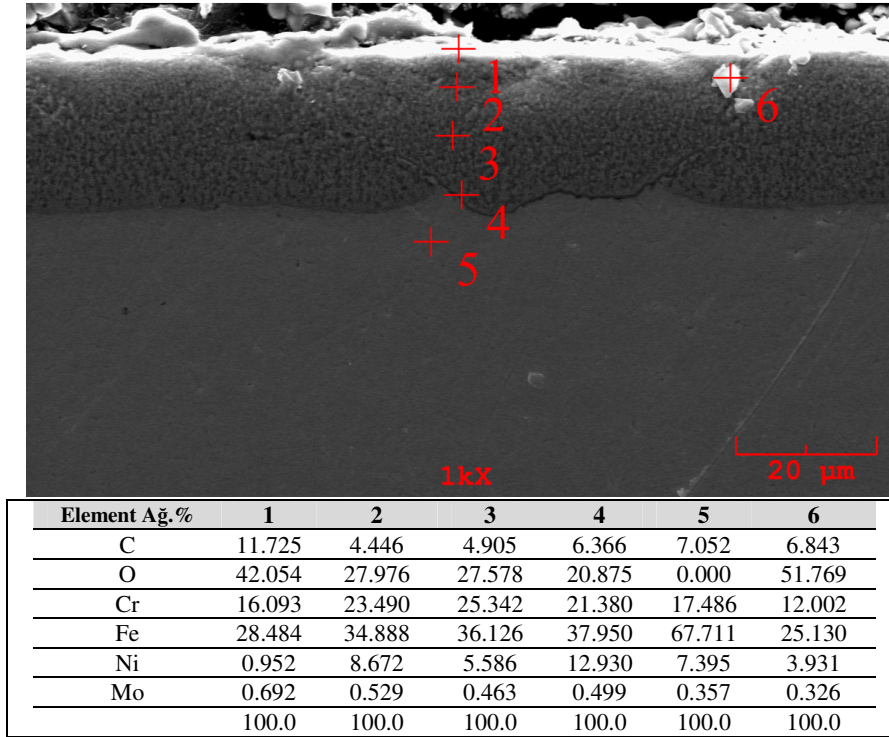


Şekil 6.96. 15 dk. H_3BO_3 deneyleri (a) mikrosertlik değer ve görüntüleri (b) tabaka kalınlığı

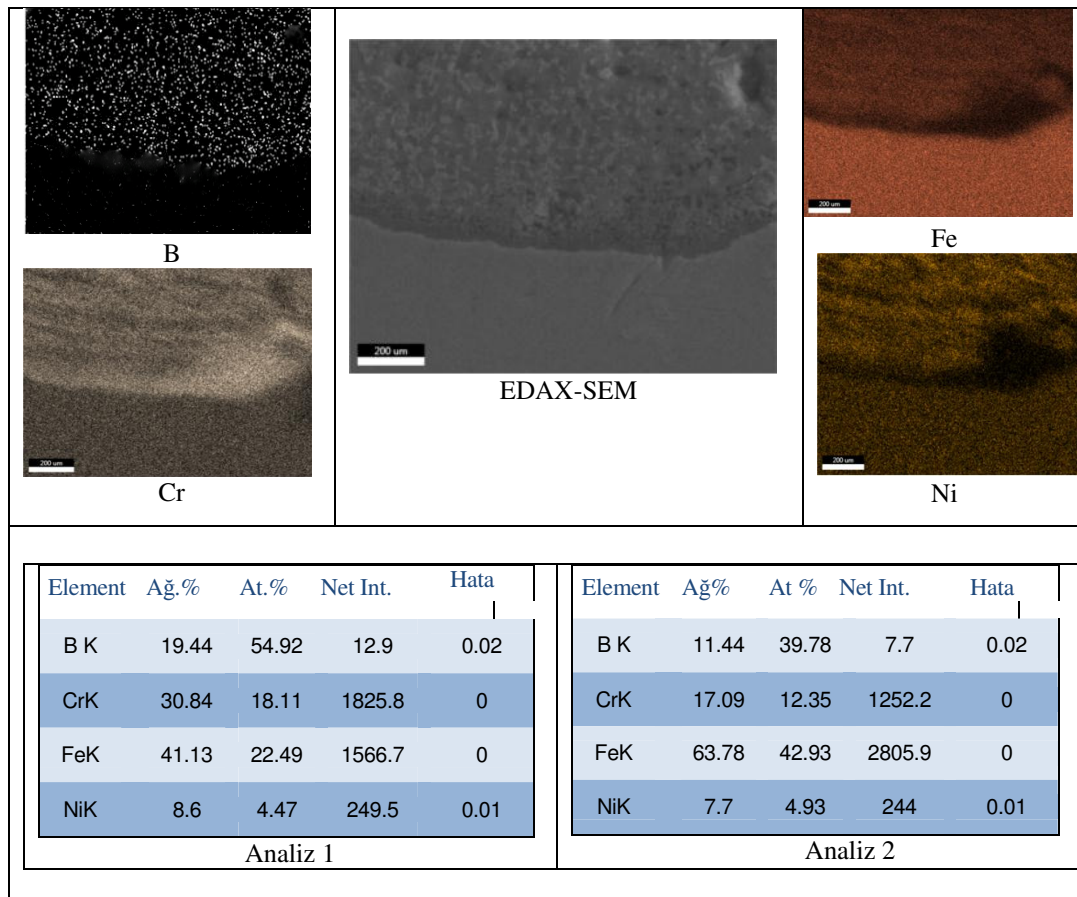


Şekil 6.97. 1 dk. H_3BO_3 çözeltisi ile yapılan difüzyon deneylerine ait (a) mikrosertlik değer ve görüntüleri (b) tabaka kalınlığı (c) 5 sn. işlem gören numune sertlik ve kesit görüntüsü

30 dk. modifiye edilen katmana ait SEM görüntüsü ve EDS analizi Şekil 6.98'de verilmektedir. Analizler, yüzeyde demir oksit veya krom oksit formlarının oluştuğunu aynı zamanda yüzeydeki karbona bağlı olarak karbürlerin oluşabileceğini işaret etmektedir. Şekil 6.99. 15 dakika difüzyon yapılan numuneye ait SEM-EDAX kesit görüntüsünü ve bu görüntüden çekilen alan EDS tarama sonuçlarını göstermektedir. Alan taramada difüzyon tabakası ve altlık bölgesi olmak üzere iki farklı analiz yapılmış ve bu EDS-Alan analiz sonuçları şekil içerisinde verilmiştir. Analiz 1 difüzyon tabaksına ait analiz iki ise altlık bölgesine ait elementel sonuçları vermektedir. Bu sonuçlara göre bor elementinin difüzyon bölgesinde daha yoğun bir şekilde olduğu ve altlığa doğru ise difüzyonun kademeli gerçekleştiği anlaşılmaktadır.

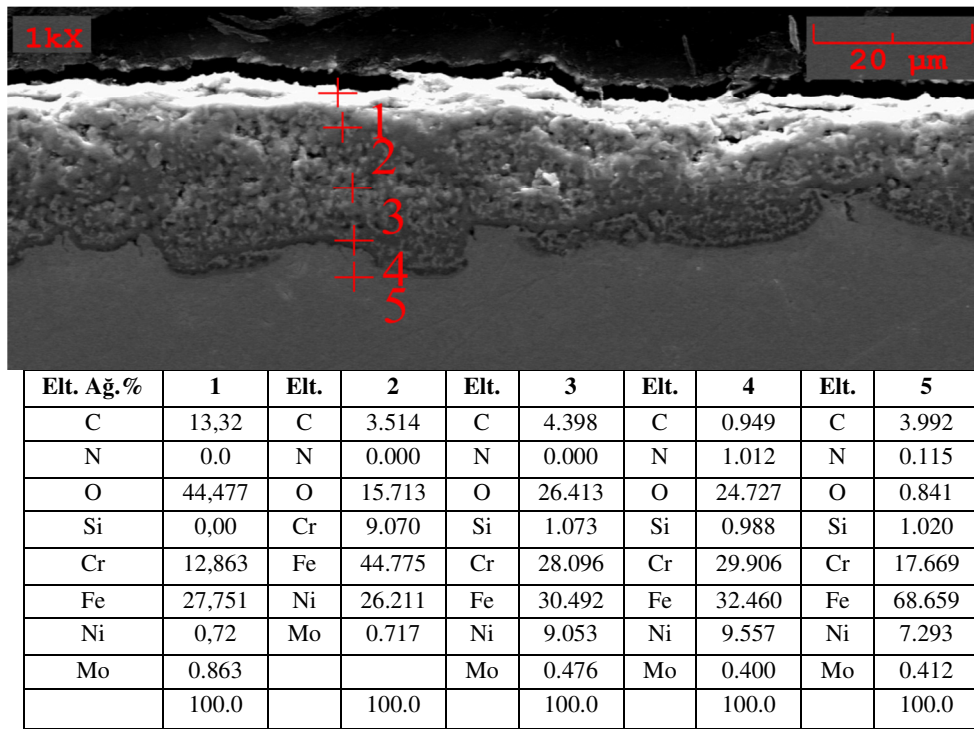


Şekil 6.98. H₃BO₃ çözeltisi deneyleri 30 dk.'lık numune SEM görüntüsü ve EDS analizi



Şekil 6.99. H₃BO₃ çözeltisi deneyleri 30 dk.'lık numune EDAX-SEM görüntüsü ve EDS Alan analizi

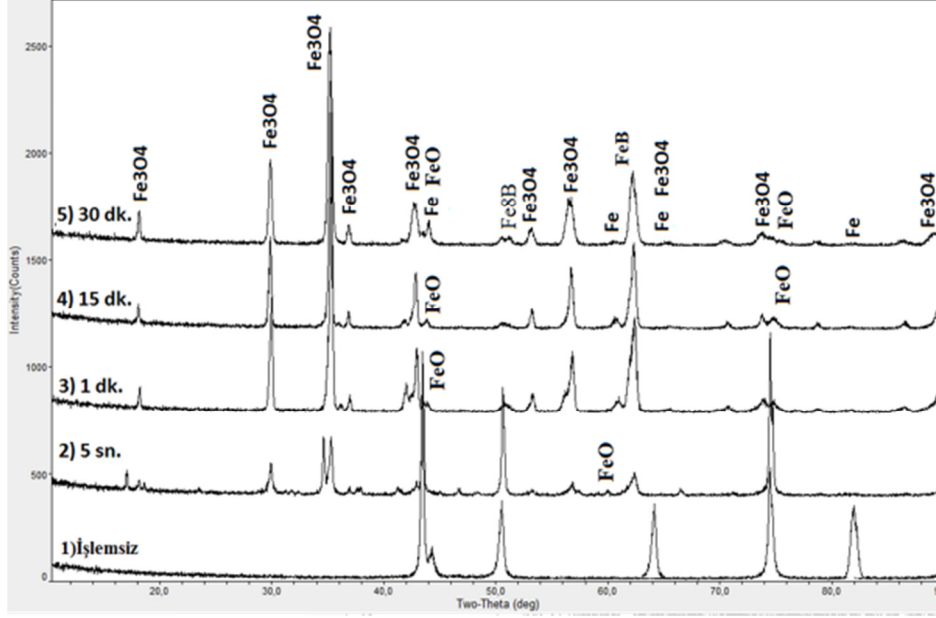
Elektrolit içerisinde mevcut olan bor elementi atom yarıçapının çok küçük olması nedeni ile SEM-EDAX ile detekte edilebilmiştir (Şekil 6.99). Şekil 6.100’de ise 1 dk. işlem yapılan numunenin elementel analizi yapılmıştır. Modifiye edilen tabakada karbon, oksijen, krom, demir ve molibden elementleri bulunmuştur. Modifiye tabaka ile altık ara yüzeyinde azot elementi bulunmuştur. Plazma işlemi başlangıcında altık yüzeyinde demir veya krom nitürür tabakası oluşma ihtimalini artırmaktadır. Aynı zamanda modifiye tabaka içinde detekte edilen molibden elementinin aşınma direncini artırdığı düşünülmektedir.



Şekil 6.100. H_3BO_3 çözeltisi deneyleri 1 dk.’lık numune SEM görüntüsü ve EDS analizi

H_3BO_3 çözeltisi ile tatbik edilen numune yüzeylerindeki fazların XRD sonuçları Şekil 6.101’de verilmektedir. Yüzeyde Fe_3O_4 , FeO , Fe_8B ve FeB fazları belirlenmiştir. Literatürde plazma elektrolitik borlama tekniği ile yapılan çalışmada çelik yüzeyinde FeB , Fe_2B , Fe_3B , CrB gibi fazlar oluşturulmuştur ve bu fazların nanokristalin yapıda olduğu belirlenmiştir. Nanokristalin fazların hem yüksek aşınma hem de yüksek korozyon direnci sağladığı aşınma testleri ve elektrokimyasal metotlarla belirlenmiştir [116]. Genel anlamda difüzyon deneyleri, N, O, B elementleri içeren organik bileşenler, tuzlar ve bileşiklerin çözeltide çözülmesi ile

metalik yüzeylerde difüzyon gerçekleştirilmiştir ve fonksiyonel yüzey filmleri elde edilmiştir.



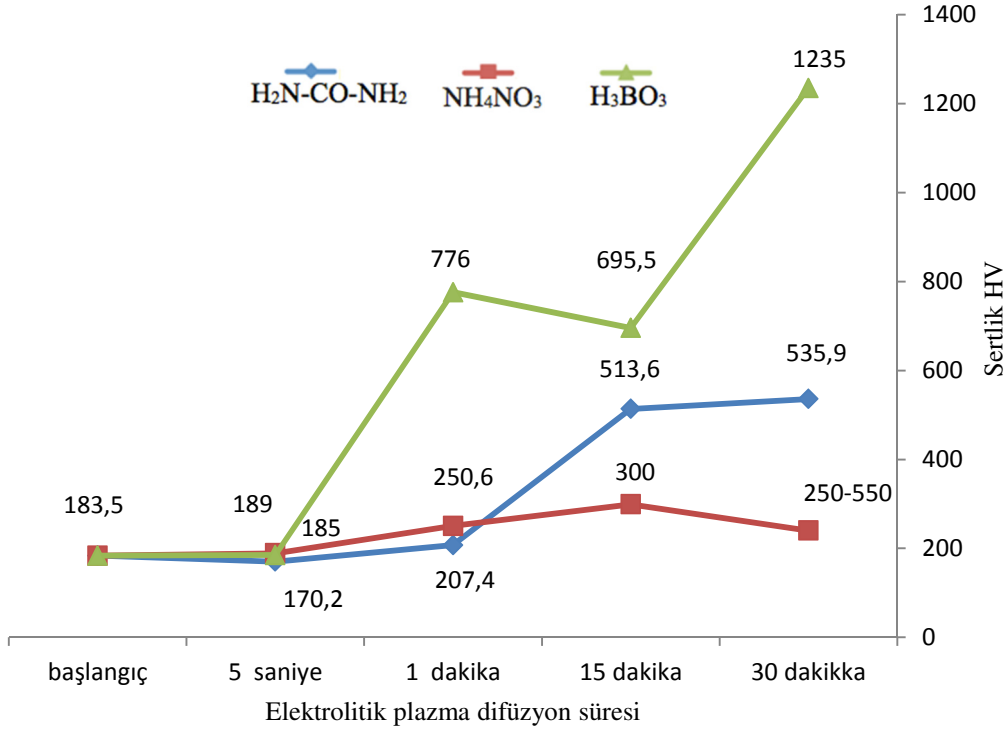
Şekil 6.101. H_3BO_3 deneyleri ve başlangıç numunesine ait XRD paternleri ve çözümleri

6.4.2. Sertlik ve pürüzlülük incelemeleri

Genel olarak bir değerlendirme yapılacak olursa, artan plazma elektroliz süresi, elde edilen yüzey sertlik değerini arttırmaktadır. Modifikasyon mekanizmaları 1 dakika işlem süresinden itibaren başlamaktadır. H_3BO_3 çözeltisi ile yapılan deneylerde en yüksek sertlik değeri elde edilmiştir. Bu sertlik değerinin literatürdeki demirbor fazlarının sertlik değerlerine uyum gösterdiği anlaşılmıştır [116].

