

777769



**NİTRÜLENMİŞ AISI 4140 ÇELİĞİNİN
PLAZMA ORTAMINDA YAŞLANMA
DAVRANIŞI**

Fatih YILDIZ

Y. LİSANS TEZİ

**MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
Yrd. Doç. Dr. Akgün ALSARAN**

2005

Her hakkı saklıdır

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Y.LİSANS TEZİ

NİTRÜRLENMİŞ AISI 4140 ÇELİĞİNİN
PLAZMA ORTAMINDA YAŞLANMA
DAVRANIŞI



Fatih YILDIZ


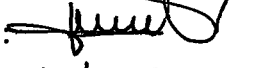
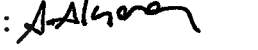
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ERZURUM
2005

Her hakkı saklıdır

Yrd. Doç. Dr. Akgün ALSARAN'ın danışmanlığında Fatih YILDIZ tarafından hazırlanan bu çalışma 12./08./2005..tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Ayhan GELİK
Üye : Yrd. Doç. Dr. Zafar EKİNCİ
Üye : Yrd. Doç. Dr. Akgün ALSARAN

İmza : 
İmza : 
İmza : 

Yukarıdaki sonucu onaylarım


(İmza)

Prof. Dr. Mehmet ERTUĞRUL

Enstitü Müdürü ✓

ÖZET

Y. LİSANS TEZİ

NİTRÜRLENMİŞ AISI 4140 ÇELİĞİNİN PLAZMA ORTAMINDA YAŞLANMA DAVRANIŞI

Fatih YILDIZ

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Akgün ALSARAN

Bir çok mühendislik malzemesi çalışma ortamına bağlı olarak yorulma, aşınma ve korozyona maruz kalmaktadır. Hem uzun süre dayanım hem de ekonomiklik gibi nedenlerden dolayı bu hasarların ortadan kaldırılması veya azaltılması zaruridir. Bu da malzemeye uygulanacak yüzey işlemleriyle sağlanabilir. Termokimyasal yüzey işlemlerinden biri olan nitrürleme, demir esaslı alaşımların yorulma, aşınma ve korozyon dayanımını artırmaktadır. Fakat bazı çalışma şartları altında tek başına nitrürleme işlemi yetersiz kalmaktadır. Plazma nitrürleme işlemi sonrası bir takım ilave işlemler uygulayarak malzemenin mekanik ve tribolojik özelliklerinin daha da iyileştirilmesi mümkündür. Bu işlemlerden birisi yaşlandırma işlemidir. Yaşlandırma işlemi bir difüzyon işlemi olup, aşırı doymuş katı bir fazdan zaman ve sıcaklık etkisiyle yeni bir fazın çökmesi sonucunda malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerinin gelişmesidir. Söz konusu işlem plazma ortamında yapıldığı takdirde çok kısa işlem sürelerinde sonuca ulaşılabilir.

Bu çalışmada, AISI 4140 çeliği 575°C'de, %50H₂-%50N₂ gaz karışımında 1 saat süre ile nitrürlenmiştir. Nitrürleme işlemi sonrası numunelere ani olarak su verilmiş ve daha sonra numuneler 400°C'de, %50H₂-%50Ar gaz karışımında 0.5, 1, 4, 8 ve 12 saat süre ile plazma yaşlandırma işlemine tabi tutulmuştur. Ayrıca numuneler 400°C'de, Ar gazı atmosferinde fırın ortamında yaşlandırılmıştır. İşlem sonrası XRD, SEM ve optik mikroskop kullanılarak yapısal özellikler, mikrosertlik cihazı ile mekanik özellikler ve pim-disk aşınma cihazı ile de tribolojik özellikler tespit edilmiştir. Ayrıca numunelerin korozyon özellikleri araştırılmıştır. Elde edilen veriler sonucu plazma ortamında yapılan yaşlandırma işlemi ile fırında yapılan yaşlandırma işlemi karşılaştırılmıştır. En iyi aşınma ve korozyon özellikleri 1 saatlik plazma ortamında yapılan yaşlanma işlemi sonrası elde edilmiştir.

2005, 53 sayfa

Anahtar Kelimeler: Plazma yaşlanma, nitrürleme, aşınma, korozyon, sertlik

ABSTRACT

Master Thesis

PLASMA AGING BEHAVIOUR OF NITRIDED AISI 4140 STEEL

Fatih YILDIZ

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

Supervisor : Asst. Prof. Dr. Akgün ALSARAN

A variety of engineering materials subject to fatigue, wear and corrosion depending on their working environments. The removing or minimizing of these failures is required because of causes such as long time strength and economy. It can be provided via the surface treatments to be applied to the material. Nitriding, which is one of thermochemical surface treatments, increases the fatigue, wear and corrosion resistance of iron-based alloys. However, only nitriding process is insufficient under the some conditions. To achieve better mechanical and tribological properties is possible by applying many additional treatments after plasma nitriding. One of these treatments is aging. Aging process is a diffusional treatment and the improving of physical and mechanical properties of material in the result of the precipitation of a new phase with the time and temperature effect from a supersaturated solid phase. When this process is applied in plasma environment, it is attained to the result in very short times.

In this study, AISI 4140 steels were nitrided at 575°C temperature, 50%H₂-50%N₂ gas mixture for 1h. After nitriding process, the samples were quenched suddenly and then were subjected to plasma aging process at 400 °C, 50% H₂-50%Ar gas mixture for 0.5, 1, 4, 8 and 12h. Furthermore, they were aged in the furnace under Ar gas atmosphere. Then the structural properties, by XRD, SEM and optical microscopy, the mechanical properties by microindentation, and also the tribological properties by pin-on-disk tribotester were investigated. The corrosion properties of the samples were also searched the results obtained from plasma-aging applied were compared with that of obtained with aging realized under plasma environment for 1h. The best wear and corrosion properties were obtained after the aging realized under plasma environment for 1h.

2005, 53 pages

Keywords : Plasma aging, nitriding, wear, corrosion, hardness

TEŐEKKÜR

Bu alıőmanın tamamlanmasında deęerli yardımlarını, anlayışını ve desteklerini esirgemeyen tez yöneticim Sayın Yrd. Do. Dr. Akgün ALSARAN'a sonsuz teőekkürü bor bilirim.

Deneyisel alıőmalarım esnasında katkı ve yardımları nedeniyle Sayın Prof. Dr. Ayhan ELİK'e, Sayın Prof. Dr. İhsan EFEOĐLU'na, Sayın Yrd. Do. Dr. Mehmet KARAKAN'a, Sayın Arő. Gör. Ferhat BÜLBÜL'e, Sayın Arő. Gör. Fatih YETİM'e, Sayın Arő. Gör. Burak DİKİCİ'ye, tezin hazırlanmasında emeęi geen arkadaşlara ve aileme içtenlikle teőekkür ederim.

Fatih YILDIZ
Temmuz 2005

İÇİNDEKİLER

| | |
|---|-----------|
| ÖZET..... | i |
| ABSTRACT..... | ii |
| TEŞEKKÜR..... | iii |
| SİMGELER DİZİNİ..... | vi |
| ŞEKİLLER DİZİNİ..... | vii |
| ÇİZELGELER DİZİNİ..... | ix |
| 1. GİRİŞ..... | 1 |
| 2. KURAMSAL TEMELLER..... | 9 |
| 2.1. Plazma Hali..... | 9 |
| 2.2. Plazmanın Tanımı ve Elemanları..... | 9 |
| 2.3. Elektriksel Boşalma..... | 10 |
| 2.4. Plazma ile Yüzey Sertleştirme İşlemleri..... | 11 |
| 2.4.1. Plazma ile Karbürleme..... | 15 |
| 2.4.2. Plazma ile Nitrürasyon..... | 15 |
| 2.4.3. Plazma ile Nitrürasyon İşleminin Mekanizması..... | 17 |
| 2.4.4. Plazma ile Nitrürasyon Sonrası Oluşan İç Yapılar..... | 18 |
| 2.4.5. Plazma ile Nitrürasyon İşleminin Avantajları..... | 20 |
| 2.4.6. Plazma ile Nitrokarbürleme..... | 20 |
| 2.4.7. Plazma ile Borlama..... | 21 |
| 2.5. Yaşlandırma İşlemi..... | 21 |
| 2.6. Yaşlandırma Mekanizması ve Kademeleri..... | 22 |
| 2.7. Yaşlandırma Süresi-Sıcaklık-Sertlik Arasındaki İlişki..... | 24 |
| 2.8. Yaşlandırma Sonucu Alaşım Özelliklerinde Meydana Gelen Değişimler..... | 24 |
| 2.9. Nitrürleme İşlemi Sonrası Yaşlanma..... | 25 |
| 3. MATERYAL ve YÖNTEM..... | 26 |
| 3.1. Kullanılan Malzeme..... | 26 |
| 3.2. Plazma ile Nitrürasyon İşlemi..... | 26 |
| 3.3 Yaşlandırma İşlemi..... | 28 |
| 3.4. XRD, SEM ve Optik Mikroskop Çalışmaları..... | 28 |
| 3.5 Mikrosertlik Ölçümleri..... | 29 |

| | |
|---|-----------|
| 3.6 Aşınma Deneyleri..... | 29 |
| 3.7 Korozyon Testleri..... | 31 |
| 4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA..... | 33 |
| 4.1. İç Yapı Analizleri ve SEM Görüntüleri..... | 33 |
| 4.2. XRD Analizleri..... | 35 |
| 4.3. Mikrosertlik İncelemeleri..... | 37 |
| 4.4. Tribolojik Araştırmalar..... | 40 |
| 4.5. Korozyon Analizleri..... | 45 |
| 5. SONUÇLAR..... | 50 |
| KAYNAKLAR..... | 52 |
| ÖZGEÇMİŞ | |

SİMGELER DİZİNİ

| | |
|---------------|---|
| E_d | Disosyasyon enerjisi |
| E_i | İyonizasyon enerjisi |
| HV | Vickers sertlik birimi |
| hmk | Hacim merkezli kübik kafes sistemi |
| hmt | Hacim merkezli tetragonal kafes sistemi |
| sph | Sıkı paket hegzagonal kafes sistemi |
| ymk | Yüzey merkezli kübik kafes sistemi |
| α -Fe | Ferit fazı |
| α' | Martenzit fazı (Fe-N sistemi için) |
| γ | Fe(N) fazı |
| γ' | Fe ₄ N fazı |
| ϵ | Fe ₂₋₃ N fazı |
| α'' | Fe ₁₆ N ₂ fazı |
| λ | Dalga boyu |
| μm | Mikronmetre |

ŞEKİLLER DİZİNİ

| | |
|---|----|
| Şekil 1.1. Fe-N faz diyagramı..... | 6 |
| Şekil 2.1. Farklı boşalma tiplerinin gerilim-akım karakteristiği..... | 17 |
| Şekil 2.2. Plazma ile nitrürasyon işleminin mekanizması..... | 19 |
| Şekil 2.3. Plazma ile nitrürasyon işleminde oluşan iç yapılar..... | 23 |
| Şekil 2.4. Yaşlandırma işleminin kademeleri..... | 23 |
| Şekil 2.5. Düzenli bir çökeltinin oluşma aşamaları..... | 24 |
| Şekil 2.6. Yaşlandırma süresi-sıcaklık-sertlik arasındaki ilişki..... | 24 |
| Şekil 2.7. Yaşlandırma sırasında aşırı doymuş durumdaki bir alaşımın özelliklerinde meydana gelen değişimler..... | 25 |
| Şekil 3.1. Plazma ile nitrürasyon deney düzeneği..... | 27 |
| Şekil 3.2. Pim-disk aşınma cihazının şematik gösterimi..... | 30 |
| Şekil 3.3. Korozyon deney ünitesi..... | 32 |
| Şekil 4.1. (a)Nitrürlenmiş (su verilmiş) ve (b) plazma ortamında 4 saat yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait beyaz tabaka resimleri..... | 33 |
| Şekil 4.2. Plazma ortamında 1 saat (a) ve fırın ortamında 1 saat (b) yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait iç yapı resimleri..... | 34 |
| Şekil 4.3. Nitrürleme işlemi sonrası plazma ortamında 1 saat (a) ve 12 saat (b) yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait iç yapı resimleri..... | 35 |
| Şekil 4.4. Nitrürleme işlemi sonrası fırın ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin XRD grafiği..... | 36 |
| Şekil 4.5. Nitrürleme sonrası plazma ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait XRD grafiği..... | 36 |
| Şekil 4.6. Nitrürlenmiş, nitrürleme işlemi sonrası su verilmiş ve yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait mikrosertlik değişimi..... | 38 |
| Şekil 4.7. Nitrürleme işlemi sonrası fırın ve plazma ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin mikrosertlik değişimi..... | 38 |
| Şekil 4.8. Nitrürleme işlemi sonrası plazma ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait sertlik ile yaşlanma süresi arasındaki ilişki..... | 39 |
| Şekil 4.9. Nitrürlenmiş, nitrürleme işlemi sonrası su verilmiş ve farklı | |

| | |
|---|----|
| sürelerde fırın ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin sürtünme katsayısı grafiği..... | 40 |
| Şekil 4.10. Nitrülenmiş, nitrüleme işlemi sonrası su verilmiş ve farklı sürelerde plazma ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin sürtünme katsayısı grafiği..... | 41 |
| Şekil 4.11. Nitrüleme sonrası su verilmiş, 1 saat plazma ortamında yaşlandırılmış ve 1 saat fırın ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin sürtünme katsayısı grafiği..... | 42 |
| Şekil 4.12. Nitrüleme işlemi sonrası 1 saat fırında (a) ve 1 saat plazma ortamında(b) yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin aşınma izi görüntüleri..... | 43 |
| Şekil 4.13. Nitrüleme işlemi sonrası 4 saat fırında (a) ve 4 saat plazma ortamında (b) yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin aşınma izi görüntüleri..... | 43 |
| Şekil 4.14. Nitrüleme işlemi sonrası plazma ortamında 0.5 saat (a), 8 saat (b) 12 saat (c) yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin aşınma izi görüntüleri..... | 44 |
| Şekil 4.15. Yaşlanma süresi ve aşınma oranı arasındaki değişim..... | 45 |
| Şekil 4.16. Nitrüleme işlemi sonrası plazma ortamında farklı sürelerde yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin akım yoğunluğu-potansiyel grafiki..... | 46 |
| Şekil 4.17. Nitrüleme işlemi sonrası fırın ortamında 1 saat ve 4 saat yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin akım yoğunluğu-potansiyel grafiki..... | 46 |
| Şekil 4.18. Nitrülenmiş (a) ve su verilmiş (b) AISI 4140 çeliğine ait korozyon resimleri..... | 47 |
| Şekil 4.19. Nitrüleme işlemi sonrası plazma ortamında 1 saat yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait korozyon resimleri..... | 48 |
| Şekil 4.20. Nitrüleme işlemi sonrası plazma ortamında 4 saat yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait korozyon resimleri..... | 48 |

| | |
|---|-----------|
| Şekil 4.21. Nitrürleme işlemi sonrası fırın ortamında 4 saat yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait korozyon resimleri..... | 49 |
|---|-----------|



ÇİZELGELER DİZİNİ

| | |
|---|----|
| Çizelge 2.1. Yüzey mühendisliğinde uygulanan metotlar | 13 |
| Çizelge 2.2. Plazma destekli termokimyasal işlemlerin özellikleri..... | 14 |
| Çizelge 3.1. Deneylerde kullanılan malzemelerin kimyasal kompozisyonu (%)...... | 26 |
| Çizelge 3.2. Pim-disk aşınma deney şartları..... | 30 |
| Çizelge 4.1. Sertlik değerleri..... | 37 |



1. GİRİŞ

Teknolojinin ve endüstrinin gelişmesine paralel olarak, makine elemanlarından beklenen performans, uzun süre dayanım, verimli ve ekonomik kullanım gibi nedenlerden dolayı birtakım yüzey işlem metotları geliştirilmiştir. Bir malzemenin yüzeyinin özelliklerini değiştirmeye yönelik her türlü işleme “yüzey işlemleri” ve bu amaçla kullanılan teknolojilere de “yüzey teknolojileri” denir. Yüzey işlemleri ile malzemenin yüzey sertliği, yorulma dayanımı, aşınma ve korozyon direnci gibi mekanik ve tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi amaçlanmaktadır.

Günümüzde gerek mühendislik ve gerekse fonksiyonel uygulamalarda kullanılan yüzey işlemleri geleneksel ve modern yöntemler olarak sınıflandırılabilir. Geleneksel yüzey işlemleri; elektrolitik yöntemler (elektrolitik kaplamalar, anodizasyon, elektrolitik parlatma), sıcak daldırma, termokimyasal difüzyon yöntemleri, organik kaplamalar, kimyasal kaplamalar, yüzey sertleştirme ve yüzey parlatma yöntemleridir. Modern yüzey işlemleri ise vakum teknikleri (fiziksel buhar biriktirme, kimyasal buhar biriktirme, iyon aşılama, plazma yüzey sertleştirme), ısı püskürtme ve sol jel kaplama yöntemleri olarak sınıflandırılabilir¹.

Çelik malzeme yüzeylerine, yorulma, aşınma ve korozyon problemlerinin giderilmesi için yukarıdaki yöntemlerden bazıları uygulanır. Örneğin; korozyonu önlemek için kaplama ve boyama, sert bir yüzey oluşturmak için bilye püskürtme, martenzit tabakası oluşturmak için su verme, mekanik ve tribolojik özellikleri iyileştirmek için yüzeyin kimyasını değiştirme işlemleri (termokimyasal yüzey işlemleri), tribolojik ve korozif özellikleri iyileştirmek için ince film kaplama gibi (Çelik vd 2005).

¹ <http://vizyon2023.tubitak.gov.tr/stratejikteknoloji/uretim.pdf>

Bu işlemlerden difüzyonal bir işlem olan termokimyasal yüzey işlemleri endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Termokimyasal yüzey işlemlerinde amaç, karbon, bor veya azot gibi ara yer atomlarını parça yüzeyine göndermektir. Bu atomlar malzeme içerisinde bulunan alaşım elementleriyle birleşerek aşınma, yorulma ve korozyona dayanıklı bir yapı oluşturur. Bu yöntemler temelde alaşımlı çelikler olmak üzere, Ti alaşımları, paslanmaz çelikler, Al alaşımları, polimerler gibi birçok malzemeye uygulanmaktadır (Çelik vd 2002). Termokimyasal difüzyon işlemleri katı, sıvı veya gaz ortamı kullanılarak yapılabilmelerine rağmen teknik, ekonomik ve çevresel kısıtlamalar, plazma teknolojisinin kullanımını gerektirmiştir. Plazma destekli termokimyasal işlemler diğer bilinen yöntemlerle karşılaştırıldığı zaman birçok avantaja sahiptir. Bu avantajlar aşağıdaki gibi sıralanabilir: (Karadeniz 1990)

- Birçok çeliğe uygulanabilir olması
- Daha ekonomik oluşu
- Daha hızlı difüzyon
- Daha düşük işlem sıcaklığı
- Daha kısa işlem zamanı
- Daha düşük gaz tüketimi
- Çevre kirliliği olmaması
- Patlama riski yok
- Daha iyi mekanik, tribolojik ve kimyasal özellikler elde edilmesi
- Kompleks şekilli parçalara uygulanabilmesi

Plazma destekli termokimyasal işlemler; nitrürleme, karbürleme, nitrokarbürleme ve borlamadır. Ancak sanayileşmiş ülkelerde son yıllarda plazma nitrürleme (elektriksel boşalma) metodu sıkça kullanılmaya başlanmıştır (Edenhofer 1974a).

Plazma ile nitrürleme, metalik malzemeler içine, azot difüzyonu ve depolanmasını içeren termokimyasal bir işlemdir. Plazma ile nitrürleme yöntemi elektriksel boşalma şartlarında oluşur. İlk olarak 1930 yılında İsviçreli mühendis Bernard Berghaus

tarafından patenti alınmıştır. Nitrürleme katı, sıvı, gaz ve plazma ortamında gerçekleştirilebilir. Fakat plazma ortamı sahip olduğu birçok avantaj nedeniyle daha geniş kullanım alanı bulmaktadır. Plazma tekniğine has avantajları kısaca şöyle özetlemek mümkündür:

- Hassas olarak sertleşme kalınlığının kontrolü
- İstenmeyen beyaz tabakanın (Fe_4N , $Fe_{2-3}N$) kalınlığının kontrolü
- Yüzey altı gevrek nitrülenmenin engellenmesiyle çekirdek sünekliğinin artması
- Prosesi $350^{\circ}C$ 'ye kadar düşürmek suretiyle çarpılmanın azaltılması ve çekirdek özelliklerinin değişmemesi
- İşlem neticesinde yüzey pürüzlülüğünün az olması
- Metal maskeler kullanarak lokal sertleştirmelerin mümkün olması
- Nitrürleme işleminden sonra ek bir ısıl işlem gerektirmemesi
- Kirlilik probleminin olmaması
- Düşük elektrik ve gaz sarfiyatı
- Dekarbürizasyon (Karadeniz 1990; Chu vd 1996; Çelik vd 1995).

Bu yöntemde, malzeme yüzeyine iyonize edilmiş azotu yaymak için aktif ve reaktif plazma hali kullanılır. İşlem teorik olarak, elektriksel bakımdan iletken malzeme yüzeyine N ara yer atomunun difüzyon işlemidir. Plazma ile nitrürleme işlemi N_2 , H_2 , Ar ve NH_3 gaz ortamında, $350-590^{\circ}C$ arasında gerçekleştirilebilir.