Takiben $H_2N-CO-NH_2$ içeren çözelti sertlik değeri 539 HV gelmektedir. NH_4NO_3 içeren çözelti ile yapılan deneylerde sertlik de oranla daha düşük bir miktar artışı elde edilmiştir. Ancak ince bir film şeklinde olan yüzeye indentasyon etkin bir şekilde uygulanamamıştır. Yüksek yüklerde kenara yakın bölgelerde deformasyon oluşmuş veya iz ucu matris içine kaymıştır. Dolayısı ile sertlik değeri daha düşük ölçülmüştür. Düşük yüklemelerde ise indentasyon izinin çok küçük olması nedeni ile ölçülen sertlik sapmalar olmuştur. Sertlik değerleri 250-550 HV aralığındaki değerlerde ölçülmüştür. (Şekil 6.102).

$H_2N-CO-NH_2$ ve NH_4NO_3 esaslı çözeltilerde de demirnitür, demirkarbür, demirkromoksit, yapıları ve ostenit içine difüze olmuş azot-karbon fazları, bu fazlara ait sertlik değerleri elde edilmiştir [3,22,62,64-66].

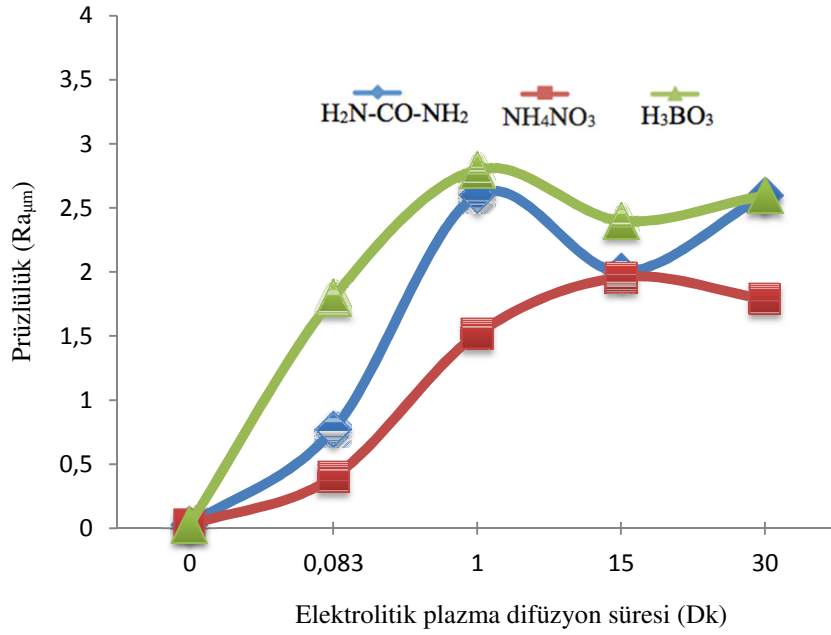


Şekil 6.102. $H_2N-CO-NH_2$, NH_4NO_3 , H_3BO_3 çözeltileri ile farklı sürelerde uygulanan plazma işlemleri sonrasında ölçülen yüzey sertlikleri

Difüzyon işlemi sonrasında numune yüzeylerine profilometre ile uygulanan pürüzlülük sonuçları her üç grup çözelti için Şekil 6.103’de verilmektedir.

Başlangıç pürüzlülüğü 25 nm olan deneysel numuneler, plazma işleminin uygulama süresine bağlı olarak, genel anlamda bir artış eğilimindedir.

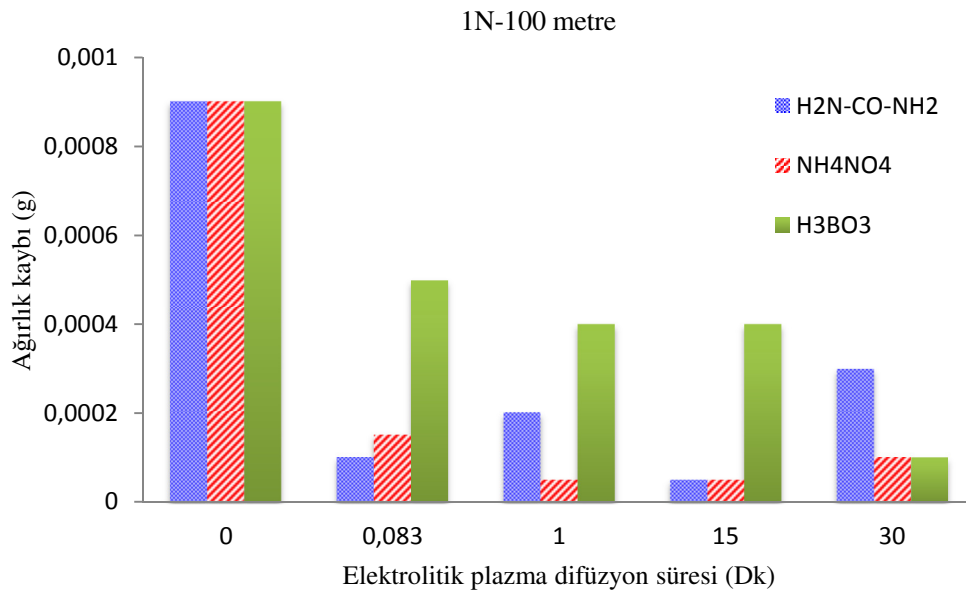
Plazma deşarjlarının, numune yüzeyinde uygulanan gerilime bağlı olarak, oluşturduğu metastabil yüksek sıcaklık fazları, dengede olmayan katı çözeltiler, kompleks karışık bileşenler, camsı fazlar [22] ile pürüzlülük değerini değiştirdiği aşıkardır. Yüzeydeki plazma deşarjlarının yoğunlaşması ise pürüzlülüğü artırmaktadır [25, 65].



Şekil 6.103 H₂N-CO-NH₂, NH₄NO₃, H₃BO₃ çözeltileri ile farklı sürelerde uygulanan plazma işlemleri sonrasında ölçülen yüzey pürüzlülükleri

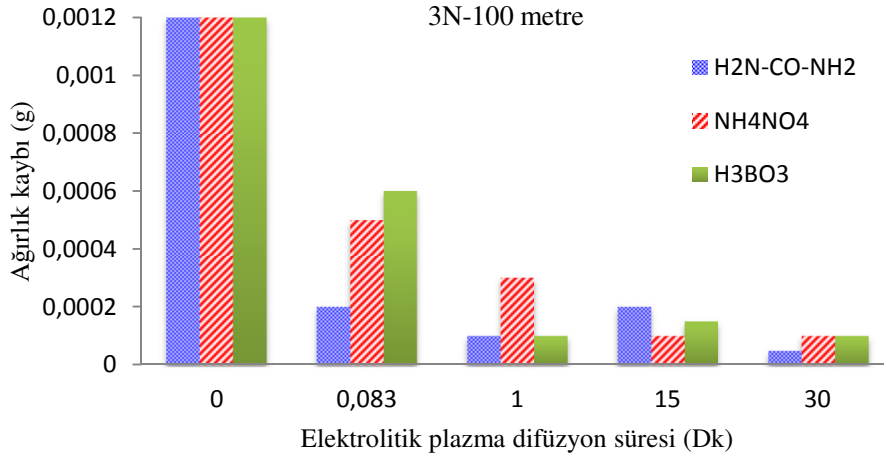
6.4.3. Difüzyon deneyleri aşınma deney sonuçları

Modifiye edilen yüzeylere ve işlem görmemiş parlatılmış haldeki yüzeylere 1 N ve 3 N yükler altında uygulanan aşınma deneyi süresince elde edilen zamana bağlı, aşınma kaybı sürtünme katsayısı (s.k.) verileri Tablo 5.15’de verilmektedir.



Şekil 6.104. Difüzyon sonrası 1N yük-100 metre mesafede uygulanan aşınma deneyi ağırlık kaybı verileri

Tablo 5.15'e ait verilerin grafiksel gösterimi 1N yük altında 100 metre kayma mesafesi için Şekil 6.104'de verilmektedir. 3N yük 100 metre kayma mesafesinde gerçekleştirilen deney sonuçları ise Şekil 6.105'da gösterilmektedir. Şekillerde difüzyon işlemi yapılmamış numuneye ait aşınma deneyi verileri "0" ile gösterilmektedir.



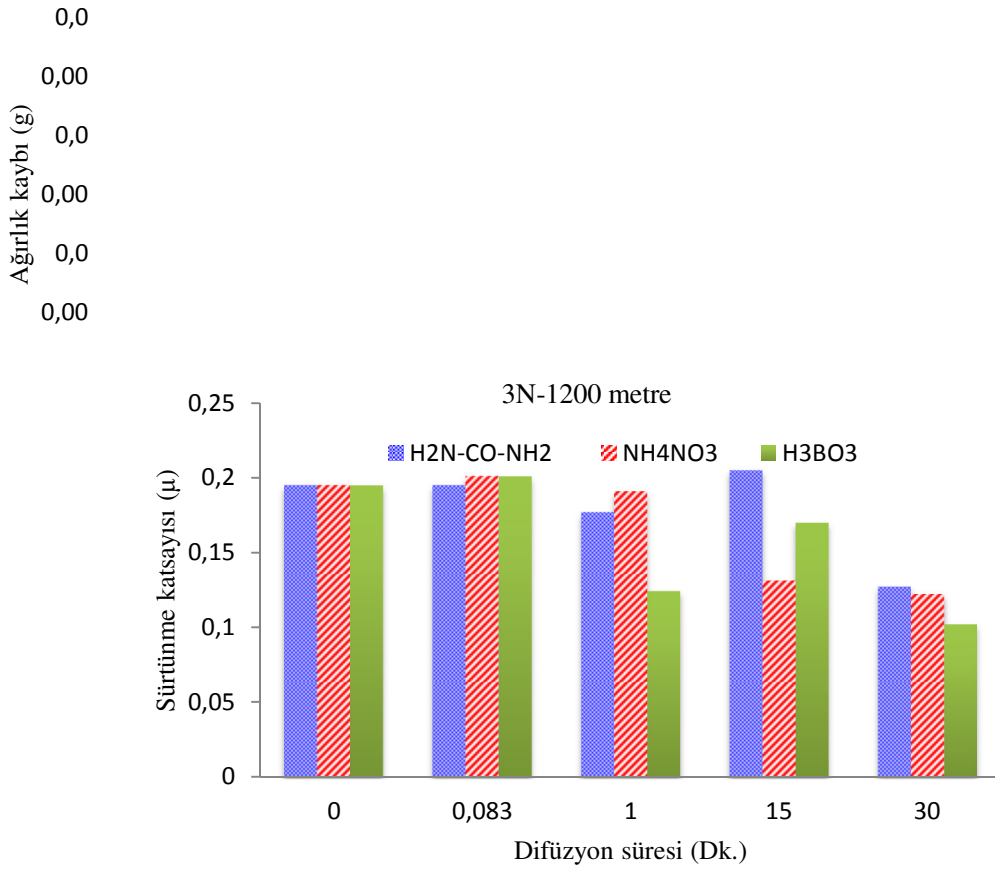
Şekil 6.105. Difüzyon sonrası 3N yük-100 metre mesafede uygulanan aşınma deneyi ağırlık kaybı verileri

Sürtünme katsayısı değerleri değişken bir davranış göstermiş olup 1N ve 3N yük altında yapılan aşınma deneyleri ile işlemsiz numune deneyleri 100 metre kayma mesafesi için kıyaslandığında düşüş göstermiştir. İşlemsiz-parlatılmış yüzeyli numunenin, 1 N yük altında ortalama sürtünme katsayısı 0,2 iken 3 N yük altında ise bu değer 0,216 olarak kayıt edilmiştir. Genel anlamda tüm modifiye edilen yüzeylerde gerçekleştirilen deneylerde aşınma katsayısının düştüğü gözlenmiştir. Aşınma katsayısının düşmesi ile aşınma kaybının orantılı olduğu anlaşılmıştır. 1 N ve 3 N yük ile yapılan deneylerde aşınma kaybı net bir şekilde düşüş göstermiştir. Aşınma yükünün 1 N'dan 3 N'a artırılması ile aşınma kayıpları artış göstermiştir. 1 N yük altında en iyi performansı 15 dakika süresince H₂N-CO-NH₂ ve NH₄NO₃ çözültisi ile modifiye edilen yüzey ve 30 dakika H₃BO₃ çözültisi ile modifiye edilen yüzey göstermiştir. 3 N yük altında ise 30 dakika plazma modifikasyonu işlemi gerçekleştirilen numune yüzeylerinde ise en az aşınma gerçekleşmiştir. 5 saniye işlem gerçekleştirilen numunelerde dahi aşınma kayıpları H₂N-CO-NH₂ çözültisi için 100 metre kayma mesafesinde 6 kata kadar azalma H₃BO₃ çözültisi için 2 kata

kadar azalma göstermiştir. Modifiye edilen katmanın ince olması kısa mesafeli kayma mesafelerinde aşınma direncini arttırmıştır. Kısa mesafeler için 1 N ve 3 N yük altında ciddi bir aşınma hasarı meydana gelmemiş, yüzeyde oluşan asperitiler, absorbe su ve pürüzler aşınmada etkin gerçek yüzeyi oluşturmuştur [119]. Aşınma mekanizmasının mesafeye bağımlı değişimini analiz edebilmek için 1200 metre kayma mesafesinde gerçekleştirilen deney sonuçlarına göre ideal yüzey modifikasyonları en az 1 dakika plazma işlemi uygulanan numunelerde başlangıç göstermiştir. En az aşınma kaybı 30 dakika plazma işlemi gerçekleştirilen numunelerde olmuştur. 5 saniye plazma uygulanan numunelerde 1200 metre mesafede aşınma direnci elde edilememiştir. Çözelti grupları arasında bir kıyas yapılacak olursa uzun mesafelerde en az aşınma kaybı H_3BO_3 içerikli elektrolitle yapılan yüzeylerde gerçekleşmiştir. Parlatılmış yüzeye uygulanan aşınma deneyleri esansında kayıt edilen sürtünme katsayısı grafiği Şekil 5.5’de verilmektedir. Sürtünme katsayısı ortalama 0,22 ile başlamış yaklaşık 600 metre sonra 0.2 seviyesine düşmüştür ve deney sonucuna kadar aynı değerde seyir etmiştir. Deney başlangıcında sürtünme katsayısı adsorbe edilen neme bağlı olarak düşük seviyelerden başlayarak artmıştır. Daha sonraki süreçte yüzey pürüzlülüklerine bağlı olarak bir miktar artış göstermiştir, bu süreç “run in” olarak tanımlanmaktadır ve yüzeydeki pürüz tepe noktalarının eliminasyonuna kadar devam etmektedir. Daha sonraki süreçte sürtünme katsayısı “steady state” olarak tanımlanan ve belirli bir aralıkta devam etmektedir [119]. İşlemsiz numune sürtünme katsayısı deney süreci içerisinde ve steady state bölgesinde saçınımlar şeklinde pikler vermiştir. 5 saniye işlem yapılan numunelerde sürtünme katsayısı başlangıçtan itibaren belirli bir mesafe aşırı saçınımı devam etmiş daha sonra sabitlenmiştir. $H_2N-CO-NH_2$ çözeltilinde gerçekleştirilen deneye ait s.k. grafiği Şekil 5.6’da verilmektedir. Grafikte sürtünme katsayısının bariz değiştiği mesafe ok ile işaretlenmiştir ve yaklaşık 140 metre olarak ölçülmüştür. Bu noktadan sonra yüzey difüzyon tabakasının fonksiyonu biterek altlık ile temaslar başlamıştır. $H_2N-CO-NH_2$ ve H_3BO_3 ile 5 saniye işlem yapılan numunelerin s.k. değerleri benzer davranış göstermiştir (Şekil 5.7 ve 5.8). Ancak H_3BO_3 numunesinde kararlı hale geçme mesafesi 480 metre civarında olmuştur. Ağırlık kayıpları kıyaslandığında $H_2N-CO-NH_2$ ve NH_4NO_3 esaslı çözeltilerde difüzyon yapılan numunelerin ağırlık kayıplarının başlangıç numunesi ile aynı olduğu ölçülmüştür. Plazma difüzyon süreleri bazında bakıldığında 1 dakika