Son 20 yılda, metal kaplamalarda, Fe-N sisteminin, mekanik ve tribolojik özellikleri iyileştirme nedeninin anlaşılması için yoğun araştırmalar yapılmıştır (Figuroa vd 1996; Gontijo vd 2003; Jiraskova vd 2001; Kurny vd 1986; Miola vd 1999; Nakata vd 2003; Salas vd 1996). Fe-N faz diyagramına göre α -Fe içerisinde çözünebilen maksimum azot miktarı ağırlık olarak yaklaşık %0.1 değerindedir. Plazma nitrürleme işlemi esnasında nitrürleme reaksiyonu yalnızca yüzeyde meydana gelmez. Aynı zamanda azot atomlarının uzun mesafeli difüzyonu nedeniyle yüzeyden merkeze doğru yüzey altı bölgelerde de görülür. Çeliğin yüzeyinde ince bir demir nitrür tabakası ve yüzey altı difüzyon bölgesinde de kalınlığı yaklaşık $500\mu m$ ve sertliği 1000HV olan kalın bir tabaka oluşturulur (Sun ve Bell 1991). Bununla beraber azot konsantrasyonunda yüzeye

dođru artar ve azotun çözünebilirlik limiti aşıldığı zamanda çökeltiiler oluşur. Nitrürlenmiş bir malzeme, yüzeyinde oksit tabakası, beyaz tabaka, ostenit dönüşüm bölgesi (γ fazı) ve bir difüzyon bölgesi içerir. Bu yapı, alaşım elementlerinin içeriđi, işlem zamanı, işlem sıcaklığı ve gaz karışımı gibi birçok parametreye bađlıdır.

Plazma nitrürasyon işleminin en önemli özelliklerinden biri kısa işlem sürelerinde çok hızlı azot difüzyonudur. Diđer nitrürasyon işlemleriyle mukayese edildiğinde aynı beyaz ve difüzyon tabakası kalınlıkları daha kısa işlem sürelerinde elde edilir (Çelik vd 1999).

Gontijo ve arkadaşları (2003) plazma nitrürlemeye işlem süresinin etkisini belirlemek için yaptıkları bir çalışmada, bütün numune yüzeylerinde, nitrürleme zamanındaki artış ile azot miktarının arttığını gözlemlemişlerdir. Beyaz tabaka kalınlığı nitrürleme süresi ile deđişim göstermektedir. Beyaz tabaka kalın bir γ' -Fe₄N tabakasının üzerindeki ince bir ϵ -F_{2.3}N tabakasından ibarettir. Demir numuneler için, 30 ve 60 dakikalık nitrürleme zamanında dönüşmüş ostenit fazı (γ), beyaz tabaka ile difüzyon tabakası arasında oluşmuştur. Daha yüksek nitrürleme zamanı için (90 dakika) γ fazının sadece bir kısmı gözlenmiştir. Bu durum, daha uzun nitrürleme zamanı için γ fazı γ' -Fe₄N fazına ayrılmıştır şeklinde yorumlanabilir. Difüzyon tabakası iki bölgeden oluşmuştur. Üstteki kısım uzun iğnemsî, γ' -Fe₄N fazı ve alttaki α'' -Fe₁₆N₂ fazından oluşmuştur.

Robino ve İnal (1983), AISI 4140 ve AISI 6150 çeliklerinin plazma nitrürleme davranışına sıcaklığın etkisini araştırmak için yaptıkları bir çalışmada, beyaz tabaka ve difüzyon tabakası kalınlıklarının sıcaklık artışına bađlı olarak arttığını gözlemlemiştirlerdir. 400°C'de beyaz tabakanın çok ince ve bütün yüzey boyunca sürekli olmadığını, 600°C'de ise beyaz tabakanın oldukça kalın olduğunu tespit etmişlerdir.

Çelik ve arkadaşları (2000), gaz karışımlarının plazma nitrürleme üzerine etkilerini araştırdıkları bir çalışmada, AISI 8620 çeliđini farklı gaz karışımlarında sertleştirerek, optimum sertlik deđerleri, difüzyon tabakası derinliđi ve beyaz tabaka deđişimlerini incelemiştirlerdir. Gaz karışımlarında hidrojen miktarındaki artış ile birlikte malzemenin

yüzey sertliği ve difüzyon derinliği artarken, beyaz tabaka kalınlığında azalma olmaktadır. Azot-argon gaz karışım oranları incelendiğinde, argonun sertlik artışına sınırlı bir katkısı olduğu ve bu karışımda kalınlığında da düşüş olduğu görülmüştür. Bu düşüş hidrojen gazının etkisinden daha azdır. Argon gazı, azot gazı ile karışım olarak kullanıldığında malzemenin yüzey sertliğine sebep olmaktadır. Ayrıca istenmeyen beyaz tabakanın da incelmelerini sağlamaktadır. Ancak sertlik ve beyaz tabaka kalınlığına etkisi hidrojen gazı kadar değildir. Hidrojen gazının elde edilmesi, taşınması ve maliyeti göz önüne alındığında, azot gazı ile birlikte argon gazının kullanılması uygun olabilir.

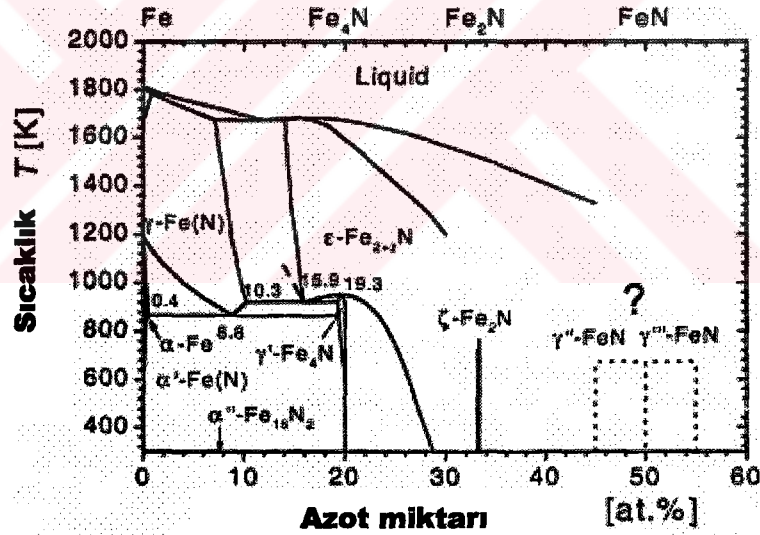
Plazma nitrüleme tekniği ile düşük alaşımlı çelikler, takım çelikleri, paslanmaz çelikler, dökme demirler, Ti ve alaşımları, Al ve alaşımları, sinterlenmiş malzemeler gibi birçok metal ve alaşımları sertleştirilebilir. Yüzeyi sertleştirilecek malzemenin Cr, Al, V, Mo, Ti gibi alaşım elemanlarını içermesi yüzey sertliğini daha da artıracaktır. Plazma nitrüleme işlemi ile yüzey sertliği, yorulma dayanımı, aşınma ve korozyon direnci artırılır. Günümüzde özellikle askeri amaçlı olarak kullanılan plazma ile nitrüleme işlemi, motor pistonlarında, krank millerinde, valflerde, kam milinde, dişlilerde, matkap, zımba gibi kesici takımlarda, derin çekilebilen malzemelerde, dönme ve eğilmeye maruz kalan tüm makine parçalarında kullanılmaktadır.

Plazma nitrüleme ile elde edilen yüksek sertlik, aşınma ve korozyon direncini nitrüleme sonrası bir takım işlemlerle geliştirmek mümkündür. Bu işlemler; post oksidasyon, ince film kaplama (dubleks işlem) ve yaşlandırma (çökeltme sertleşmesi) olarak sınıflandırılabilir. Bu işlemlerden yaşlandırma işlemi yaygın olarak kullanılmaktadır (Böttger vd 1990; Fall ve Genin 1996; Han ve Song 1999; Hinojosa vd 1995; Liapina vd 2004; Tsubakino vd 1998).

Yaşlanma, aşırı doymuş katı bir fazdan, zaman ve sıcaklık etkisi ile yeni bir fazın çökmesi sonucunda malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerinin gelişmesidir. Çökelen fazın ana matris yapısında çarpılmaya neden olması ile dislokasyon hareketlerinde bir kısıtlama görülür. Bunun neticesinde ise alaşımın sertlik ve mukavemetinde bir artış meydana gelir. Plazma nitrürasyon işlemi sonrası soğutma

yapılması nitrürasyon sonrası oluşan ϵ fazının çökmesine neden olur. Yapılan bu soğutma işlemi FeN tabakasının yaşlandırılması olarak adlandırılır. Bu uygulama ile nitrürasyon sonucunda elde edilen sertlikten daha yüksek sertlik değerlerine ulaşılabilir.

Nitrürleme sonrası soğutma, beyaz tabakada faz dönüşümlerine sebep olmaktadır. Çünkü Fe-N faz diyagramındaki faz sınırları belirgin bir şekilde sıcaklığa bağlıdır (Şekil 1). Pratik uygulamalar iş parçası üzerinde oluşturulan tabakaların kontrolünde boyutsal kararlılık gerektirir. Fe-N faz diyagramına göre soğutma ile ϵ fazı aşırı doymuş hale gelmektedir. Yavaş soğuma veya su verme sonrası tavlama sonucu γ' nitrürü içindeki ϵ fazının ayrışması söz konusu olmakta ve ϵ demir nitrürü azot ile zenginleştirilmektedir. Bu γ' nitrürü ϵ fazı kristallerinde tabaka şeklinde gelişebilir (Liapina vd 2003).



Şekil 1.1. Fe-N faz diyagramı

Fe-N veya Fe-N-C sistemlerinde ötektoid dönüşüm sıcaklığının altındaki veya yakın sıcaklıklarda demir veya karbonlu çeliğin nitrürlenmesi ile şu fazlar oluşabilir. γ' -Fe₄N $_{1-x}$ -ymk, ϵ -F_{2.3}(N,C)-sph ve α -Fe fazı içerisindeki azot katı çözültisi. Ötektoid sıcaklıktan (Fe için 567°C) hızlı soğutma ve takibinde bir yaşlanma işlemi doymamış ferrit üretir. Fe-N ve Fe-C-N faz diyagramlarına göre soğuma esnasında α -ferrit azot difüzyon bölgesi içinde, demirde γ' fazı çökeltisi ve çelikte ϵ fazı oluşmaktadır. Yaşlanma işlemi esnasında ise α'' -Fe₁₆N₂-tetragonal fazı gözlenmiştir. Bu fazın miktarı

yaşlanma zamanı ile artış göstermiştir ve bu fazın artışı ile malzemenin sertliğinde bir artış görülmüştür (Hinojosa vd 1999).

FeN martenzitinin yaşlanma davranışı ve temperlenmesi ile ilgili birçok çalışmada, γ' -Fe₄N denge nitrürünün çökmesinden önce bir geçiş nitrürü olan α'' -Fe₁₆N₂ çökeltisinin oluştuğu görülmektedir. α'' çökeltileri öncelikle gerilme ve magnetik alan etkileri altında tercihli bir yönlenme ile büyüyebilir. Geçiş nitrürü α'' , martenzit gibi HMK kafes yapısına sahiptir. Martenzitte bulunan azot atomları c tipi oktahedral arayerler üzerine rasgele dağılmışlardır. Halbuki α'' fazındaki azot atomları c tipi oktahedral ara yerlerde belli yerleri işgal etmektedir (Van Genderen vd 1997).

α -Fe (ferrit) içerisindeki azotun çözünürlüğü sıcaklıkla azalmaktadır. Şayet nitrürlenmiş bir parça yavaş bir şekilde soğutulursa, ferritik matriks içinde kararsız α'' çökeltisi oluşumu, daha kararlı γ' fazı oluşumundan daha önce meydana gelmektedir. Parçaya su verildiği zaman α' (tetragonal martenzit) fazı oluşumu gözlenmektedir. Bir temperleme işleminden sonra bu martenzit (α') ferrit ile yapışık α'' fazı çökeltisinin oluşumuna öncülük eder. Aşırı veya normal yaşlandırma sonucu α'' fazı, yavaş soğumadan elde edilen γ' fazına dönüşme eğilimi göstermektedir. α'' fazı çökeltilerinin boyutu sıcaklık ve yaşlandırma zamanına bağlıdır. Yaşlanma devam ederken α' çökelti yapısı yaşlanma zamanı ile büyüyen γ' iğneciklerinden oluşan bir yapı ile yer değiştirir veya dönüştürür (Hinojosa vd 1995).

Hinojosa ve arkadaşları (1995) yaptıkları bir çalışmada, demir numunelerini önce 600°C'de plazma nitrüleme ve takibinde de 400°C'de yaşlanma işlemine tabi tutmuşlardır. Yaşlandırma zamanı ile ilk başta sertliğin arttığını ve yaklaşık 2 saat yaşlandırılmış numunelerde ise sertliğin maksimum bir değere ulaştığını belirlemişlerdir. Ancak işlem süresi arttıkça aşırı yaşlanma nedeniyle malzemelerin sertliğinde azalma olduğunu saptamışlardır.

Gavriljuk ve arkadaşları (1991) FeN martenzitinin -268°C (5K) ve oda sıcaklığı arasındaki sıcaklıklarda yaşlandırılması esnasında azot atomlarının tetragonalite değişimi ve yeniden dağıtılması ile ilgili yaptıkları çalışmada; yeni oluşan FeN martenzitinin -73°C 'ye kadar ısıtma ile azalan, -73 ile 26°C 'ye kadar ısıtma ile artan anormal yüksek tetragonaliteye sahip olduğunu belirlemişlerdir. Yeni oluşmuş FeN martenzitinin yüksek tetragonalitesi yeni oluşmuş martenzit ve kalıntı ostenit ara yüzeyindeki güçlü bağın bir sonucu olarak açıklanabileceğini savunmuşlardır. -73°C 'ye kadar ısıtma sırasında c/a oranının azalması, artan dislokasyon hareketiyle bu bağın kopmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca yeni oluşturulmuş FeN martenzitinin -73°C üzerindeki sıcaklıklarda yaşlandırılması azot atomlarının yeniden dağılması süreci ile ilişkilendirilmektedir. Bu yeniden dağılım metal atomlarının en yakın çevresinde herhangi bir değişikliğe yol açmaz ve bu dağılım α'' fazının çökmesinden önce uzun aralıklarla sıralanmış bir atomik düzen olarak düşünülebilir. Azot atomlarında, karbon atomlarında olduğu gibi yaşlanmanın ilk safhasında tabakalaşma meydana gelmediğini tespit etmişlerdir.

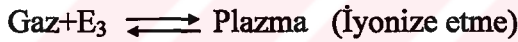
Yapılan literatür araştırması sonucunda nitrüleme işlemi sonrası plazma ortamında uygulanan yaşlandırma işlemi üzerine özellikle aşınma ve korozyon davranışının araştırıldığı çalışmanın yapılmadığı görülmüştür.

Bu çalışmada AISI 4140 çeliği plazma nitrüleme sonrası fırın ve plazma ortamında yaşlandırma işlemine tabi tutularak mekanik, tribolojik ve korozyon özelliklerindeki değişimler incelenmiştir. Numuneler mekanik olarak parlatıldıktan sonra % 50H₂-%50N₂ ortamında 575°C 'de 1 h süre ile plazma nitrülenmiştir. Nitrüleme işleminden sonra numunelere ani olarak su verilmiştir. Daha sonra numuneler % 50H₂-%50Ar gazı atmosferinde; 0.5, 1, 2, 4, 8 ve 12 saat süre ile 400°C 'de plazma yaşlandırma işlemine tabi tutulmuştur. Ayrıca numuneler fırın ortamında, Ar gazı atmosferinde 1 ve 4 saat süre ile yaşlandırılmıştır. Yapılan bu deneyler sonrasında işlem görmüş numunelerin sertlik ve aşınma değerleri işlem görmemiş numunelerle karşılaştırılmış ve yapısal özelliklerin tespit edilmesi için X-ray difraksiyon, SEM ve optik mikroskop çalışmaları yapılmıştır. Ayrıca numunelerin korozyon özellikleri incelenmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Plazma Hali

Maddenin kendine has özellikleri bulunan katı, sıvı, gaz ve plazma hali olmak üzere dört hali vardır. Bu haller arasındaki esas fark sahip oldukları enerjidir. Yani maddenin herhangi bir konumundaki (hal) enerjisini değiştirmek suretiyle maddeyi diğer bir konuma geçirmek mümkündür. Örneğin, katı haldeki bir maddeye belirli, o maddeye özel bir enerji vermek suretiyle sıvı, sıvı hale de belirli bir enerji vererek gaz ve gaz hale de belirli bir enerji vererek plazma haline geçmek mümkündür. Bu işlemin tersi yapılarak, yani verilen bu enerjileri geri dolarak tekrar plazma halinden gaz, sıvı ve katı hale geçmek mümkündür.



O halde bu hallerden en küçük enerji konumunda olan katı ve en büyük enerji konumunda olanı da plazma halidir. Plazma yakın bir geçmişe sahiptir. Plazmanın kendine has özellikleri onun maddenin dördüncü hali adını almasına sebep olmuştur (Karadeniz 1990).

2.2. Plazmanın Tanımı ve Elemanları

Plazma; içerisinde iyon, elektron, uyarılmış atom, foton ve nötral atom veya molekül içeren bir karışımdır. Plazma doğada güneş ve bazı yıldızlar içinde, yıldırım ve elektrik boşalmalarında görülür.

Plazma karışımını meydana getiren elemanlar şöyle sıralanabilir:

- Nötral atom ve nötral molekül: İhtiva ettikleri pozitif yüklerin sayısının, negatif yüklerin sayısına eşit olduğu atom ve moleküllerdir. Nötral bir moleküle, o elemente

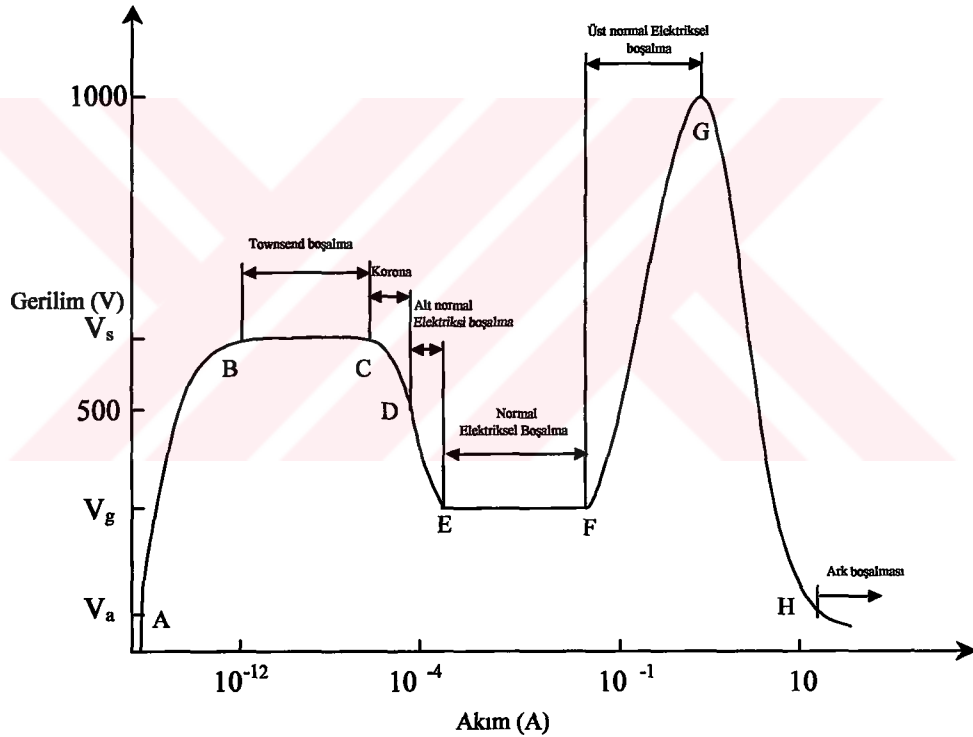
özel disosyasyon enerjisinden (E_d) daha büyük bir enerji verilirse, bu molekül atomlarına ayırır, yani disose olur. Bu olaya disosyasyon denir.

- İyon: İhtiva ettiği pozitif yük sayısı, negatif yük sayısından büyük olan atomlardır. Nötral bir atoma, o elemente özel bir iyonizasyon enerjisinden (E_i) daha büyük bir enerji verildiği zaman, bu atom en az bir elektronunu (negatif yükünü) kaybeder ve iyon haline geçer, yani iyonize olur. Bu olaya iyonizasyon denir.
- Elektron: Atomun negatif yükü olup, değeri $e=1,6.10^{-19}$ kulombdur.
- Foton: Enerji yüklü, ışın parçacığıdır. Işın enerjisi taşıyıcısıdır.
- Uyarılmış atom: Üzerine iyonizasyon enerjisinden daha küçük bir enerji almış, elektron kaybetmemiş atomdur. Bu atoma o elementin iyonizasyon enerjisinden daha küçük bir enerji verilirse, bu atomun çevresindeki elektronlar atomu terk etmeyip, bunlardan bir veya birkaçı yörünge değiştirir. Yani bir üst enerji seviyesine geçer. Böylece uyarılmış atom olur (Karadeniz 1990).