difüzyon süresi ve daha üzeri işlem sürelerinin modifikasyon için yeterli olduğu 1200 metre aşınma deneyi sonrasında anlaşılmıştır. H_3BO_3 ve NH_4NO_3 içeren çözeltiler ile 1 dakika ve daha fazla süre işlem uygulanan numunelerde yapılan aşınma deneylerinde sürtünme katsayısı zamana bağlı olarak bariz bir değişiklik göstermemiştir. Ancak $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi için farklı bir durum söz konusu olmuştur. Aşınma deneyleri esnasında sürtünme katsayısı belirli mesafelerde bariz bir değişiklik göstererek modifiye edilen katmanın performansı hakkında daha net izlenimler etmemize olanak tanımıştır. $H_2N-CO-NH_2$ çözeltisi ile 1, 15 ve 30 dakika difüzyon yapılan numunelerin sürtünme katsayısı-mesafe grafikleri Şekil 5.9 (a,b,c)'de verilmektedir. Sürtünme katsayısının değiştiği bölgeler, difüzyon tabakasının delaminasyona uğrayarak işlevsiz hale geldiği veya lokal bozulmaların başladığı eşik noktası olarak düşünülmektedir. Şekil 5.9(b)'de bu durum bariz görülmektedir ve yaklaşık 700 metre olarak ölçülmüştür. 1 dakika işlem yapılan numunede sürtünme katsayısı bariz bir değişim göstermemiştir. Lokal olarak bozulduğu düşünülmektedir. 30 dakika işlem yapılan numunede ise sürtünme katsayısının net bir değişim göstermediği gözlenmiştir. Sürtünme katsayılarındaki değişime bağlı olarak, difüzyon tabakasının bozulmasına buradan da ağırlık kaybına gidecek olursak, kısa mesafede fonksiyonelliğini kaybeden numunede, aşınma deneyi sonrasında nispeten aşırı bir ağırlık kaybı beklenmektedir. Nitekim Şekil 6.106'da bu durum uyumlu bir şekilde teşekkül etmiştir, difüzyon tabakasının direnci ile ağırlık kaybı ters orantılı olarak değişim göstermiştir. Sürtünme katsayıları göz önüne alınacak olursa 30 dakika difüzyon yapılan deneylerde 1200 metre aşınma mesafesinde ortalama sürtünme katsayıları en düşük seviyelere gerilemiştir. Sürtünme katsayısındaki bu düşüş, aşınma miktarındaki azalmaya bağlanabilmektedir [109]. Aşınma direnci açısından en ideal sonuçlar, difüzyon proses zamanı ve aşınma direnci bazında değerlendirilecek olursa, H_3BO_3 içeren çözeltilerde elde edilmiştir. Yüzeyde oluşturulan sert ve sürekli modifiye katmanının aşınmaya karşı direnç sağladığı düşünülmektedir. Genel anlamda her üç çözelti için, yüzeyde oluşturulan oksit ve nitrür esaslı difüzyon tabakanın aşınma direncini artırdığı düşünülmektedir. Literatürde, Fe_3O_4 fazının sürtünme katsayısını düşürdüğü ve aşınma direncini artırdığına dair araştırmalar yapılmıştır. İlaveten Fe_3O_4 fazının nitrasyon ön işlemi yapılan numunelere uygulanan post oksisasyon işlemi ile daha kararlı bir faz olarak teşekkül ettiği açığa çıkarılmıştır [120,121].

Parlatılmış bir yüzeye gerçekleştirilen oksidasyon deneylerinde Fe_2O_3 fazının oluştuğu ve oluşan nihai yüzey filminin altlığa bağlı olduğu tartışılmıştır [120]. Ayrıca uzun süreli uygulanan oksidasyon işlemlerinin aşınma esnasında kopmalara neden olduğu ve aşınma kayıplarını artırdığı da belirtilmiştir [120]. Uzun süreli difüzyon yapılan numunelerde aşınma kayıplarının artışı bu sebeple ilişkilendirilebilir.



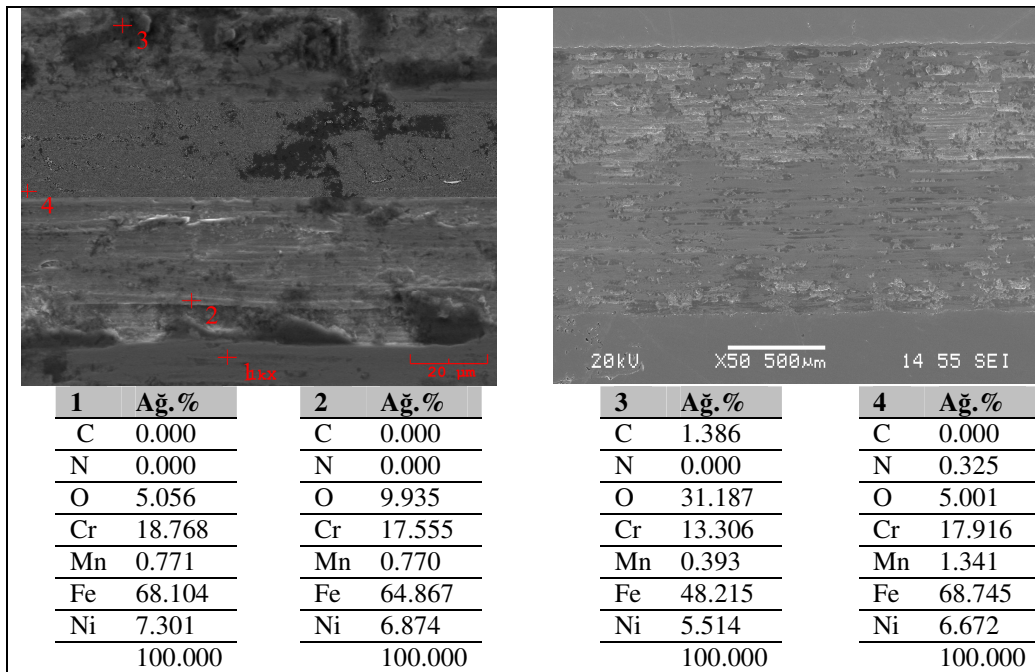
Şekil 6.106. Difüzyon sonrası 3N yük-1200 metre mesafede uygulanan aşınma deneyi ağırlık kaybı ve sürtünme katsayısı verileri

Aşınma deneyleri sonrası SEM-EDS ile incelenen aşınma izleri Şekil 6.107'de verilmektedir, yüzeyi parlatılmış difüzyon yapılmamış numunenin aşınma deneyi sonrası oluşan izin 1 kX büyütmede çekilmiş fotoğrafı ve aşınma ürünlerine ait EDS analizini göstermektedir. 3 N yük altında 1200 metre kayma mesafesi sonrasında, ağır bir aşınmanın gerçekleştiği, her iki aşınma izi fotoğrafında görülmektedir. Aşınma izinde aşınma hattı boyunca çizikler ve kütleli yer değişimleri

görülmektedir. Bu izler, çok düşük sertlikteki 316L numune ile alümina bilye arasında sıkışan aşınma ürünlerinin abrasif aşınma şeklinde 3. eleman aşınması mekanizmasına sebebiyet verdiği düşünülmektedir [119].

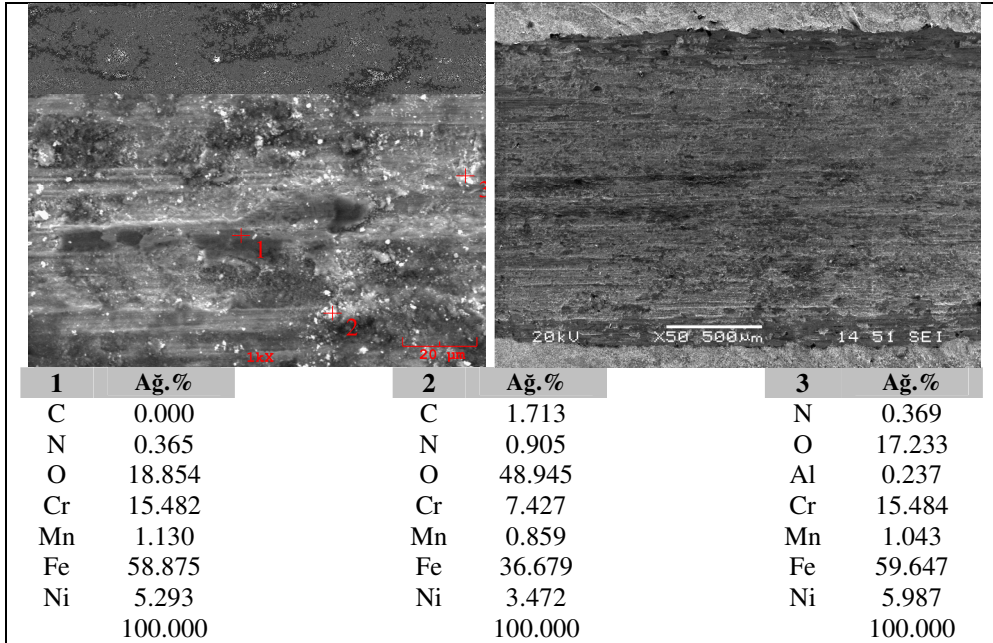
4 numara ile gösterilen EDS analiz hattında belirli bölgelerde plastik deformasyonlar meydana gelmiştir. İlâveten oksidasyon gerçekleşmiş oluşan oksit partiküller aşınma hattına paralel olarak değişik geometrik şekillerde adhesiv olarak sıvanmıştır.

Aşınma ürünü olan oksitlerin 3 numaralı EDS noktasında olduğu element analizi sonucuna göre öngörülmektedir. 2 numara ise abrasif aşınma karakteristiklerinden yivlerin olduğu hattı temsil etmektedir. Sağ panelde 50X büyütmede çekilen fotoğraf ise toplam iz genişliğini ve aşınma iz karakteristiğini göstermektedir. İz genişliği 1 mm'den fazla olmakla beraber yer yer adhesif kopmalar göze çarpmaktadır. EDS analizlerinde azot ve karbon elementine çok fazla rastlanmamıştır. Genel anlamda sıfır ölçüm alınmıştır.



Şekil 6.107. AISI 316 L numune aşınma izleri SEM-EDS incelemesi (3N-1200 m)

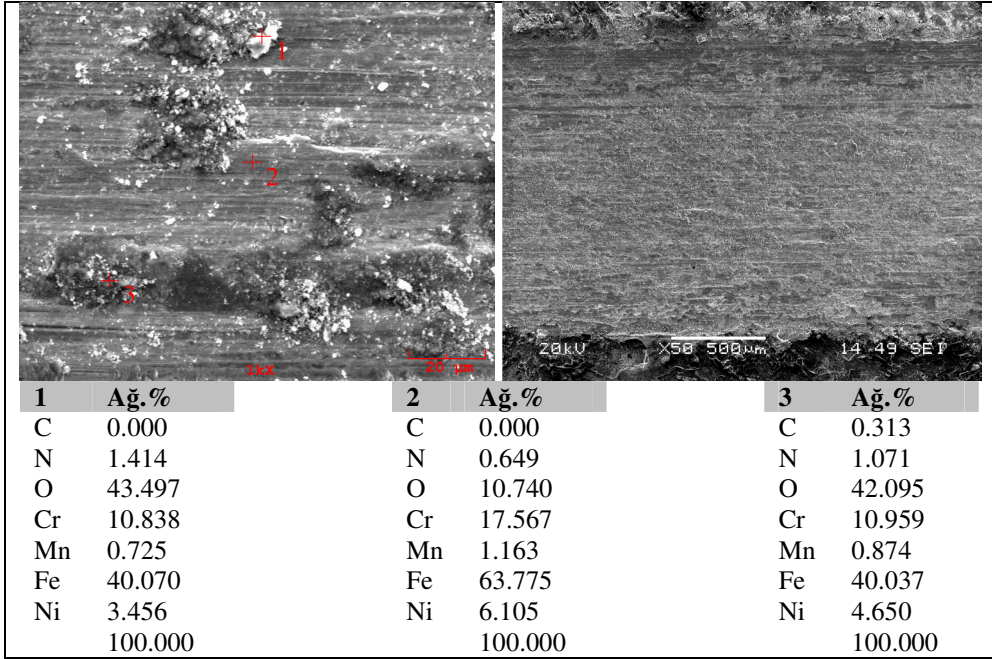
Şekil 6.108. $H_2N-CO-NH_2$ ile 5 saniye, Şekil 6.109. 1 dakika, Şekil 6.110. 15 dakika ve Şekil 6.111. 30 dakika difüzyon yapılan numunelerin 3N yük 1200 metre mesafedeki aşınma izlerini göstermektedir.



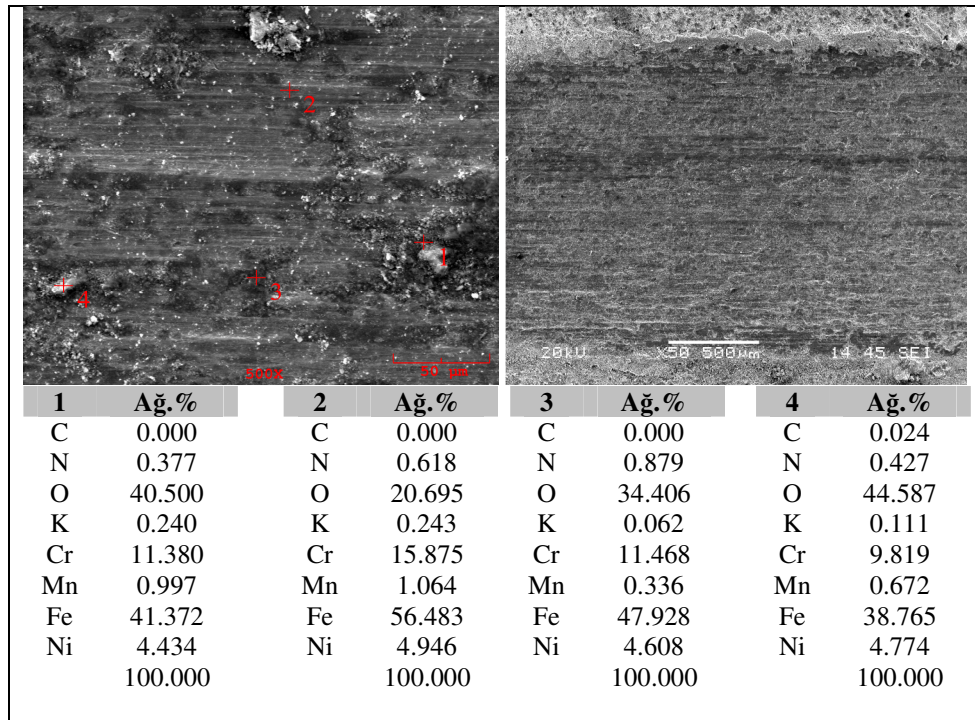
Şekil 6.108. 5 saniye difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri ($H_2N-CO-NH_2$)

5 saniye difüzyon yapılan numune incelendiğinde abrasif ve adhesiv aşınma davranışlarının kombinasyonu gerçekleşmiş, aşınma ürünleri işlemsiz numuneye göre farklılık göstermiştir.