2.3. Elektriksel Boşalma

Plazmanın elde edilmiş yöntemlerinden en yaygın olanı elektriksel boşalma mekanizmasıdır. Bu yöntemde gaz kütlesine enerji bir elektrik boşalması aracılığı ile verilir. Bir elektrik boşalmasının mekanizması şu şekilde açıklanabilir: Bir elektrik gerilim kaynağı gaz içinde bulunan iki iletken plaka arasına bağlanırsa, belirli şartlar gerçekleştiği takdirde, uygulanan gerilim plakalar arasındaki gazın delinme gerilimin üzerinde ise, bu iki plaka arasında bir elektrik boşalması olur ve bu iki iletken plaka arasında bir elektrik akımı akar. Buradan akan akımın büyüklüğüne göre, ortaya çıkan elektrik boşalma sistemleri sınıflandırılır. Şekil 2.1'de çeşitli gaz boşalma tiplerinin gerilim-akım karakteristiği verilmiştir. Plazma ile nitrürasyon, gerilim-akım ilişkisinin tek değerli fonksiyon olduğu yer olan, abnormal boşalma bölgesinde oluşur. Sisteme potansiyel fark uygulandığı zaman gazın molekül ve atomları uyarılır ve iyonize olur. Böylece elektriksel boşalma denilen parıltılı olay meydana gelir. Bu yöntemin en büyük avantajı, gazın pozitif iyonlarının negatif uca bağlanmış taban malzemeye doğru hızlanarak yüksek bir kinetik enerji ile yüzeye çarpması ve ortaya çıkan enerji ile taban malzemenin ısınmasıdır. Böylece ek bir ısıtma tertibatına gerek kalmaz. Plazma

nitrürasyon işlemleri yüksek güç ve abnormal, instabil ve yoğun akımlı elektriksel boşalma bölgesinde olur (Edenhofer 1974a). Burada dikkat edilmesi gereken şey, uygulanan gücün G noktasını aşmayacak şekilde uygulanmasıdır. G noktası aşıldığı takdirde ark boşalması oluşmakta ve malzeme hasar meydana gelmektedir. Teorik olarak bu bölgede instabil olarak bulunmak iyon nitrürasyonun endüstride kullanımını azaltmıştır. Fakat bugün ki teknoloji, elektronik ve mikroprosesor kontrollü güç sistemleri vasıtasıyla bu tür problemleri büyük ölçüde aşmıştır.



Şekil 2.1. Farklı boşalma tiplerinin gerilim-akım karakteristiği (Edenhofer 1974a)

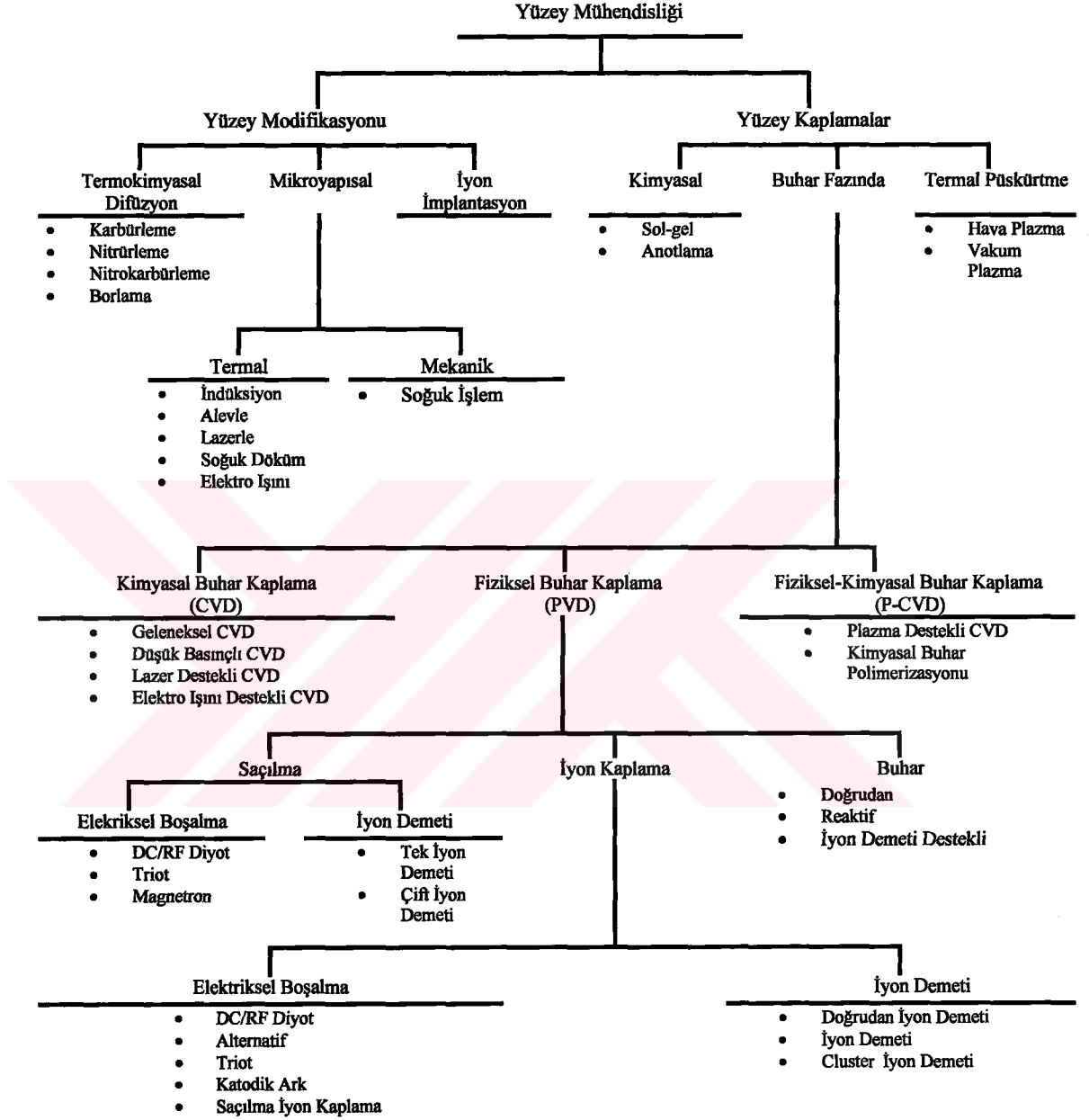
2.4. Plazma ile Yüzey Sertleştirme İşlemleri

Teknolojide malzemelerin modern kullanımı, malzemelerden beklenen yüksek performans talebini artırmıştır. Bu yüksek performans özellikleri yüzey modifikasyon teknikleriyle artırılmaktadır.

Çeliklerin yüzeyleri bazı nedenlerden dolayı çeşitli işlemlere tabi tutulmaktadır. Bazı yüzey işlemleri ve uygulanış nedenleri şöyle sıralanabilir: korozyonu önlemek için boyama ve kaplama, bası artık gerilmesi oluşturmak ve yüzey sertliğini artırmak için bilye püskürtme, martenzit tabakası oluşturmak için su verme, tribolojik ve korozif özellikleri iyileştirmek için ince film kaplama ve yüzeyin kimyasını değiştirme. Çizelge 2.1’de yüzey işlemlerinin bir sınıflandırması yapılmıştır.

Bu çalışmada termokimyasal işlem sonrası yaşlandırma uygulanacağı için kısaca termokimyasal işlemler karşılaştırılacaktır. Termokimyasal işlemler bir difüzyon işlemidir. Termokimyasal işlemler katı, sıvı veya gaz ortamında gerçekleştirilebilmesine rağmen teknik, ekonomik ve çevresel kısıtlamalar plazma teknolojisi kullanımını artırmıştır. Plazma termokimyasal işlemleri diğer bilinen işlemlerle karşılaştırıldığı zaman daha ekonomik, daha düşük işlem sıcaklığı, daha kısa işlem zamanı, daha düşük gaz tüketimi ve daha hızlı difüzyon oluşumuna sahiptir.

Çizelge 2.1. Yüzey mühendisliğinde uygulanan metotlar (Alsaran 2001)



Plazma yüzey işlemleri endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Plazma destekli yüzey işlemleri, malzemelerin yüzeyi ve yüzeye yakın bölgelerinin özelliklerini değiştirmek suretiyle aşınma, korozyon ve yorulma direncini artırır. Bu işlemler, malzemenin yüzeyine difüze edilecek C, N ve B gibi alaşım elementleri atmosferinde malzemeleri ostenit veya ferrit bölgesine kadar ısıtmayı içerir. Plazma destekli termokimyasal işlemlerin özellikleri Çizelge 2.2’de verilmiştir.

Çizelge 2.2. Plazma destekli termokimyasal işlemlerin özellikleri

| İşlem | Yöntem | Sıcaklık (°C) | Proses Basıncı (mbar) | Proses Özellikleri | Uygun Çelikler | Uygulamalar |
|------------------------|---|---------------|-----------------------|--|---|--|
| Plazma Nitritleme | Azot çözünmesi | 400-600 | 1-10 | Çok düşük distorsiyon, kısa işlemzamanı | İçerisinde yeteri kadar nitrit oluşturacak Al, Cr, V, Mo gibi elementler bulunduran alaşım ve takım çelikleri | İyi korozyon direnci, yük taşıma kapasitesi, maksimum sertlik, iyi aşınma direnci |
| Plazma Karbürleme | Karbon çözünmesi, takibinde su verme ile martenzitik yapı oluşumu | 800-1000 | 5-20 | Yüksek sıcaklık nedeniyle oluşabilecek distorsiyona dikkat edilmelidir | Az karbonlu ve az alaşımlı çelikler | Yüksek yükleme şartları |
| Plazma Nitrokarbürleme | Arayer karbon ve azot çözünmesi | 570-640 | 1-10 | Çok düşük distorsiyon, işlem sonrası talaşlı imalat yapılamaz | Az karbonlu çeliklerden takım çeliklerine kadar bir çok çelik | Düşük ve orta yükleme durumları, iyi aşınma direnci, iyi korozyon direnci |
| Plazma Borlama | Malzemelerin yüzeyinde FeB tabakası oluşturma | 800-1050 | 1-10 | Kaplama sonrası bütün ısı işlemler oksijensiz ortamda yapılmalıdır. | Ostenitik paslanmaz çelikler hariç yumuşak çeliklerden takım çeliklerine kadar birçok çelik türü | Taban malzeme çeliğine bağlı olarak düşük ve yüksek yükleme durumları, mükemmel aşınma direnci |

2.4.1. Plazma ile Karbürleme

1934 yılında Egan tarafından patente edilmiş ve 1960 yılında Kanin tarafından plazma ile karbürleme sistemi kurularak deneysel sonuçlar rapor edilmiştir. Ancak bu sistemle bilinen karbürleme sistemine göre pek avantaj elde edilememiştir. Yakın zamanlarda Edenhofer, Callinon ve Girube kurdukları sistemlerle bilinen tekniklere göre, bu yöntemin birçok avantaja sahip olduğunu göstermişlerdir. Günümüzde endüstriyel amaçla kurulmuş birçok plazma ile karbürleme sistemi mevcuttur. Plazma ile karbürleme işlemi, plazma ile nitrürleme işlemi ile prensip olarak hemen hemen aynıdır. Sadece kullanılan gaz ve gerilim değerleri farklıdır. Bu işlemde doğru akım kullanılmaktadır. Gaz basıncı 1-20 torr olup, anot ve katot arasına genellikle en az 1000 voltluk bir gerilim uygulanarak plazma oluşturulur. Karbürleme gazı ise genellikle hidrokarbondur. Karbürleme işlemi ostenitik termokimyasal işlem olarak sınıflandırılabilir. Çünkü işlem tamamen ostenitik şartlarda meydana gelmektedir. Bu işlem normal plazma ile nitrürlemeye göre daha yüksek sıcaklıklarda (850-1050°C) yapılmaktadır. Bu işlem sonrası malzemenin distorsiyona uğraması hemen hemen görülmez, çünkü soğuma vakum ortamında yapılmaktadır. Parçaların geometrisi homojen tabaka elde edilmesi için pek önemli olmayıp, her geometriye sahip malzemede homojen kalınlık elde edilebilir. Hatta işlem parametresinin iyi seçilmesi ile 0.5mm çapındaki bir delik bile karbürlenebilir. Plazma ile karbürleme, işlem süresinin kısalığı, az distorsiyon ve yapının kontrol edilebilmesi gibi avantajlarından dolayı endüstride çok geniş uygulama alanı bulmuştur (Karakan 2004).

2.4.2. Plazma ile Nitrürasyon

Metal parçalarının yüzeylerinin sertleştirilmesi ve aşınmaya, yorulmaya karşı olan mukavemetlerinin artırılmasının yöntemlerinden biri de yabancı atomları bu yüzey üzerine etki ettirerek ince bir tabaka oluşturulmasıyla sağlanabilir. Malzemenin fiziki şekli ne olursa olsun her yerde sabit kalınlıkta sert bir yüzey tabakası elde etmek için yüzeyin iyonlarla düzenli olarak bombardımana tutulması gerekmektedir. Bunun için

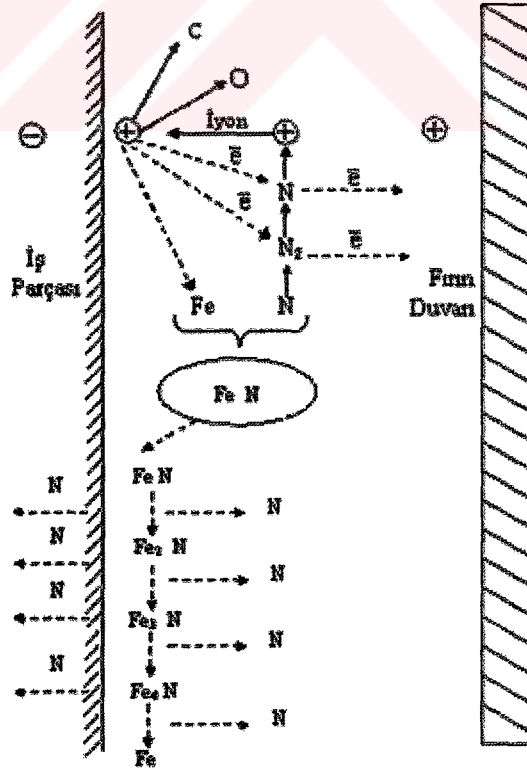
yüzey mühendisliği uygulamalarında son zamanlarda yaygın olarak kullanılmaya başlanılan plazma nitrürasyon bir doğru akım kaynağından veya radyo frekans kaynağı yardımıyla, iki elektrot arasına birkaç yüz voltluk potansiyel fark (300-500V civarında) uygulanmasıyla 1-20mbar basınç aralığında gaz atmosferinde (azot, hidrojen veya argon, yada karışımları) meydana gelmektedir. İlave edilen gaz, elektrik alanı içerisinde iyonlaşır ve plazma nitrürasyon ile beraber bir parlama görülür.

Nitrürasyon, demir esaslı malzemelerin ferrit fazında atomik halde azotun yayılması ile oluşan ferritik bir termokimyasal işlemdir. İşlem 500-590°C sıcaklıklar arasında yapılır. İlk olarak 1920 yılında kullanılmaya başlanmış ve bu tarihten itibaren endüstride geniş bir kullanım alanı bulmuştur. Temel olarak tuz banyosu, gaz ve toz nitrürasyon olmak üzere üç nitrürasyon yöntemi vardır. Yüzey sertliği ve sertleşme derinliği öncelikle işlem zamanına, sıcaklığa, gaz karışımına ve demir esaslı malzemenin alaşım içeriğine bağlıdır (Strafford vd 1995). Endüstride gaz nitrürasyon yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu işlemde 500-590°C arasında ısıtılan taban malzeme üzerine atomik azotun yayılmasını sağlamak için amonyak gazı çözünür. Çözünen amonyak, taban malzeme üzerinde nitrürler oluşturmak için Al, Cr gibi alaşım elementleriyle reaksiyona girer. Nitrürasyon sonrası ϵ (HSP) ve γ (YMK) fazlarını içeren kırılğan beyaz tabaka oluşma eğilimindedir. Bu iki fazın farklı kafes yapıları içermesi yüksek iç gerilmeler doğurur ve mikroçatlakların bu bölgelerde oluşmasına sebep olur (Edenhofer 1974b).

Plazma ile nitrürasyon yöntemi ise bilinen nitrürasyon yöntemlerine göre işlem süresinin kısa olması, düşük sıcaklıklarda (400-600°C) nitrürleme yapılabilmesi, meydana gelen yapıların kontrolü gibi birçok avantaja sahip olması nedeniyle endüstrinin ilgisini çekmiştir. Plazma nitrürasyon yöntemi elektriksel boşalma şartlarında oluşur. İlk olarak 1930 yılında İsviçreli mühendis Bernard Berghaus tarafından patente edilmiştir. Bu yöntemde, malzeme yüzeyine iyonize edilmiş azotu difüze etmek için aktif ve reaktif plazma hali kullanılır. İşlem, teorik açıdan elektriksel olarak iletken malzeme yüzeyine N, C, B gibi arayer elementlerinin difüze edilmesi işlemidir (Karakan 2004).

2.4.3. Plazma ile Nitrürasyon İşleminin Mekanizması

Elektriksel boşalma şartları altında azot gazı iyonize olur. Azot iyonları elektrostatik alana doğru ivmelenir ve katoda bağlı iş parçasını bombardımana uğratar. Yüzeğe çarpan iyonlar, yüzeğe yüksek sıcaklıklar oluşturarak buharlaşmaya yol açar. Bunun sonucu olarak iş parçasının yüzeğindeki demir ve diğerk alaşım elemanları, metalik olmayan element atomları (karbon, oksijen, azot) ile elektronlar yüzeğden uzaklaşır (saçılma). Yüzeğe çarpan iyonların ancak çok az bir kısmı iş parçasına yayınır (doğrudan implantasyon). Bu iyonların büyük bir kısmı saçılma olayını sağlar. Saçılan demir atomları ile yüksek enerjili azot atomları, yüzeğ dolayında FeN şeklinde birleşip metal yüzeğinde birikir (yoğunlaşma). FeN sıcak metal yüzeğinde kararsızdır ve kararlı diğerk nitrürlere (Fe_2N , Fe_3N , Fe_4N) dönüştür (Şekil 2.2). Dönüşme sırasında serbest kalan azot atomları ya metale yayınır ya da plazmaya döner (kimyasal absorpsiyon). Saçılma ve yoğunlaşma işlemleri büyük ölçüde kullanılan gaza bağılıdır. Ayrıca basınç ve gerilim gibi diğerk parametrelerin değıştirilmesiyle de etkilenir (Edenhofer 1974a).



Şekil 2.2. Plazma ile nitrürasyon işleminin mekanizması

2.4.4. Plazma ile Nitürasyon Sonrası Oluşan İç Yapılar

Sıcaklık, zaman ve gaz karışım oranı gibi parametrelerin değişimiyle iyon nitürasyon sonrası aşağıdaki yapılar meydana gelir (Edenhofer 1974b).

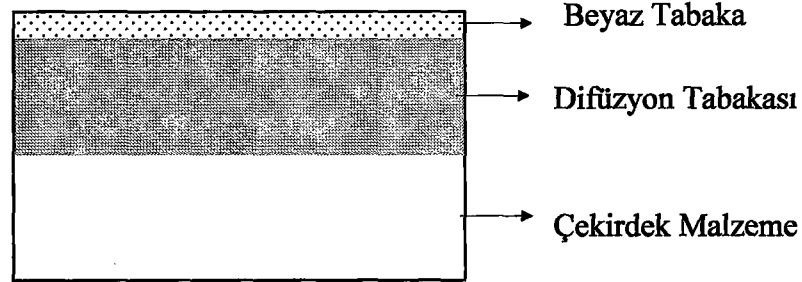
- **Beyaz Tabaka :**

En dışta nital çözeltisi kimyasal dağlama işleminden etkilenmeyen, çok ince demir nitürler içeren bir tabakadır. Dağlama işleminden etkilenmediğinden beyaz tabaka olarak adlandırılmıştır.

En üstteki bu tabaka (Şekil 2.3) Fe_4N (γ) ve $Fe_{2-3}N$ (ϵ) fazlarından birisi veya ikisinin karışımından ibarettir. Karışık bölge düzenli, pürüzsüz ve hemen hemen tamamen Fe_4N fazı veya $Fe_{2-3}N$ fazlarından meydana gelen, yüzeyde oluşmuş kesintisiz bir tabaka şeklindedir. Nitrit biçiminde en çok görülen alaşım elementleri (Al, Cr, Mo, V, W, Ti, Cb) yukarıda sözü geçen fazlarda demir yerine geçebilirler. Bu da sertlik ve mukavemeti artırır. İş parçasının içerdiği alaşım durumuna göre ve işlem değişkenleri değiştirilerek beyaz tabakanın kalınlığı 0-50 μ m arasında değiştirilebilir. Esasen beyaz tabaka tek fazlıdır ve bu bölge sürtünmeye ve yorulmaya karşı çok yüksek dayanıklılığa sahiptir. Diğer nitürasyon yöntemleri düşük düktiliteli ve yüksek kalıcı gerilimli daha kalın ve karışık fazlı beyaz tabaka oluştururlar. Bununla beraber bu beyaz tabaka kendi kalınlığına ve esas malzeme kompozisyonuna bağlı olarak korozyon direncini bir miktar artırır. Bu tabakanın özellikleri nitür yapısının homojenliğine ve kalınlığına bağlı olarak değişir. Yapılan çalışmalarda bu tabakanın düşük sıcaklıklarda (400°C'den az) oluşmadığı ve sıcaklıkla kalınlığının doğru orantılı olarak kalınlığının arttığı gözlenmiştir. Ayrıca zaman da bu tabakanın kalınlığı üzerinde etkili olup, zamanla doğru orantılı olarak kalınlığın arttığı gözlenmiştir. Tabaka oluşum ve kalınlığına sadece sıcaklık ve zaman değil, en önemlisi de kullanılan gaz kompozisyonlarının etkisi de oldukça fazladır. Örneğin saçılma etkisinden dolayı hidrojen miktarı arttıkça beyaz tabaka kalınlığı düşmekte ve tamamen yok edilebilmektedir.