Aşınma ürünleri hem aşınma doğrultusunda adhesiv olarak sıvanmış hem de partikül şeklinde aşınma hattı boyunca saplanmıştır. Aşınma şiddetli bir şekilde gerçekleşmiş yüzeyde oluşan difüzyon tabakası 1200 metre mesafede yeterli olamamıştır. 1 ve 15 dakika işlem yapılan numunelerde de yine abrasif yivlerin ağırlıkta olduğu aynı zamanda daha büyük parçalar şeklinde yapışmış oksit partiküllerin varlığı tespit edilmiştir. Oksit partiküllerden alınan EDS azot elementi sayımı yüzeyden içeri difüze olmuş nitrür fazların aşınma bilyesi karşısında parçalanarak aşınma ürünü olarak yayıldığını göstermektedir. Öte yandan, bu iki aşınma izi, işlem yapılmamış numune ile kıyas edildiğinde adhesiv aşınma izleri daha azalmış durumda göze çarpmaktadır. Bu sonuç ara yüzeyde oluşan partiküllerin, Alümina bilye ile 316L altlık arasında oluşacak adhesiv kuvvetlerin azalmasına neden olduğu düşünülmektedir [65,119].



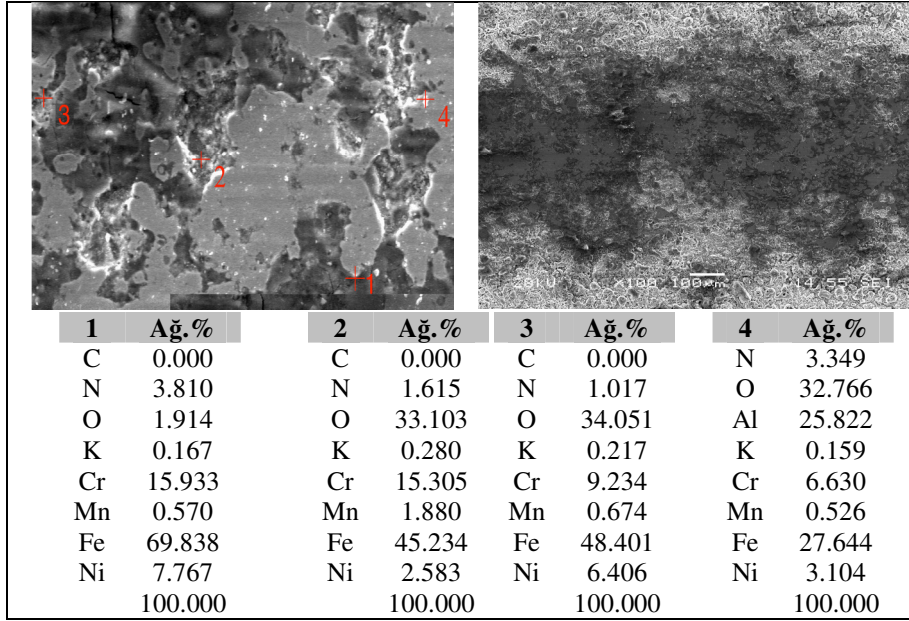
Şekil 6.109. 1 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri ($H_2N-CO-NH_2$)



Şekil 6.110. 15 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri ($H_2N-CO-NH_2$)

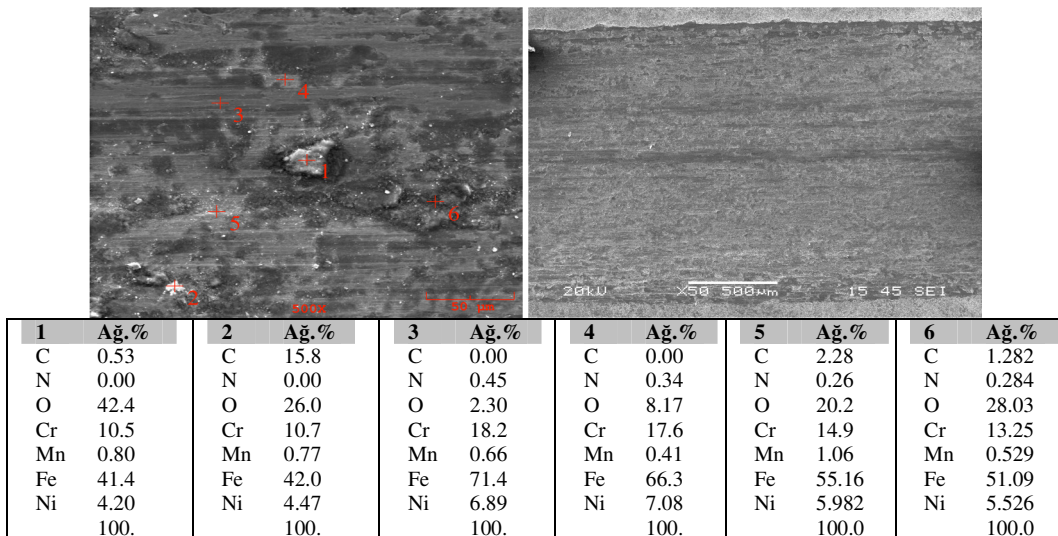
Aşınma direncinin en iyi olduğu numune 30 dakika difüzyon yapılan numune olup, aşınma lokal olarak mikro platolar üzerinde gerçekleşmiştir. Bu platolar difüzyon işlemi sırasında numune yüzeyinde plazma deşarjlarına bağlı olarak oluşmaktadır. Yüzeydeki pürüzlülük teşekkül eden oksit-nitrür fazlardan ileri gelmektedir. Nitekim aşındırıcı bilye kayma esnasında bu tepe noktaları ile temas halinde olup, aşınma

mesafesini artması ile tepe uç noktaları koparak veya yapışarak aşınma ürünü şeklinde ortamdan uzaklaşmıştır. Şekil 111'de aşınmanın düzleştirdiği tepe noktalarının kenarlarında tipik plazma difüzyon mikro yapısı görünmektedir. İz genişliğini içeren mikro yapıda ise aşınmanın çok az olduğu, aşınma izinin neredeyse takip edilemeyecek kadar ince ve süreksiz olduğu görülmektedir. Yüzeydeki oksit ve nitrür fazlar aşınmayı son derece az seviyelere çekmiştir.



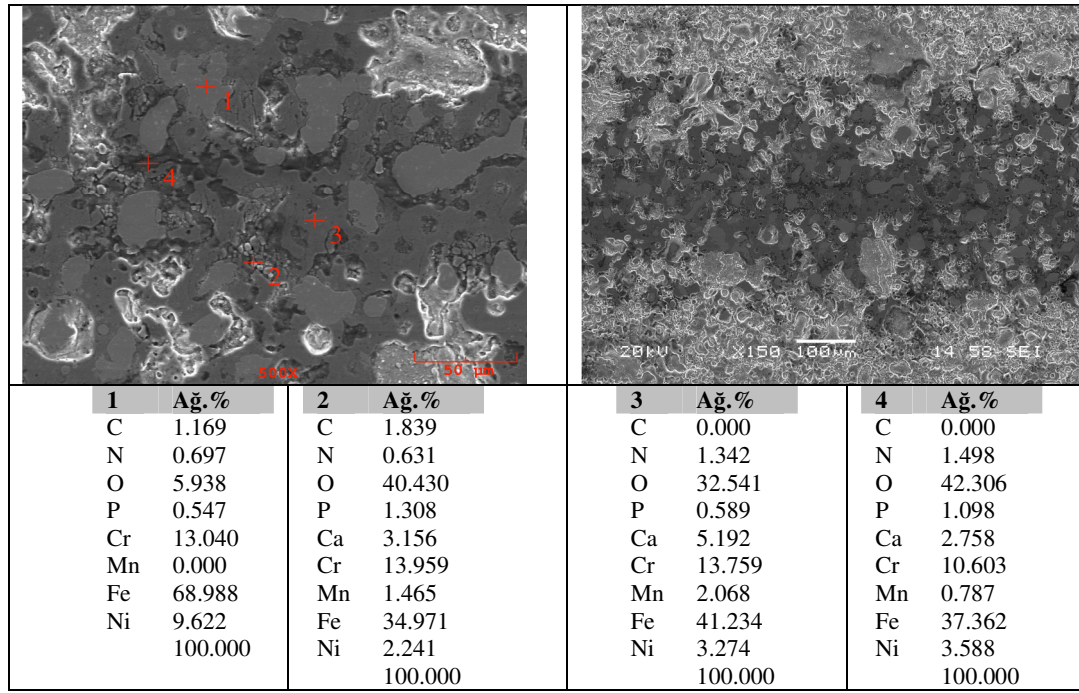
Şekil 6.111. 30 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri ($\text{H}_2\text{N-CO-NH}_2$)

NH_4NO_3 grubu deneylere ait aşınma izleri Şekil 112, Şekil 113, Şekil 114, Şekil 115'de sırası ile 5 sn, 1 dk., 15 dk., ve 30 dk. difüzyon yapılan numuneler için verilmektedir.



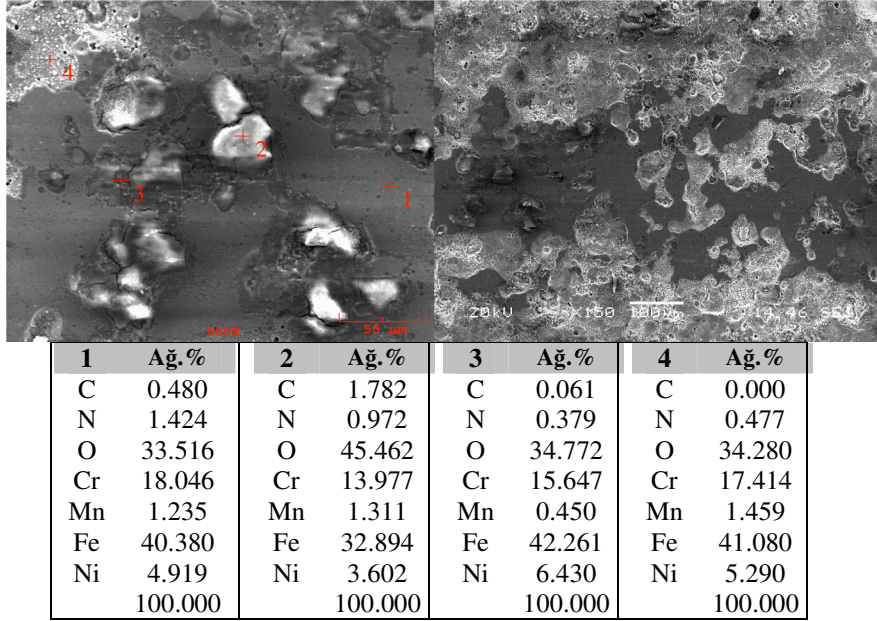
Şekil 6.112. 5 saniye difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (NH_4NO_3 elektrolit)

5 saniye işlem uygulanan numunede aşınma yivlerine ve koparak yapışan oksit partiküllere rastlanmıştır. EDS analizleri beyaz parçacıkların yüksek oksit oranı nedeni ile krom oksit veya demir oksit olma ihtimalini arttırmaktadır. Yivlerden alınan EDS analizlerinde oksijen seviyesi ve nitrojen seviyesi düşük çıkmaktadır. Bu sonuç abrazif etki ile oluşan yivin altık malzemeye kadar indiğini ortaya koymaktadır. Nitekim Şekil 6.112 sağ paneldeki iz fotoğrafı aşınmanın şiddetli olduğunu düşündürmektedir.

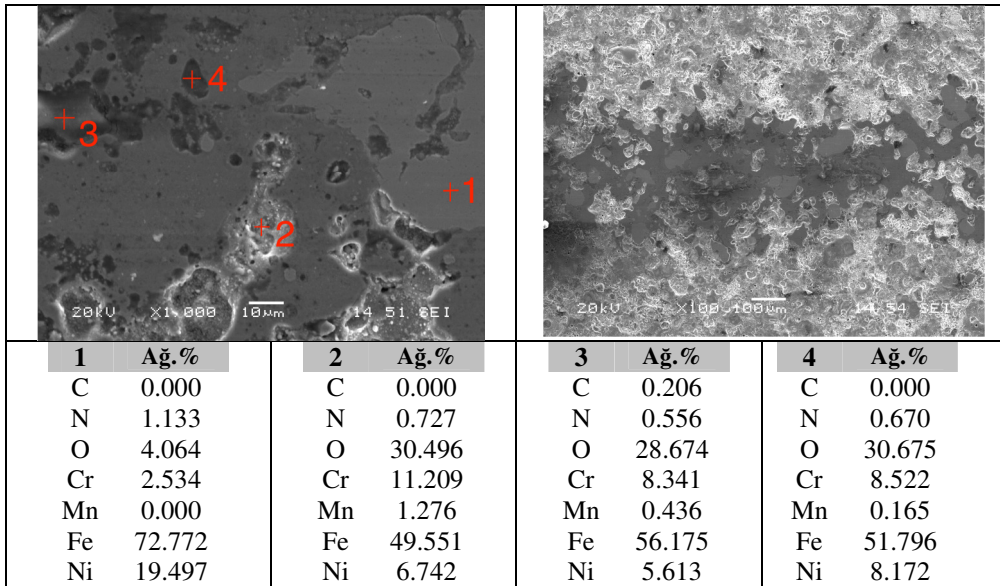


Şekil 6.113. 1 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (NH_4NO_3 elektrolit)

Şekil 6.113’de aşınma izi kısmi olarak aşındırıcı bilyenin etkisi ile düzleşmiş adacıklardan ve plazma difüzyon başlangıç mikroyapısından teşekkül etmektedir. Beyaz ve poroziteli yapılar bu tür difüzyon sonrası mikroyapıyı göstermektedir. Aşınma ile düzleşen yüzeylerde azot ve oksijene rastlanmıştır. Bu yüzeylerde aşınma gerçekleşmiş olmasına rağmen azota rastlanması difüzyonun gerçekleştiğini düşündürmektedir. Aşınmanın olduğu tepe noktalarında aşınma karakteristiği bariz bir nitelik göstermemekle beraber, düşük büyütmede çekilen aşınma izi, difüzyon tabakasının aşınmaya iyi seviyede bir direnç sağladığını göstermektedir. Çok düşük oranlarda aşınma ürünü tespit edilmiştir (2 numaralı EDS).