- **Difüzyon Tabakası :**

Beyaz tabaka altında ki bu bölge çok ufak ve sık dağılmış sert nitrür fazları ihtiva eder. Bilinen nitrürasyonda N atomları daha yüksek enerjili bölgeler olan tane sınırlarında difüze olurlar ve buralarda evvelce bulunan karbür fazları ile birleşerek çok gevrek olan karbonitrürleri oluştururlar. Bunun neticesinde difüzyon tabakasının gerilmelere olan hassasiyeti büyük ölçüde artmış olur. Halbuki plazma nitrürasyonda karbonsuz nitrürleme gazı kullanılarak ve karbon saçılması uygulayarak yüzey ve yüzeye yakın yerlerde karbon azalması sağlamak mümkündür. Bunun sonunda gevrek karbonitrür fazları iç kısımlara doğru itilerek yüzeyin aşınmaya ve yorulmaya dayanımı artar. Difüzyon tabakası oluşumu da zamanın ve sıcaklığın bir fonksiyonudur. Sıcaklık ve zamanın artışına bağlı olarak tabaka kalınlığı artmaktadır. Bu bölge yüzeyden çekirdek malzemeye bir geçiş sağlar. Difüzyon bölgesi malzeme cinsine ve işlem parametrelerine bağlı olarak 5-600µm veya daha fazla derinlere iner. Bu tabaka, mikrosertlik değeri yüzeyde çekirdek malzeme sertliğinden iki kat daha fazla olan ve bu yüzeyin altında uzanan bir tabaka olarak tarif edilir.



Şekil 2.3. Plazma nitrürasyon işleminde oluşan tabakaların şematik görünüşü

2.4.5. Plazma ile Nitrürasyon İşleminin Avantajları

Plazma ile nitrürasyon işlemi, bilinen nitrürasyonun yerini almaktan ziyade ona bir destek amacını taşır. Çok üstün aşınma ve yorulma dayanımının, sertlik derinliğinin çok hassas kontrolünün istendiği yerlerde özellikle tercih edilir. Avantajlarını kısaca şöyle özetlemek mümkündür:

- Hassas olarak sertleşme kalınlığının kontrolü
- İstenmeyen beyaz tabakanın (Fe_4N , $Fe_{2-3}N$) kalınlığının kontrolü
- Yüzey altı gevrek nitrülenmenin engellenmesi dolayısı ile çekirdek sünekliğinin artması
- Prosesi $350^{\circ}C$ 'ye kadar düşürmek sureti ile distorsiyonların azaltılması ve çekirdek özelliklerinin değişmemesi
- İşlem neticesinde yüzeyde çok az pürüzlülüğün oluşması
- Metal maskeler kullanılarak lokal sertleştirmelerin mümkün olması.

2.4.6. Plazma ile Nitrokarbürleme

Plazma ile nitrokarbürleme malzemenin ferritik şartlarda bulunduğu $592^{\circ}C$ 'nin altında yapılmaktadır. Plazma ile nitrürleme işleminin tersine bu işlemde kullanılan gazlar Azot-Hidrojen-Metan veya Azot-Hidrojen-Karbondioksittir. Bu işlemin amacı, düşük karbonlu ve düşük alaşımlı çeliklerin yüzeyinde ϵ -karbonitrat tabakası oluşturarak korozyon ve aşınma dayanımını artırmaktır.

Günümüzde bu işlem hem eriyik siyanad tuzlarla hem de gaz atmosferinde çok sık olarak yapılmaktadır. Burada amaç istenen şartlara uygun tek fazlı ϵ -karbonitrat tabakasının oluşturulmasıdır. Ancak bu işlem yapılırken istenen şartların oluşmasında birçok zorluklar ortaya çıkmaktadır. Bu durum çoğunlukla, işlem esnasında yüzeyden saçılan karbonun etkisi ile ilgilidir. Çünkü saçılan karbon, nitrürleme için seçilen gaz karışımına katılabilir. Çok fazla miktarda karbon bu gaz karışımına katıldığı takdirde

beyaz tabaka (ϵ) içerisinde (Fe_3C) sementiti oluşturabilir. Bu durum ise bu tabakanın işlevini tam olarak görmesini engelleyebilir (Staines 1985).

2.4.7. Plazma ile Borlama

Borlama işlemi $700-1000^\circ\text{C}$ arasında hem demir esaslı malzemelere hem de demir olmayan malzemelere bor ilavesini içerir. Bu işlem endüstride geniş ölçüde kullanılmamasına rağmen, birkaç uygulamada büyük avantajlar sağlamaktadır (Rie, 1999). Bu yöntem çelik kalıpların korunmasında ve seramik tuğlaların imal edilmesinde kullanılmaktadır. Borlama işleminde malzeme yüzeyinde FeB , Fe_2B tabakaları oluşturulmaktadır. Bu tabakaların sertliği $1800-2000$ HV değerindedir. Elde edilen bu sert tabaka aşınmaya karşı dayanımı artırmaktadır. Plazma ile nitrürleme ve karbürleme işleminin tersine borlama işleminde zehirli bir gaz ortamı vardır. Genellikle bu teknik laboratuvar amaçlı olup, oldukça pahalı ve işlemin kontrolü oldukça zordur (Staines 1985).

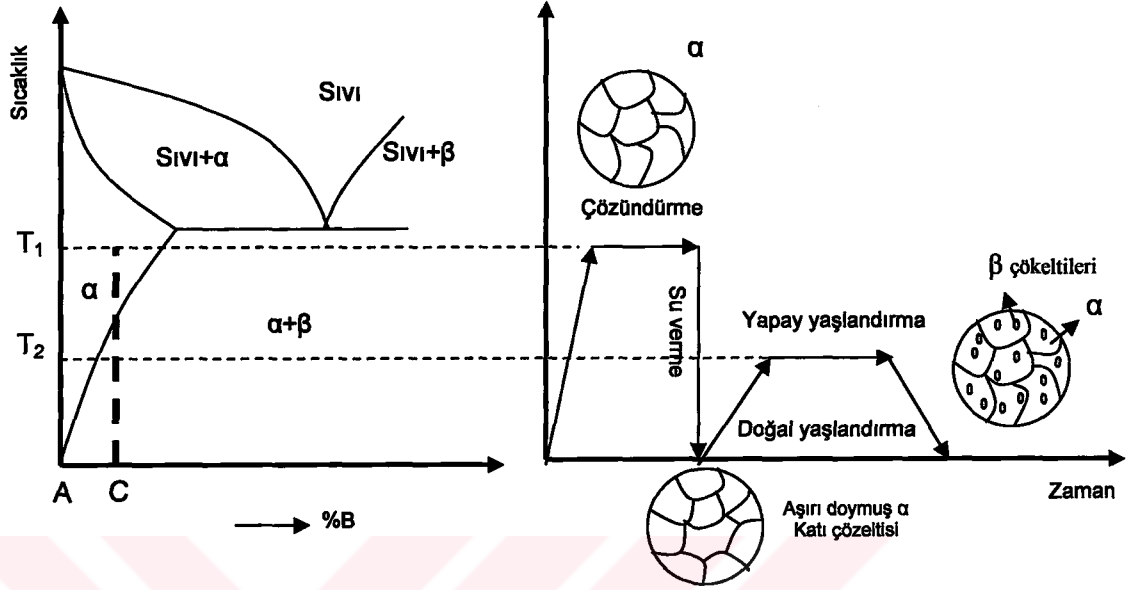
2.5. Yaşlandırma İşlemi

Alaşımın sertlik ve mukavemeti, soğuk deformasyon veya uygun ısı işlemleri artırılabilir. Demir içermeyen alaşımların sertlik ve mukavemetini artırmak için uygulanan yöntemlerin başında yaşlandırma veya çökelme sertleştirme işlemi gelir. Bu ısı işlemi, kısmi katı çözünebilirlik gösteren yani solvus eğrisi içeren ve katı çözünebilirlik, artan sıcaklıkla artan veya azalan sıcaklıkla azalan alaşım sistemlerine uygulanır. Bu sistem, sıvı durumda birbiri içerisinde her oranda, katı durumda ise kısmen çözünen metallerin oluşturduğu sistemdir. Söz konusu alaşım sistemlerine ait denge diyagramları ötektik nokta içerirler. Al-%4 Cu alaşımı (duralümin) bu alaşımlara iyi bir örnek olarak verilebilir. Çeliklerin çoğu da yaşlandırma işlemi sırasında meydana gelen karbür çökmesi sayesinde sertleştirilebilir.

2.6. Yaşlandırma Mekanizması ve Kademeleri

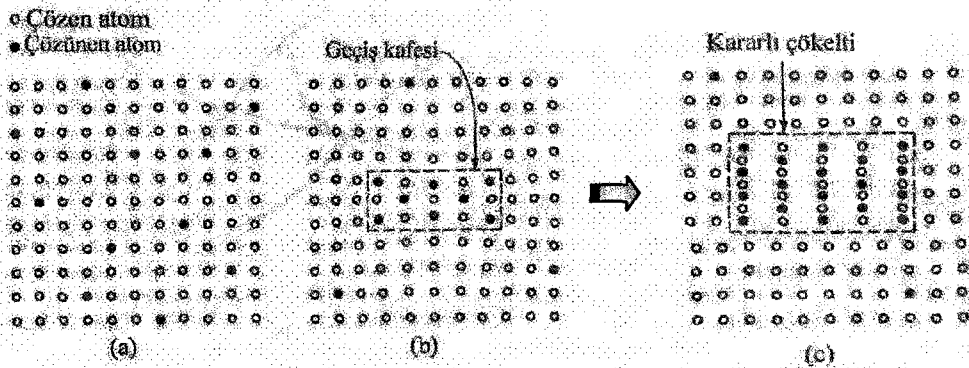
Yaşlanma, aşırı doymuş katı fazdan, zaman ve sıcaklık etkisi ile yeni bir fazın çökmesi sonucu, malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerinin gelişmesidir. Yaşlanma işleminin meydana gelebilmesi için başlıca iki kademe mevcuttur. Bunlar sırasıyla; çözeltiye alma ve çökme işlemidir.

- a) **Çözeltiye Alma İşlemi:** Bu işlemin amacı, çökecek fazı içeren aşırı doymuş tek fazlı bir katı eriyik elde etmektir. Bunun için Şekil 2.4'de gösterilen C bileşimindeki yaşlanabilir alaşım önce solvüs eğrisinin üzerinde T_1 gibi bir sıcaklığa kadar ısıtılır. Bu sıcaklıkta ikinci faz (β) α katı eriyiği içinde tamamen çözününceye kadar tutulur. T_1 sıcaklığında yapı tamamen α' ya dönüştükten sonra alaşım aniden soğutulur. Ani soğuma β fazının çökmesine imkan vermez ve aşırı doymuş α katı eriyiği elde edilir.
- b) **Çökme İşlemi:** Aşırı doymuşluk kararsız bir yapıdır. Aşırı doymuş katı çözeltilinin kararlı hale getirilebilmesi için yaşlandırma veya çökme işlemi yapılır. Yaşlandırma işlemi ya oda sıcaklığında yapılır ya da oda sıcaklığı ile solvüs eğrisi arasındaki bir sıcaklıkta gerçekleştirilir. Oda sıcaklığında yapılan doğal yaşlandırma, oda sıcaklığı üzerinde yapılan yaşlandırma ise yapay yaşlandırma adını alır. Yaşlandırma işlemi; hazırlık devresi, yaşlandırma devresi ve aşırı yaşlandırma devresi olmak üzere üç aşamayı içerir. Kuluçka devresi de denilen hazırlık devresinde, fazlalık atomlar bir araya gelip kümelenerek, ilk embriyonu meydana getirirler. Yaşlandırma aşamasında ise çekirdekleşme mekanizması daha etkin hale gelir, yani fazlalık atomlar β fazının çekirdeklerini oluştururlar. Yaşlandırma devresinde oluşan ara kristal yapısı veya geçiş kafesi matrisin kafes yapısı ile bağdaşıkır (Şekil 2.5). Bu dönemde çökelen faz (β), matristen farklı bir kafes parametresine sahiptir. Bu fazın matris yapısına bağdaşık olması nedeniyle matrisin kafes yapısında çarpılma veya distorsiyon meydana gelir. Kafes yapısında meydana gelen çarpılmanın dislokasyon hareketini zorlaştırması veya engellemesi nedeniyle, bu devrede alaşımın sertlik ve mukavemeti hızlı bir şekilde artar (Savaşkan 2000).