Şekil 6.114. 15 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (NH_4NO_3 elektrolit)

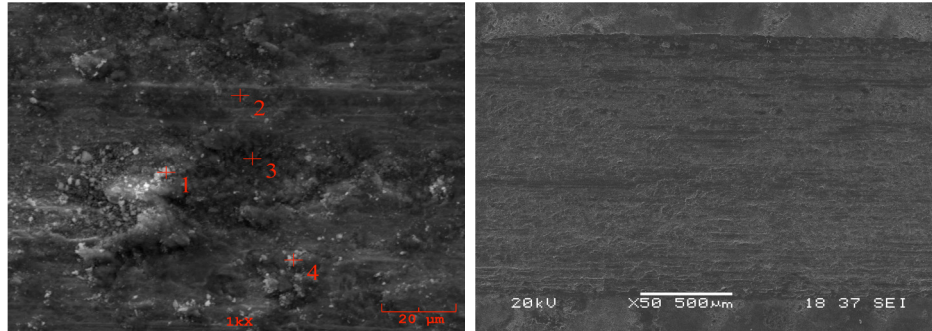


Şekil 6.115. 30 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (NH_4NO_3 elektrolit)

Genel anlamda NH_4NO_3 grubunda 1, 15 ve 30 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma davranışları benzer şekilde seyretmiştir. Aşınma izi çok ince bir şekilde oluşmuş yer yer difüzyon tabakasının belirli bölümlerinin bozulmadığı dahi gözlemlenmiştir. Şekil 115'de aşınma izinin 1 nolu EDS analizinin alındığı bölgede düzleşme meydana gelmiştir. Düz bölgenin yüksek krom ve azot oranı kromnitrür veya demir-oksi-nitrür esaslı intermetalik fazların aşınma direncini arttırdığı düşünülmektedir. 2 numaralı bölgenin oksit olma ihtimali yüksek olmakla beraber, koparak adhesif etki ile gömülen veya yüzeye tutunan bir oksit olmadığı düşünülmektedir. Diğer EDS analizleri ile kıyaslama yapılacak olursa 2 nolu

bölgenin oksijen yüzdesinin fazla olduğu ölçülmüştür. Bu fazlalık aşınmanın oksitleyici olmasından ileri gelebilmektedir. Bu partiküllerin aşınma bilyesi ile temas ederek yüzeyini oksidasyona uğradığı düşünülmektedir. Nitekim partikülün etrafında süresiz çatlaklar oluştuğu gözlenmiştir. Çatlaklar bilyenin ileri-geri kayması esnasında yorulmaya bağlı meydana getirdiği plastik deformasyondan ötürü oluşabilmektedir [65]. Kraterler, mikro çukurlar, ergimiş disperse olmuş oksitler şeklinde hiç bozulmadan aşınma izi boyunca kalmışlardır. Bu tür lokal olarak kalan orijinal mikroyapılar aşınmanın çok az gerçekleştiğini göstermektedir. NH_4NO_3 ile yapılan deneylerde, fonksiyonel difüzyon tabakasının 1 dakika plazma difüzyon süresinden itibaren aşınma direncini artırıcı etki yapacak şekilde teşekkül ettiği anlaşılmıştır. Şekil 6.113, Şekil 6.114 ve Şekil 6.115 bu sonucu destekleyici şekilde aşınma izlerini göstermektedir. Şekil 6.115'1 nolu EDS nikelce yüksek çıkmıştır, bu bölgenin NiFe_2O_4 spinel yapıda olduğu öngörülmektedir [72]. 2 nolu EDS başlangıç yüzeyi olup aşınmanın çok az veya asperitlerin uç noktalarında gerçekleştiği fikrini desteklemektedir.

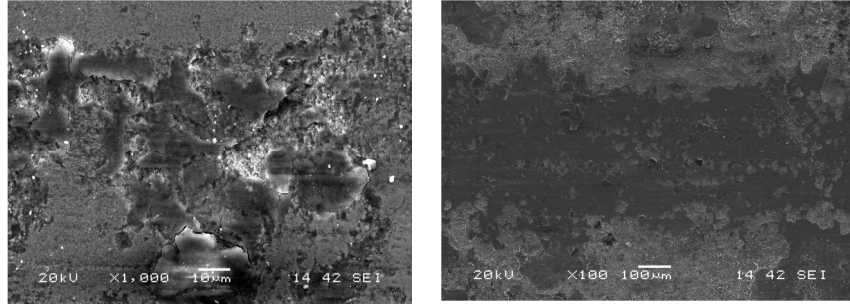
Şekil 6.116, sırası ile 5 sn, Şekil 6.117, 1 dk., Şekil 6.118 15 dk., ve Şekil 6.119, 30 dk. difüzyon işlemi yapılan numunelere 3N yük 1200 metre kayma mesafesinde gerçekleştirilen aşınma deneyi sonrasında modifikasyon yüzeyinde oluşan aşınma izlerini göstermektedir.



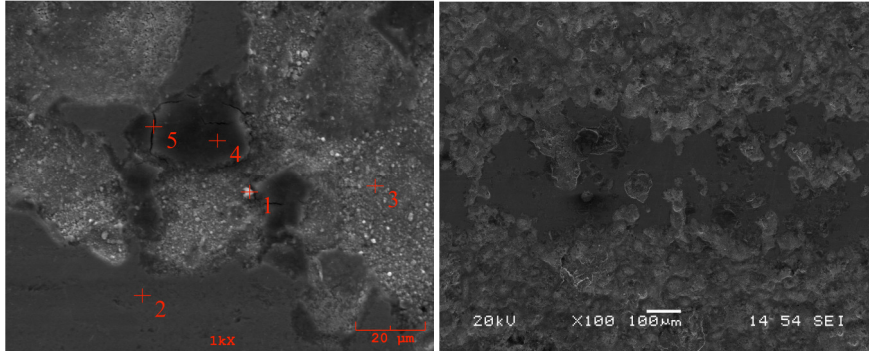
1	Ağ. %	2	Ağ. %	3	Ağ. %	4	Ağ. %
N	0.853	C	0.000	C	0.000	C	1.211
O	49.245	N	0.409	N	1.189	N	0.153
Al	1.012	O	17.238	O	35.558	O	36.934
Si	0.364	Cr	16.116	Al	0.534	Cr	12.718
Cr	8.885	Mn	0.787	Cr	13.296	Mn	0.578
Mn	0.435	Fe	59.372	Mn	0.357	Fe	43.023
Fe	34.863	Ni	6.078	Fe	44.525	Ni	5.383
Ni	4.343		100.000	Ni	4.542		100.000
	100.000				100.000		

Şekil 6.116. 5 saniye difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (H_3BO_3 Elektrolit)

5 saniye difüzyon süresi aşınma direncinde %23 oranında artış sağlamıştır. Aşınma ürünleri, metal oksit, metal oksijen-azot gibi fazlardan oluşmak yer yer yivler şeklinde abrasif olarak yer yer adhesif olarak gerçekleşmiştir (Şekil 6.116).



Şekil 6.117. 1 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri (H₃BO₃ Elektrolit)

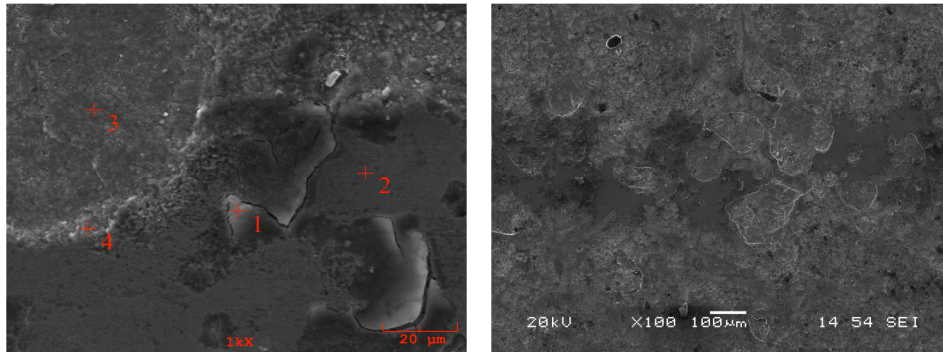


1	Ağ.%	2	Ağ.%	3	Ağ.%	4	Ağ.%	5	Ağ.%
C	7.099	C	0.000	C	0.000	C	1.195	C	0.000
N	0.000	N	0.497	N	0.727	N	0.404	N	0.212
O	52.82	O	31.268	O	39.416	O	36.593	O	29.634
K	3.965	K	0.233	K	0.390	K	0.132	K	0.349
Cr	3.875	Cr	10.59	Cr	5.276	Cr	7.955	Cr	7.737
Mn	0.489	Mn	0.498	Mn	0.748	Mn	0.921	Mn	0.641
Fe	30.64	Fe	50.64	Fe	49.920	Fe	47.840	Fe	54.764
Ni	1.100	Ni	6.273	Ni	3.523	Ni	4.961	Ni	6.663
	100.0		100.0		100.00		100.00		100.00

Şekil 6.118. 15 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (H₃BO₃ Elektrolit)

1 dakika difüzyon yapılan numune aşınma izleri Şekil 6.117'de gösterilmiştir. Aşınma plazma deşarjları ile oluşan asperitilerin üst noktalarında gerçekleşmiştir. Aşınma izinin genişliği yaklaşık 400 mikrometre olup, işlemsiz 316L numunenin iz genişliğinin 3 katından daha azdır. Difüzyon süresinin 15 dakika olduğu numunede (Şekil 6.118) aşınma miktarı en düşük seviye gerilemiştir. Aşındırıcı bilyenin kayması yüzeyde oluşan kraterlerin tepe noktalarında olduğu, bu bölgelerdeki düzleşmelerden anlaşılmaktadır. Ancak bu düzleşen noktalarda dahi net bir aşınma

izine veya delaminasyon kalıntılarına rastlanmamıştır. İz genişliğini gösteren resim düşünüldüğünde, aşınma hattı net bir şekilde belirmemiş hatta hat boyunca hiç bozulmamış adacıklar görülmektedir. Buradan hareketle aşınmanın çok etkin bir şekilde gerçekleşmediği, sadece mikro yükseltelerin tepe noktalarında gerçekleştiği düşünülmektedir. Ayrıca yüzeyde teşekkül ettiği düşünülen demirborür fazları [116], demiroksit ve demirboroksit fazları sürtünme katsayısını düşürmüştür. Sürtünme katsayısındaki düşüş 1, 15 ve 30 dakika difüzyon yapılan numuneler için gözlenmiştir.



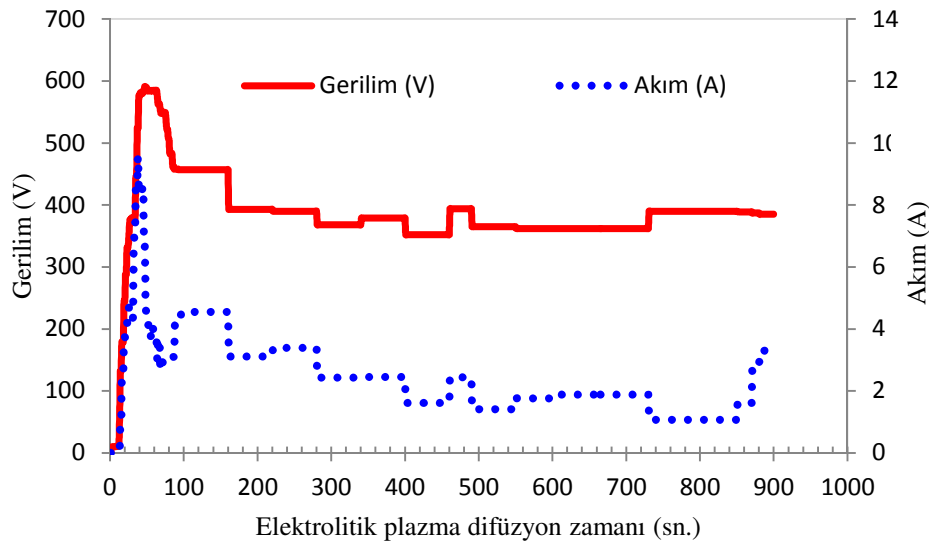
1	Ağ. %	2	Ağ. %	3	Ağ. %	4	Ağ. %
C	2.306	C	0.000	C	0.618	C	0.000
N	1.071	N	0.794	N	1.328	N	0.812
O	41.517	O	36.658	O	31.718	O	35.481
Al	0.205	Cr	35.281	Cr	28.451	Cr	20.180
Cr	14.430	Fe	24.232	Fe	35.804	Fe	37.582
Fe	33.088	Ni	3.034	Ni	2.080	Ni	5.945
Ni	7.383		100.000		100.000		100.000
	100.000						

Şekil 6.119. 30 dakika difüzyon yapılan numunelerin aşınma izleri ve analizleri (H₃BO₃ Elektrolit)

6.4.4. Kırılma geriliminin difüzyona etkisi

Plazmanın kararlı bir şekilde oluşturulabilmesi için gerekli, voltaj değeri kırılma voltajı olarak tanımlanmaktadır [22]. Kırılma voltajı numune boyutları ve elektrolit özelliklerine bağlı olmaktadır. Numune boyutlarının standardize edildiği göz önüne alınırsa sadece elektrolit kırılma voltajı için etken parametre olarak değer kazanmaktadır. H₂N-CO-NH₂ ile hazırlanan elektrolitin başlangıç iletkenliği 8 mS olarak ölçülmüştür. İletkenliğin düşük olması kırılma voltajının 549 V değerine yükselmesine sebep vermiştir. Kırılma voltajı ile akımın eşzamanlı davranışını

incelemek için $H_2N-CO-NH_2$ elektrolitle 15. dakika işlem yapılan numunenin Gerilim-Zaman, Akım-Zaman eğrileri Şekil 6.120’de verilmektedir.



Şekil 6.120. $H_2N-CO-NH_2$ elektroliti kullanılarak 15 dakika difüzyon yapılan numuneye ait gerilim ve akım değerleri

Kararlı plazmanın teşekkülünden sonra gerilim değeri 100 volt akım değeri ise 3 amper seviyesine gerilemiştir. Bu değerleri $H_2N-CO-NH_2$ esaslı elektrolit için 350-400 volt 3-5 amper olarak kayıt edilmiştir. Bu değerlerin kıyası yapılırsa, yüksek iletkenliklerde sistemden çekilen gerilim düştüğü sonucu çıkarılmaktadır.

Tablo 6.3. Elektrolitik plazma difüzyon deney verileri ve kırılma voltajları

EPSD No	Çözelti	Plazma Süresi	Kırılma Voltajı (V)
1	$H_2N-CO-NH_2$	5 saniye	595
2	$H_2N-CO-NH_2$	1 dakika	595
3	$H_2N-CO-NH_2$	15 dakika	591
4	$H_2N-CO-NH_2$	30 dakika	549
5	NH_4NO_3	5 saniye	200
6	NH_4NO_3	1 dakika	220
7	NH_4NO_3	15 dakika	298
8	NH_4NO_3	30 dakika	245
9	H_3BO_3	5 saniye	270
10	H_3BO_3	1 dakika	262
11	H_3BO_3	15 dakika	220
12	H_3BO_3	30 dakika	245

$H_2N-CO-NH_2$, NH_4NO_3 ve H_3BO_3 esaslı çözelti için kırılma voltajları Tablo 6.3’de verilmektedir. Kırılma voltaj değerleri ise 200 ila 298 volt değerine gerilemiştir.

Ancak iletkenliğin yüksek olması nedeni ile kırılma voltajı sırasında akım değerleri aşırı bir artış gösterip 5 sn., 1 dk, 15 dk. ve 30 dk. işlem gören numuneler için sırası ile 27, 28, 27 ve 31 amper arasında değişiklik göstermiştir.

Genel olarak tüm elektrolitler için gerilim-akım değerleri benzer karakteristik davranışı göstermiş, ancak kırılma voltaj değerleri değişmiştir. Gerilim ve akım birlikte artarak, kırılma voltaj değerine ulaşmış, akabinde plazmanın kararlı forma geçmesi ile hem gerilim hem de akım değerleri düşüş göstermiştir. Böylece sistemden çekilen güç azalmıştır, plazmayı kararlı formda bekletmek sureti ile numune sıcaklığı kontrol edilmiştir. Aynı zamanda plazmanın kontrolü kolaylaşmaktadır. Deneyin başlatılması, gerilimin sürekli artırılması ile yapılmıştır ve kırılma voltajı 15 saniye gibi bir sürede yakalanmıştır. Bu değerden sonra numune sıcaklığı da çok hızlı bir şekilde yükselmiştir, artan numune sıcaklığına bağlı olarak sisteme uygulanan gerilim kademeli olarak düşürülmüştür. Deneyler belirlenen sürelerin sonunda uygulanan gerilimin kesilmesi ile bitirilmiş ve numuneler etil alkol ile yıkanarak kurutulmuşlardır.

BÖLÜM 7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

7.1. Sonuçlar

1) Plazma oluşturmak için ve plazma ile ısıtılan numuneleri hızlı soğutmak için ideal elektrolit sıcaklığı 20 °C, elektrolit iletkenliği 90 mS/cm olarak belirlenmiştir. İletkenlik artırıcı olarak Na₂CO₃ tuzu kullanılmıştır. Elektrolit akış debisi 8 litre/dk. olarak tespit edilmiştir

2) İdeal gap mesafesi 2 mm olarak tespit edilmiştir.

3) Numune kalınlığındaki her 10 mm artış için sertlik derinliği yaklaşık 2.5 mm azalmıştır. 30 mm kalınlığındaki numunede 7 çevrim sonunda 5 mm sert tabaka derinliği elde edilirken, yüzey sertliği 10 HRC'den 60 HRC ye artırılmıştır.

4) Plazma teşekkülü için gerekli en düşük gerilim değerinin 200 V olduğu belirlenmiştir. Artan gerilim değerinin plazma ısıtma şiddetini artırdığı ve ısıtma süresini kısalttığı görülmüştür. Ancak 340 V üzeri uygulanan gerilim değerlerinde numune yüzeylerinde pürüzlülük artışı ve mikro ergimeler gözlenmiştir.

5) 300, 320, 340 ve 360 Volt gerilimleri altında yaklaşık 16 saniye ısıtılmış AISI 1040 çeliklerinin elektrolitik plazma ile sertleştirilen bölgeden itibaren çekirdeğe doğru 0.5 mm ila 4.25 mm sertlik derinliği elde edilmiştir. Yüzey sertlik değerleri ise 750-800 HV aralığında değişmiştir.

6) Isıtma süresindeki artış, tane boyutunda küçülmeye sebebiyet verirken, aşırı ısıtma süreleri ise tane kabalaşmasına neden olmuştur.

7) AISI 4140 çeliği için 320 volt gerilimde en çabuk sertleştirme gerçekleştirilmiş olup 9 saniye gibi bir işlem süresinde sertlik artışı gerçekleştirilmiştir. 18 saniye EPT işlem süresinde sertlik derinliği 7-8 mm ye kadar artmıştır.

8) Sabit DC gerilime göre “Darbeli” gerilim ile kontrollü bir ısıtma sağlanmıştır. 7 çevrim uygulanan numunelerde sertlik derinliği numune kalınlığı olan 10 mm boyunca devam etmiş ve 2 çevrim uygulanan numunede dahi, 500 mikrometre civarında lokal bir daire olacak şekilde sertleşme sağlanmıştır. Darbeli gerilimin 320 V ısıtma-250 V bekletme olmak üzere 3 er saniye uygulanması ile ideal ile bir plazma formu elde edilmiştir. Bu sebeple her üç gruptaki ve 10 mm kalınlıktaki çelik numuneler için ideal işlem, 5 çevrimde darbeli uygulama ile elde edilmiştir.

9) AISI 4140 çeliği için indüksiyonla sertleştirme işlemi ile elektrolitik plazma arasında karşılaştırma işlemi yapılmıştır. Elektrolitik plazma ile sertlik derinliği daha yüksek bir modifikasyon gerçekleştirilmiştir.

10) EU 1.2333 (Carmo) Çeliğinde, en az aşınma kaybı 5 çevrim yapılan numune de görülmüş, ancak çevrim süresinin artırılması ile tekrar aşınma kaybı artmıştır. Elektrolitik plazma işlemi uygulanmamış numune ile uygulanmış numune arasında yük değişkenine bağlı olarak aşınma kayıpları 3- 6 kat kadar azalma göstermiştir.

11) Elektrolitik plazma işlemleri, farklı arayer elementleri içeren $H_2N-CO-NH_2$, NH_4NO_3 , ve H_3BO_3 -molibden tuzlarının suda çözüldürülmesi ile difüzyon amaçlı kullanılmıştır.

$H_2N-CO-NH_2$ elektrolit ile yapılan deneylerde, yüzeyde Fe_3O_4 kimyasal formunda magnetit yapıda demiroksit ve sitokiometrik olmayan demir nitrür, ($FeN_{0,076}$) ve krom nitrür gibi fazlar oluşmuştur. Sertlik değeri 187 HV den 535,9 HV ye yükselmiştir. Elektrolitik plazma difüzyon işlemi sonrası aşınma kaybı önemli ölçüde azalmıştır.

NH_4NO_3 elektrolit ile yapılan deneylerde, en yüksek sertlik 550 HV değerine kadar yükselmiştir. XRD analizleri neticesinde yüzeyde Fe_3O_4 kimyasal formunda yaklaşık

3-4 µm kalınlıkta magnetit yapıda demiroksit ve sitokiometrik olmayan demir nitrür ($\text{FeN}_{0,076}$), krom nitrür fazları oluşmuştur. Yüzeyde oksijen ve azot elementlerinin difüzyonu söz konusu olup, azot konsantrasyonu ağırlıkça %1 seviyesine ulaşmıştır. Aşınma kayıplarının başlangıç numunesine oranla azaldığı gözlenmiş ve 1 dakika gibi işlem süresinde dahi aşınma direncinde artış görülmüştür.

H_3BO_3 elektrolit ile yapılan deneylerde, mikro sertlik değerleri 1235 HV olarak ölçülmüştür. Modifikasyon tabakasının, numune üzerinde plazma etkisi altında kalan hat boyunca 13-17 µm kalınlıklarda, homojen ve çatlaksız bir formda oluştuğu görülmüştür. XRD, SEM-EDS, EDAX analiz sonuçlarına göre yüzeyde Fe_3O_4 , FeO, Fe_8B ve FeB fazları belirlenmiştir.

12) Her üç difüzyon tabakası için 3N yük altında 1200 metre kayma mesafesinde, 1 dakika difüzyon süresinden itibaren aşınma dayanımları NH_4NO_3 ve H_3BO_3 elektrolitle yapılan numunelerde ciddi bir artış göstermiştir. Her üç elektrolit için 30 dakika difüzyon süresi etkili bir aşınma direnci sağlamak için yeterli süre olmuştur. Yine 30 dakika difüzyon yapılan numunelerin sürtünme katsayıları da ciddi bir düşüş göstererek 0.1-0.15 aralığında seyir etmiştir. Yüzeyde teşekkül eden ve arayer atomları ile doyurulan demir-krom oksit fazları sürtünme katsayısını düşürerek aşınma kayıplarını azaltmıştır.

13) Sonuç olarak, Elektrolitik plazma teknolojisi, işlem süresinin çok kısa olması nedeniyle enerji sarfiyatı düşük, kolay uygulanabilen, çevreci ve ekonomik bir prosestir. Çok yaygın olarak kullanılan çeliklere uygulanabilirliği anlaşılmış ve mevcut lokal yüzey sertleştirme işlemlerine alternatif, hatta üstün olabileceği ortaya konmuştur.

7.2. Öneriler

1) İki farklı nozul kullanmak sureti ile; birinci nozulda sodyum karbonat içeren elektrolitin numunenin ısıtılması için kullanılması, ısıtılma işlemini takiben başka bir nozul ile polimer esaslı, bor yağı esaslı veya ön ısıtılmış bir soğutma

yağı ile soğutulması, çatlama eğiliminde olan yüksek karbonlu veya alaşımlı çelikler için uygun bir yöntem olarak araştırılabilir.

- 2) Farklı geometrideki makine parçaları için, uygun yapıda nozul tasarımı yapılabilir veya bir sisteme birden fazla nozul eklemek sureti ile çoklu işlem uygulanabilir. İkinci bir nozul ile farklı bir noktadan su verilebilir. Daha güçlü güç kaynakları kullanılabilir.
- 3) Çinko, nikel, bakır sülfat gibi suda çözünen kimyasallar kullanılarak ısıl işlem ve aynı zamanda elektrolitik plazma modifikasyon uygulamaları araştırılabilir.
- 4) EPT oksitli, paslı ve yağlı yüzeylerin temizlenmesinde kullanılabilir. Bu konuda daha ileri çalışmalar yapılmalıdır.
- 5) EPT işlemi yapılan numunelerde sonlu elemanlar tekniği kullanılarak sıcaklık ve sertlik dağılımları araştırılmalıdır.

KAYNAKLAR

- [1] CIONEA, C., Microstructural evolution of surface layers during electrolytic plasma processing, PhD Thesis, The University of Texas At Arlington, May 2010.
- [2] WANG, S.Q., WEI M.X., ZHAO Y.T., Effects of the tribo-oxide and matrix on dry sliding wear characteristics and mechanisms of a cast steel, Wear Vol. 269, Issues 5-6, 19, July 2010, pp. 424-434.
- [3] SHEN, D-J., WANG, Y-L., NASH, P., XING, G-Z., A novel method of surface modification for steel by plasma electrolysis carbonitriding Materials Science and Engineering A, 458, 240-243, 2007.
- [4] YÜKSEL., M., Malzeme Bilgisi, TMMOB-Yayın No:1 pp. 184, DENİZLİ, 1998.
- [5] BENGHALEM, N-K., FELDER, E., LOUCIF, K., MONTMITONNET P., Plastic deformation of 25CrMo4 steel during wear: Effect of the temperature, the normal force, the sliding velocity and the structural state., Wear, Vol. 268, Issues 1-2, pp. 23-40, 4 January 2010.
- [6] ERDEMİR YAYINLARI Çelik Yüzeylerin Kaplanması, Erdemir Bilim ve Teknoloji Serisi, pp.1-8, 2006.
- [7] ÖZBEK, Y., Y., Pulse Plazma Teknolojisi ile Çeliklerin Yüzey Özelliklerinin Geliştirilmesi, Doktora Tezi, Sakarya Ün., Eylül 2008.
- [8] WANG, C-C., HWANG, J-R., Surface hardening of AISI 4340 steel by electron beam treatment Surface and Coatings Tech., 64, 1994, 29-33.
- [9] KUROCHKIN, Y. V., DEMIN, Y. N., ZVEREV A. A., Thermochemical treatment of steel in an electrolytic plasma Chemical and Petroleum Engineering, Vol. 37, 2001 Nos., 11-12.
- [10] ULUTAN. M., AISI 4140 Çeliğinin Yüzey Sertleştirme İşlemleri ve Kaplama Yöntemleri Sonrası Mekanik Davranışlarının Araştırılması Doktora Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Haziran 2007.

- [11] SHENG, L., QUANKUN, L., YUPING, M., JINGMING R., Wear Performance of Laser Surface Hardened GCr15 Steel Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed. Vol.25 No.1 Feb.2010.
- [12] HOFFMANN, P., DIERKEN R., Temperature controlled hardening of single part tools for automotive industry with high power diode laser systems Proceedings of the Second International WLT-Conference on Lasers in Manufacturing, Munich, June 2003.
- [13] LUK., S.F., LEUNG T.P., MÍU W.S., PASHBY, I., Heating performance of electrolytic heat-treatment in aqueous solution by pulse current, Journal of Materials Processing Tech., Vol. 63, Issues 1-3, Pp 833-838, Jan. 1997.
- [14] SUCHANEK, J., KUKLIK., V., Influence of heat and thermochemical treatment on abrasion resistance of structural and tool steel Wear, 267, 2100-2108, 2000.
- [15] GRUM, J., Comparison of different techniques of laser surface hardening, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering Vol., 24 ISSUE 1 September 2007.
- [16] BERMÚDEZ, M.D., IGLESIA, P., JIMÉNEZ A.E., AND MARTÍNEZ-NÍCOLÁS G., Influence of sliding frequency on reciprocating wear of mold steel with different microstructures Wear 267, 1784–1790, 2009.
- [17] LUK, S.F., LEUNG T.P., MÍU W.S., PASHBY, I., Development of electrolytic heat-treatment in aqueous solution, Journal of Materials Processing Technology, 84, Pp. 189-192, January 1998.
- [18] TYURIN, Y.N., POGREBNJAK A.D., Electric heating using a liquid electrode Surface and Coatings Technology, Volumes 142-144, Pp. 293-299, July 2001.
- [19] SARAÇOĞLU, M.H., D2 çeliğinden üretilmiş ve değişik şartlarda plazma nitrülenmiş zımbaların aşınma davranışının incelenmesi Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2007.
- [20] MEGEP (T.C. Millî Eğitim Bakanlığı Mesleki Eğitim ve Öğretim Sisteminin Güçlendirilmesi Projesi) Metal Teknolojisi, Yüzey Sertleştirme-1, pp 18, ANKARA, 2006.
- [21] LUK, S.F., LEUNG, T.P. MÍU, W.S., PASHBY I., A Study of the Effect of Average Preset Voltage on Effective Case Depth During Electrolytic Surface-Hardening Materials Characterization 42:65–71, 1999.
- [22] YEROKHIN, A.L., NIE, X. LEYLAND, A. MATTHEWS, A. DOWEY S.J. Plasma electrolysis for surface engineering Surface and Coatings Technology 122, 73–93, 1999.

- [23] MELETIS, E.I NIE, X.. WANG, F.L JIANG J.C., Electrolytic plasma processing for cleaning and metal-coating of steel surfaces, *Surface and Coatings Technology* 150, 246–256, 2002.
- [24] TYULYAPIN, A. N. TYURİN, Y. N. TRAIÑO A. I. AND YUSUPOV V. S. Electrolyte-Plasma Hardening Of Circular Saws, *Metal Science and Heat Treatment* Vol. 40, Nos. 1 – 2, 1998.
- [25] GUPTA, P., TENHUNDFELD, G., DAIGLE, E.O., RYABKOV D., Electrolytic plasma technology: Science and engineering—An overview *Surface & Coatings Technology* 201 8746–8760, 2007.
- [26] KUMRUOĞLU, L.C., BECERİK, D.A., ÖZEL, A., MİMAROĞLU, A., Elektrolitik plazma yüzey modifikasyonu ile 1040 çeliğinin termal çevrim özelliklerinin incelenmesi, 14. International Metallurgy and materials symposium, Istanbul-Turkey, 2008.
- [27] KUMRUOĞLU, L. C., AYDAY, A., KURNAZ, C., ÖZEL,A., Plazma elektrolitik yüzey modifikasyonu ile AISI 4140 çeliğinin termal çevrim özelliklerinin incelenmesi 14. International Metallurgy and materials symposium, Istanbul-Turkey, 2008.
- [28] BAŞARAN, H., Saf demirin ethanolamine çözeltisi içerisinde elektrolitik plazma yöntemiyle yüzey sertleştirilmesi, *GYTE Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü yüksek lisans tezi*, pp. 5-6, 2007.
- [29] TADEUSZ, B., TADEUSZ, W., *Surface engineering of metals: principles, equipment* ISBN 0-8493-8225-4, pp. 27-91 1999.
- [30] TOTTEN, G.E., *Steel Heat Treatment Metallurgy and Technologies* ISBN-13: 978-0-8493-8455-4, 2006.
- [31] TILLMANN, W., VOGLI, E., *Modern Surface Technology* Published Online: ISBN: 3-527-31532-2, pp. 5. Germany, 28 AUG 2006.
- [32] ELLIOTT T.L., *Surface hardening* pp. 128 *TRIBOLOGY international* April 1978.
- [33] MEGEP (T.C. Millî Eğitim Bakanlığı Mesleki Eğitim ve Öğretim Sisteminin Güçlendirilmesi Projesi) *Metal Teknolojisi, Yüzey Sertleştirme–2*, pp 4-34 ANKARA 2007.
- [34] ARMAN, Ö., *Pulslu Plazma Kullanarak Metal Yüzeylerin İşlenmesi* Osmangazi Üniv. Yüksek Lisans Tezi, Fizik Anabilim Dalı, pp. 34, 2005.
- [35] ŞEN, U., *Küresel grafitli dökme demirlerin borlanması* Doktora Tezi, İTÜ, FBE, pp. 11, 1997.

- [36] ÇALIK, A., DELİKANLI, A, UZUN, K. Ç 1035 Çeliğin Borlama Özelliklerinin İncelenmesi II. Uluslararası Bor Sempozyumu, pp 237-234 Eskişehir Türkiye, Eylül 2004.
- [37] ÜN, H., Mühendislik metal ve alaşımları, malzeme bilgisi ders notları 8, Pamukkale Üniversitesi, <http://hun.pau.edu.tr/dersleri.htm>, Eylül 2011.
- [38] KUTAY M.G., DEMİR ve ÇELİK http://www.guven-kutay.ch/index_7.htm, Eylül 2009.
- [39] ASM Metal Handbook, Vol. 4, pp. 14-18, 665-720, Heat Treating, 1991.
- [40] OSTROWSKI J., Boundary Element Methods for Inductive Hardening PhD Dissertation, pp. 1, University of Tübingen, 2003.
- [41] ZEYTİN S., Metallerin Isıl İşlemi SAU Ders Notları, pp. 100, 1999.
- [42] RAJA B.V.R., Flame Hardening Metallurgical Process for Surface Hardening of Steel Components Steelworld, pp. 1-4, May 2009.
- [43] LIEBMANN G., Surface hardening for improving the properties of components, Antriebstechnik, Issue 9, September 2000.
- [44] DAVIS, J.R., Surface Engineering for Corrosion and Wear Resistance, Maney Publishing, Cahpter 4, 2001.
- [45] HAIMBAUGH R. E., Practical Induction Heat Treating ISBN: 0-87170-743-8, pp. 9-26, December 2001.
- [46] AKKAYA, R. ANADOL M.A., Akım beslemeli paralel rezonans inverterli bir indüksiyonlu ısıtma uygulaması, Elektrik –elektronik – bilgisayar müh. 10. Ulusal kongresi 2003.
- [47] DURUKAN, İ., Effects of induction heating parameters on forging billet temperature, Master of Science Thesis, Metu, 2007.
- [48] http://www.reterm.com/Uploads/Dosya/2010-05-10_010547_1.pdf, Mart 2011
- [49] ISLAM M.U., An Overview of Research in the Fields of Laser Surface Modification and Laser Machining at the Integrated Manufacturing Tech. Ins., NRC Advanced Performance Materials 3, pp. 215-238, 1996.
- [50] RAKESH K, GANESHA, P., TIWARİB, P., NANDEDKARB, R.V, NATHA A.K. Characterization of dry sliding wear resistance of laser surface hardened En 8 steel Journal of Materials Processing Technology 167, 83–90, 2005

- [51] MOLIAN P. A., Laser Surface Heat Treatment of AISI 4340 Steel: a Microstructural Study Materials Science and Engineering, 51, 253 – 260, 1981
- [52] ASTASHKEVICH, B. M. VOINOV, S. S. SHUR, E. A. Laser hardening of diesel-engine cylinder sleeves Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov, No. 4, pp. 12-15, April, 1985.
- [53] T.C. Milli Eğitim Bak. Megep (Meslekî Eğitim Ve Öğretim Sisteminin Güçlendirilmesi Projesi) Kimya Tekn. Kimyasal Değişimler 2 Ankara, 2007.
- [54] <http://www.fishersci.se/safenet/pdf/04435419.pdf>
- [55] Millî Eğitim Bakanlığı Megep (Meslekî Eğitim Ve Öğretim Sisteminin Güçlendirilmesi Projesi) Elektrik-Elektronik Teknolojisi Elektriğin Temel Esasları ANKARA Ocak, 2005.
- [56] KUMRUOĞLU; L. C., ÖZEL, A., Surface Modification of AISI 4140 Steel Using Electrolytic Plasma Thermocyclic Treatment, Materials and Manufacturing Processes, 25: 923–931, 2010.
- [57] BAYATI, M.R. MOLAEI, R. And JANGHORBAN, K., Surface Modification of AISI 1045 Carbon Steel by the Electrolytic Plasma Process Metallurgical And Materials Transactions A, 906—Volume 41A, April 2010.
- [58] TYURIN, Y.N. POGREBNJAK, A.D. Specific Features of Electrolytic–Plasma Quenching Tech. Phys. 47, 1463, 2002.
- [59] PARFENOV, E.V., NEVYANTSEVA, R.R., GORBATKOV, S.A., Process control for plasma electrolytic removal of TiN coatings. Part 1. Duration control. Surf. Coat. Technol. 199, 189–197. 2005.
- [60] YEROKHIN, A. PILKINGTON, T., MATTHEWS, A Pulse current plasma assisted electrolytic cleaning of AISI 4340 steel Journal of Materials Processing Technology 210, 54–63, 2010.
- [61] SARTWELL B. D., Electrolytic Plasma Processing for Sequential Cleaning and Coating Deposition for Cd Plating Replacement Naval Research Laboratory Washington, DC, www.asetsdefense.org/documents, Eylül 2011.
- [62] TARAKCI, M. KORKMAZ K., GENCER, Y. USTA, M. Plasma electrolytic surface carburizing and hardening of pure iron, Surface & Coatings Technology 199, 205– 212, 2005.
- [63] KUMRUOĞLU, L.C.; BECERİK, D.A.; OZEL, A.; MİMAROĞLU, A. Surface modification of medium carbon steel by using electrolytic plasma thermocyclic treatment. Materials and Manufacturing Processes, 24, 781–785, 2009

- [64] NIE, X. WANG, L. YAO, Z.C. ZHANG, L. CHENG F. Sliding wear behaviour of electrolytic plasma nitrided cast iron and steel Surface & Coatings Technology 200,1745 – 1750, 2005.
- [65] NIE, X., TSOTSOS, C., WILSON, A., YEROKHIN, A.L. LEYLAND, A. MATTHEWS, A., Characteristics of a plasma electrolytic nitrocarburising treatment for stainless steels Surf. Coat. Technol. 139, 135, 2001.
- [66] YAGHMAZADEH, M., DEHGHANIAN C., Surface Hardening of AISI H13 Steel Using Pulsed Plasma Electrolytic Carburizing (PPEC) Plasma Process. Polym, 6, pp. 168–172, 2009.
- [67] LI, X.,M., HAN Y., Porous nanocrystalline $Ti(C_xN_{1-x})$ thick films by plasma electrolytic carbonitriding Electrochemistry Communications, Volume 8, Issue 2, pp. 267-272, February 2006.
- [68] IVANOV, S. V. SALMANOV, N. S. AND SALMANOV, M. N., Borosulfocarbonitriding of Cutting Tools in Electrolyte Plasma, Vol. 44, Nos. 9 – 10, 2002.
- [69] NIEMI, R., MAHIOUT, A. SIIVINEN, J. MAHLBERG, R. LIKONEN, J. NIKKOLA, J. MANNILA, J. VUORIO, T. JOHANSSON, L.-S. SÖDERBERG, O. HANNULA S.-P., Surface pretreatment of austenitic stainless steel and copper by chemical, plasma electrolytic or CO₂ cryoblasting techniques for sol–gel coating, Surface & Coatings Technology 204 (2010) pp. 2424–2431.
- [70] NEVYANTSEVA, R.R., GORBATKOV, S.A., PARFENOV, E.V., BYBİN A.A., The influence of vapor–gaseous envelope behavior on plasma electrolytic coating removal, Surface and Coatings Technology 148, 30–3, 2001.
- [71] ÇELİK, A., ALSARAN, A., KARAKAN, M., Plazma ile Termokimyasal Yüzey İşlemleri Mühendis ve Makina – Cilt: 43 Sayı: 510, 2002.
- [72] TAHERİ P., DEHGHANIAN C., A Phenomenological Model of Nanocrystalline Coating Production Using the Plasma Electrolytic Saturation (PES) Technique Transaction B: Mechanical Engineering Vol. 16, No. 1, pp. 87-91, 2009.
- [73] CHEN, Z., Plasma elektroplating US Patent: 7,166,206 B2, Jan.23, 2007.
- [74] ROY, A., Aqueous Electrolyte plasma Nitriding of Austenitic Stainless Steel Degree of Master of Technology, Department of Materials & Metallurgical Engineering, Indian Institute of Technology, Kanpur December, 2006.

- [75] PAULMIER T, BELL, J.M., FREDERICKS, P.M., Development of a novel cathodic plasma/electrolytic deposition technique part 1: Production of titanium dioxide coatings Surface & Coatings Tech. 201, 8761–8770, 2007.
- [76] PAULMIER T, BELL, J.M., FREDERICKS, P.M., Development of a novel cathodic plasma/electrolytic deposition technique part 2: Physico-chemical analysis of the plasma discharge Surf.& Coat. Tech. 2007; 201, 8771–8781.
- [77] ASSIRY, A.M. GAILY, M.H. ALSAMEE, M. SARIFUDIN A., Electrical conductivity of seawater during ohmic heating. Desalination 2010; 260, pp. 9–17,
- [78] WAHAB, M.A. LIANG, J., GUO SM, Development on metal surface cleaning using novel electro plasma process (ep) ICCE-17 proceedings Hawaii USA/Wahab, M.A. (Louisiana St.U.) 1077.pdf, 2009.
- [79] DONG Y.X., CHEN, Y.S, CHEN, Q., LIU, B., SONG ZX., Characterization and blood compatibility of TiC_xN_{1-x} hard coating prepared by plasma electrolytic carbonitriding. Surface & Coat. Tech. 2007; 201, pp. 8789–8795,
- [80] ALİOFKHAZRAEI, M., MOFİDİ, S.H.H., ROUHAGHDAM, A.S., MOHSENİAN E., Duplex Surface Treatment of Pre-Electroplating and Pulsed Nanocrystalline Plasma Electrolytic Carbonitriding of Mild Steel Journal of Thermal Spray Technology, Sept. 2008; 17(3)-323
- [81] TSOTSOS, C., Tribological evaluation of AISI 304 stainless steel duplex treated by plasma electrolytic nitrocarburising and diamond-like carbon coating, Wear 253, 2002; pp. 986–993
- [82] <http://www.i.com.ua/~ytyurin>, Ekim 2010.
- [83] KÜÇÜKBAŞ, M., DIN 2550 Çeliğinin elektrolitik plazma nitrasyon yöntemi ile yüzey modifikasyonu, Lisans Tezi, Sau, Müh. Fak. Mayıs 2009; pp. 14-16
- [84] http://www.stcu.int/documents/reports/distribution/tpf/industrial/thermocycling%20treatment_en.pdf, Eylül 2011.
- [85] <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2001/mst4640b.pdf>, Eylül-2007
- [86] PALANIRADJA, K. ALAGUMURTHI N. AND SOUNDARARAJAN V. Modeling of Phase Transformation in Induction Hardening The Open Materials Science Journal, 2010; 4, pp. 64-73,
- [87] ÇAKIR, O Otomotiv Pres Kalıplarının Bimetal Döküm Tekniği İle Tasarımı Ve Üretimi, Sakarya Üniv, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek lisans tezi, 2010.
- [88] www.bitem.gazi.edu.tr/pdf/iklim_degisikligi_kuraklik_analizi_17.05.pdf, Ekim 2011.

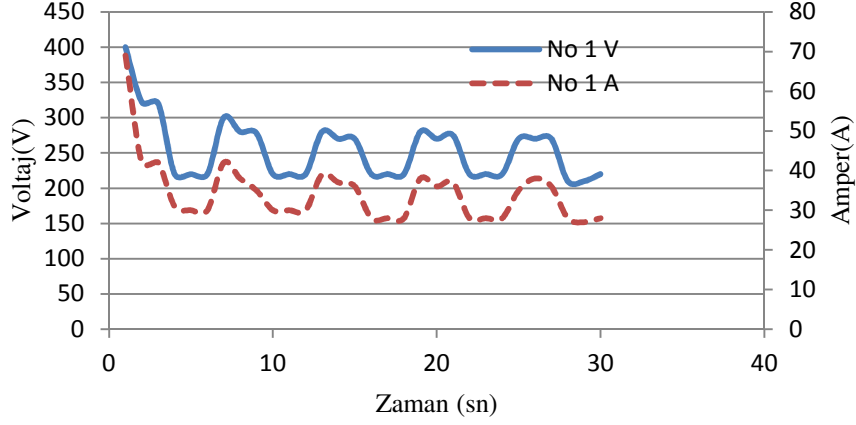
- [89] TS 825 Binalarda ısı yalıtımı kuralları standardı, Ekim 2008.
- [90] EREL M., Ç., www.corlummb.org.tr/fileadmin/user./SMMM%20SUNUM.ppt, Ekim 2011.
- [91] <http://www.astm.org/Standards/A255.htm>, Ağustos 2012.
- [92] YAZDI A.Z., Prediction of hardness at different points of Jominy specimen using quench factor analysis method. *Journal of materials processing technology*, 2008; 199 124–129
- [93] MASSON P.L. A numerical study for the estimation of a convection heat transfer coefficient during a metallurgical Jominy end-quench test *Int. J. Therm. Sci.* 2002; 41, 517–527
- [94] KANDPAL, B.C., A review on jominy test and determination of Effect of alloying elements on hardenability of Steel using jominy end quench test *Int. J. of Advances in Eng. & Tech*, July 2011; Vol. 1, Issue 3, pp.65-71,
- [95] MAGNER S.H., A historical review of retained austenite and its Measurement by x-ray diffraction JCPDS-International Centre for Diffraction Data 2002, *Advances in X-ray Analysis*, 2002; V. 45. pp 92-97
- [96] HASAN, H.S., Evaluation of Heat Transfer Coefficient during Quenching of Steels PhD Thesis, pp 24, September 2009
- [97] ATİK., U., 1.2344 Sıcak iş takım çeliğinin elektrolitik plazma ile sertleştirilmesi, Sakarya Üniversitesi, Metalurji Müh. Lisan Tezi 2011.
- [98] TİMKEN 2011, *Practical Data for Metallurgist*, Fourteenth Edition, www.dfoggknives.com PDF *Practical_Data_Handbook.pdf*, Aralık 2011.
- [99] *Steel Casting Handbook 2011 Supplement 11, Hardanability and Heat Treatment*, Steel Founders, Society of America, <http://www.sfsa.org/sfsapubshbks11.pdf> 2011.
- [100] AICHBHAUMIK, D., BLAIR, M., WONG,H., Heat Treatment Procedure Qualification, Final Technical Report , The Pennsylvania State University University Park, PA.
- [101] ÇAKIR, M., ÖZSOY, A.; Investigation of the correlation between thermal properties and hardenability of Jominy bars quenched with air–water mixture for AISI 1050 steel *Materials and Design*, 2011; 32, 3099–3105

- [102] LOURENÇO, N.J. JORGE A.M. ROLLO, JR., J.M.A. BALANCİN O. Plastic Behavior of Medium Carbon Vanadium Microalloyed Steel at Temperatures Near $\gamma \leftrightarrow \alpha$ Transformation Materials Research, 2001; Vol. 4, No. 3, 149-156,
- [103] KÖKSAL, N. S., AKPINAR, G., AYDIN İ., AISI 1060 Çelik Malzemenin Tokluk Ve Sertlik Değerlerine Soğutma Ortamının Etkisi Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi 2010; Cilt: 7, No: 2, (45-52)
- [104] GEORGE F. VANDER VOORT <http://vacaero.com/Metallography-with-George-Vander-Voort/Metallography-with-George-Vander-Voort/martensite-and-retained-austenite.html>, Kasım 2011
- [105] MAKINSON, J.D., WEINS W.N., SNYDER T.W., ANGELIS D.R.J Diffraction particle size analysis of martensite-retained austenite microstructures JCPDS-Advances in X-ray analysis, Vol 43
- [106] TEKİN, A., Çelik ve Isıl İşlemi Bofors El Kitabı, Hakan Ofset, İstanbul, 1984.
- [107] MEIJER, J., Optimization of Laser Beam Transformation Hardening by One Single Parameter Annals of the CIRP, 1991; Vol 40,
- [108] BAGHERİFARD S., GUAGLIANO, M., Fatigue behavior of a low-alloy steel with nanostructured surface obtained by severe shot peening. Engineering Fracture Mechanics, 2011.
- [109] Lİ, G., CHEN, J, GUAN D., Friction and wear behaviors of nanocrystalline surface layer of medium carbon steel. Tribology international 2010; 43 pp. 2216–2221,
- [110] ERDİL, M., AYZAZ, U., e-kitap/ elektrikbilgisi.pdf, Mayıs 2012.
- [111] ÇALIK, A., Effect of cooling rate on hardness and microstructure of AISI 1020, 1040 and 1060 steels Int. J. Of Physical Sciences, September 2009; 4 (9) pp. 514-518,
- [112] OKOLOVICH G. A. Tool Steels For Cold Working Dies, Metal Science and Heat Treatment 2006; Vol. 48, Nos. 5 – 6,
- [113] <http://www1.chm.colostate.edu/Files/GAXRD.pdf>, Haziran 2012.
- [114] BELKIN P.N., and PASINKOV E.A., Heat treatment and case hardening of steel subjected to heat in electrolyte solutions Inst. of Applied Physics, Academy of Science of the Moldovian SSR, May 1989; No 4, pp 12-17
- [115] ALİEV, M. KH., SABOUR, A., TAHERİ P. Corrosion Protection Study of Nanocrystalline Plasma-Electrolytic Carbonitriding Process for CP-Ti Protection of Metals, 2008; Vol. 44, No. 6, pp. 618–623.

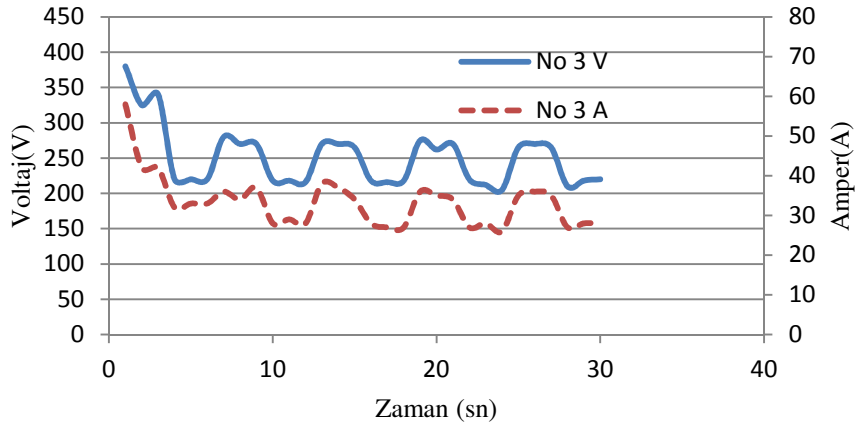
- [116] TAHERI,P., DEGHANIAN, C., ALIOFKHAZRAEI, M., ROUHAGHDAM A.S., Evaluation of Nanocrystalline Microstructure, Abrasion, and Corrosion Properties of Carbon Steel Treated by Plasma Electrolytic Boriding Plasma Process. *Polym.* 2007; 4, S711–S716,
- [117] CAO, X, Synthesis of pure amorphous Fe₂O₃., *Journal of materials research*, Feb 1997; Vol. 12, No. 2
- [118] LIN, H.Y., CHEN Y.W., LI C., The mechanism of reduction of iron oxide by hydrogen. *Thermochimica Acta* 400, 2003; 61–67
- [119] O'DONNELL, L.J., Tribology of 316l austenitic stainless steel carburized at low temperature Case western reserve university, Dissertation Thesis, August 28, 2009.
- [120] SYED, A.K., HARDELL, J., BRAHAM PRAKASH, B., Tribological behaviour of surface-treated and post-oxidized tool steels at room temperature and 400°C *Estonian Journal of Engineering*, 2010, 16, 2, pp. 123–134
- [121] FARES, M.L., CHAOUI, K., J. COZE J.L., Post-oxidizing effects on surface characteristics of salt bath nitrocarburized AISI O2 tool steel type *Surface Interface Anal.* 2009; 41, pp. 549–559

EKLER

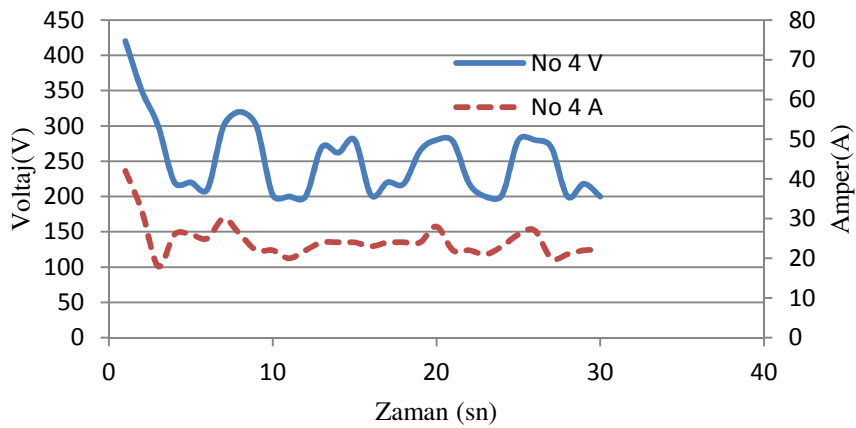
EK-A (1.2344)



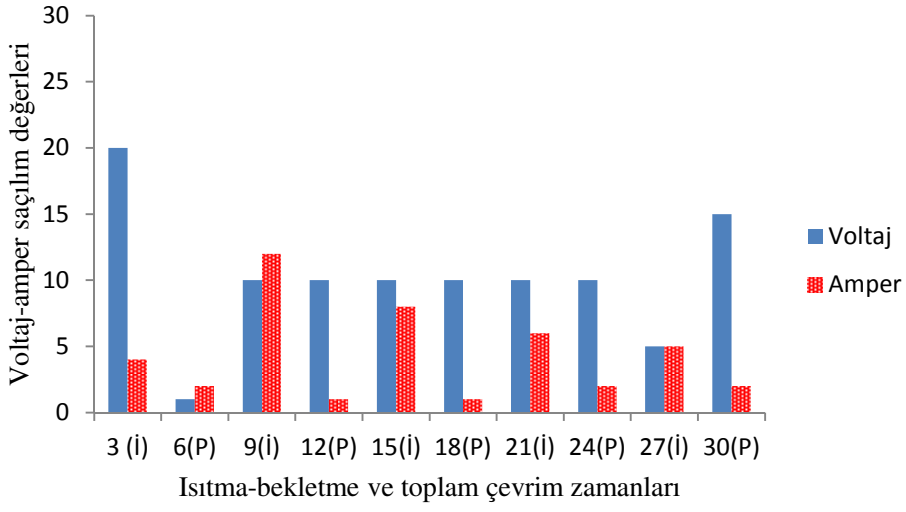
EPT süresine bağlı 21 °C elektrolit sıcaklığındaki voltaj-ampere davranışı



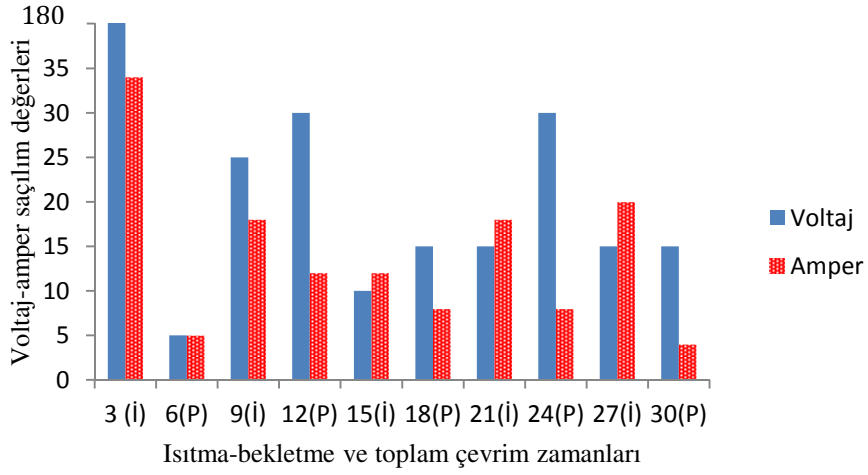
EPT süresine bağlı 30 °C elektrolit sıcaklığındaki voltaj-ampere davranışı



EPT süresine bağlı 40 °C elektrolit sıcaklığındaki voltaj-ampere davranışı



Isıtma ve bekletme rejimlerindeki voltaj-ampere saçınım değerleri (30 °C)

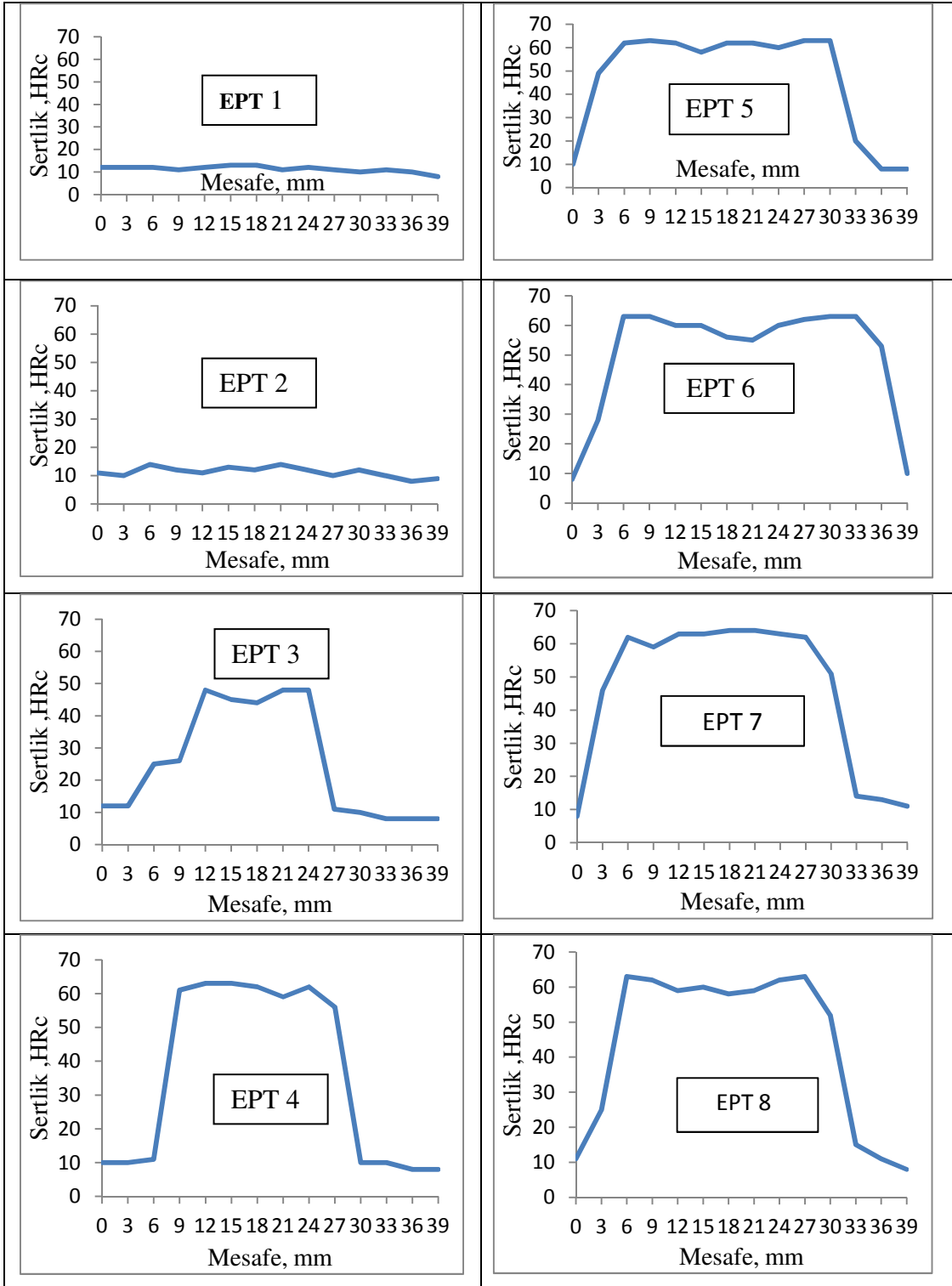


Isıtma ve bekletme rejimlerindeki voltaj-ampere saçınım değerleri (40 °C)

EK-B (AISI 1040 Çeliği XRD ölçüm verileri)

[1040-islemsiz yuzey.raw]							
2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM
44,58	2,0308	75	3563	100	67991	100	0,324
64,781	1,4379	33	448	12,6	12876	18,9	0,489
82,161	1,1722	55	871	24,4	24848	36,5	0,485
[1040-300V-16 sn.raw]							
2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM
44,5	2,0343	128	2077	100	66758	100	0,546
64,499	1,4435	73	153	7,4	7371	11	0,819
82,039	1,1736	109	293	14,1	12344	18,5	0,716
[1040-300V-18 sn.raw]							
2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM
44,3	2,043	118	1215	100	49063	100	0,686
64,505	1,4434	51	45	3,7	1862	3,8	0,703
81,84	1,176	78	130	10,7	5513	11,2	0,721
[1040-300V-20 sn.raw]							
2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM
44,519	2,0334	78	1160	100	39337	100	0,576
64,577	1,442	42	104	9	4125	10,5	0,674
82,06	1,1734	37	188	16,2	9366	23,8	0,847
[1040-300V-21 sn.raw]							
2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM
44,539	2,0326	104	1621	100	53554	100	0,562
64,68	1,4399	60	115	7,1	5065	9,5	0,749
82,219	1,1715	48	241	14,9	13406	25	0,946
[1040-300V-25 sn.raw]							
2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM
44,559	2,0317	102	1884	100	55526	100	0,501
64,838	1,4368	37	175	9,3	8692	15,7	0,844
82,06	1,1734	74	309	16,4	12185	21,9	0,67

EK-C (1.2333 Rockwell C ölçüm sonuçları)



EPT1 den EPT 8' e kadar yapılan HRC sertleştirme işlemleri sonuçları

ÖZGEÇMİŞ

Levent Cenk Kumruođlu, 1977 yılında Ankara'da doğmuştur. 1996 yılında girdiđi Sakarya Üniversitesi'nde Metalurji ve Malzeme Mühendisliğini 2000 yılında bitirmiştir. 2001 yılında Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği anabilim dalında başladığı yüksek lisans eğitiminden 2003 yılında mezun olarak yüksek mühendis ünvanını almıştır. Yüksek lisans süresince Haktaş Döküm A.Ş.'de üretim müdürü olarak görev yapmıştır. 2004 yılında Yüksan Makine A.Ş. de Arge Müdürü olarak görev yapmaya başlamış aynı yıl Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği anabilim dalında doktora öğrenimine başlamıştır. 2006 yılında İznik Çini Seramik Vakfında Arge departmanında aynı yıl içerisinde, Cumhuriyet Üniversitesinde Araştırma Görevlisi olarak görev yapmaya başlamıştır. Aynı yıl Kimya mühendisliğinde doktora başlamıştır. 2007 yılında tekrar Sakarya Üniversitesinde Metalurji ve Malzeme Mühendisliği anabilim dalında doktora öğrenimine başlamıştır. Doktora çalışmasının bir kısmını İngiltere Sheffield üniversitesinde gerçekleştirmiştir.