Şekil 2.4. Yaşlandırma işleminin kademeleri (Savaşkan 2000)

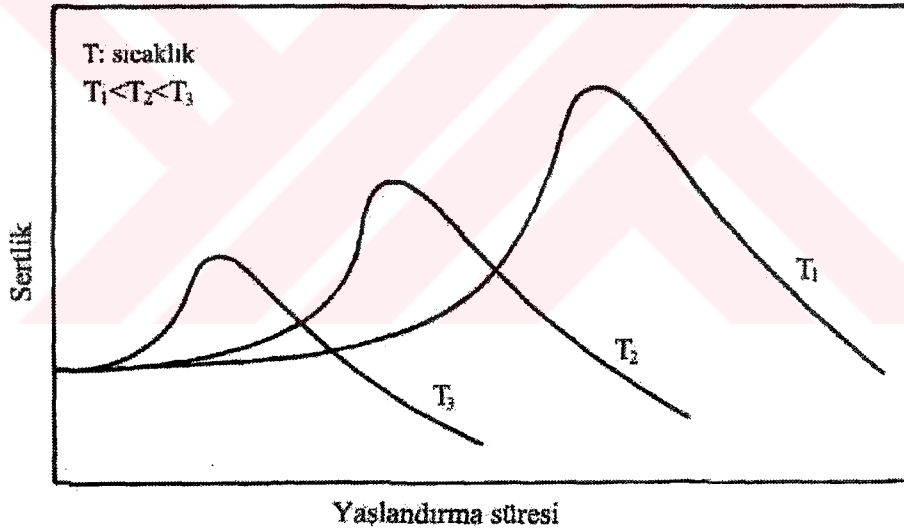
Yaşlandırma döneminde çökelen fazın kendi kafes yapısını oluşturarak matrisin kafes yapısından ayrılması sonucunda, matris ile çökelti arasındaki bağdaşıklık durumu ortadan kalktığından, matris yapısındaki çarpılma azalır. Çarpılmanın gittikçe azalması nedeniyle alaşımın sertlik ve mukavemetinde azalma meydana gelir. Alaşımın sertlik ve mukavemetinde azalmanın meydana geldiği devreye aşırı yaşlanma devresi denilir. Bu devrede çökteller mikroskop altında görünür hale gelirler.



Şekil 2.5. Düzenli bir çöktelinin oluşma aşamaları

2.7. Yaşlandırma Süresi-Sıcaklık-Sertlik Arasındaki İlişki

Yaşlandırma işlemindeki etkin mekanizma çekirdekleşme ve büyümedir. Bu mekanizma da difüzyona bağlıdır. Düşük sıcaklıklarda difüzyon hızı düşük olduğundan çekirdekleşme hızı da nispeten düşük olur. Ancak, yaşlandırma süresi arttıkça oluşan çekirdek sayısı arttığından, uzun süreli yaşlandırma sonucunda daha yüksek sertlik değerleri elde edilir. Yüksek sıcaklıklarda ise difüzyon hızı yüksek olduğundan hem çekirdekleşme hızı hem de büyüme hızı yüksek olur. Bu nedenle, yüksek sıcaklıklarda yapılan yaşlandırma işlemlerinde kısa sürede meydana gelen tane büyümesinden dolayı alaşımların sertlik ve mukavemetleri azalır. Yaşlandırma süresi-sıcaklık-sertlik arasındaki ilişki Şekil 2.6'daki eğrilerde görülmektedir.

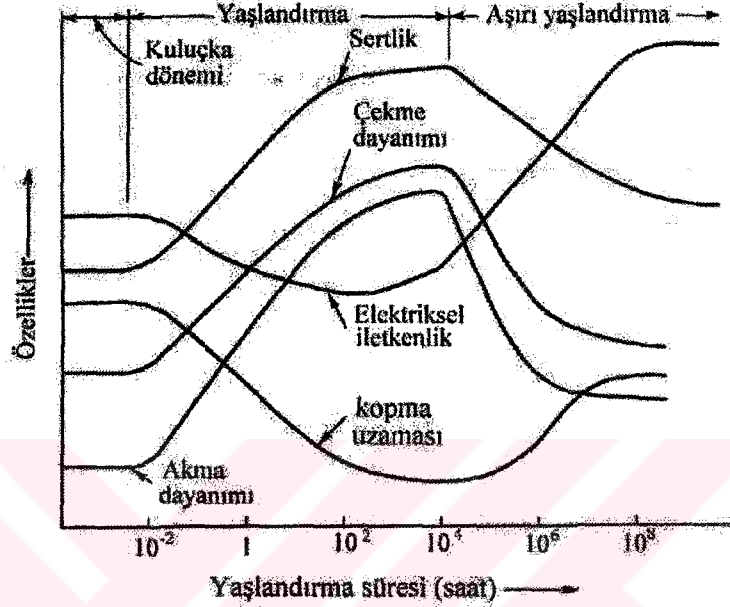


Şekil 2.6. Yaşlandırma süresi-sıcaklık-sertlik arasındaki ilişki

2.8. Yaşlandırma Sonucu Alaşım Özelliklerinde Meydana Gelen Değişimler

Yaşlandırma sırasında aşırı doymuş durumdaki bir alaşımın özelliklerinde meydana gelen değişimleri gösteren eğriler Şekil 2.7'de verilmiştir. Yaşlandırma sırasında söz konusu alaşımın kafes yapısında çarpılma meydana geldiğinden sertlik ve mukavemeti artar. Buna karşılık elektriksel iletkenliği ile sünekliği azalır. Aşırı yaşlandırma

döneminde ise çarpılmadaki azalmaya bağlı olarak, alaşımın sertlik ve mukavemeti azalırken, elektrik iletkenliği ve sünekliliği belirli ölçülerde artar (Savaşkan 2000).



Şekil 2.7. Yaşlandırma sırasında aşırı doymuş durumdaki bir alaşımın özelliklerindeki meydana gelen değişimleri gösteren eğriler

2.9. Nitrürleme İşlemi Sonrası Yaşlandırma

Plazma nitrürasyon sonrası soğutma yapılması, beyaz tabakada faz dönüşümlerine neden olur. Çünkü Fe-N faz diyagramındaki faz sınırları belirgin bir şekilde sıcaklığa bağlıdır. α -Fe içerisindeki azotun çözünürlüğü sıcaklık ile azalmaktadır. Plazma nitrürasyon işlemi sonrası parçaya ani olarak su verildiği zaman α' fazı (FeN martenziti) oluşmaktadır. Oluşan bu faz, ani su verme nedeniyle aşırı doymuş bir yapıya sahiptir. Aşırı doymuşluk kararsız bir yapıdır. Aşırı doymuş bu yapının kararlı hale getirilebilmesi için bir yaşlandırma işleminin uygulanması gerekmektedir. Yapılan yaşlandırma işleminden sonra α' fazı içerisinde α'' -Fe₁₆N₂ fazı çöker. Bu fazın çökmesi neticesinde Fe-N tabakasının sertliğinde bir artış görülür. Bu fazın miktarı yaşlandırma zamanı ile artış gösterir. Bu fazın miktarının artışı ile de malzemenin sertliğinde artış meydana gelir. Bu uygulama ile nitrürasyon sonucu elde edilen sertlikten daha yüksek sertlik değerlerine ulaşılır.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Kullanılan Malzeme

Bu çalışmada, kimyasal kompozisyonu Çizelge 3.1’de verilen ve az alaşımlı AISI 4140 çeliği kullanılmıştır. Malzeme sertliği yaklaşık 320HV olarak ölçülmüştür.

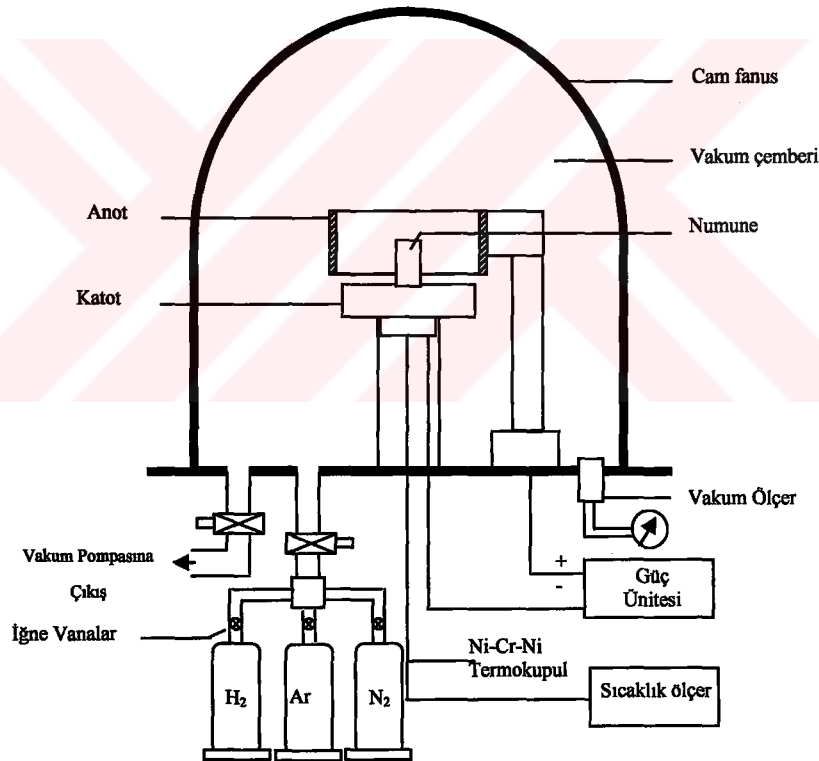
Çizelge 3.1. Deneyleerde kullanılan malzemenin kimyasal kompozisyonu (%)

| Malzeme | C | Mn | S | P | Si | Cr | Mo | Ni | Cu | W |
|-----------|------|------|-------|-------|------|------|-------|------|-------|-------|
| AISI 4140 | 0.36 | 0.80 | 0.005 | 0.014 | 0.30 | 0.85 | 0.075 | 0.07 | 0.143 | 0.034 |

3.2. Plazma ile Nitrürasyon İşlemi

Plazma ile nitrürasyon işlemi Şekil 3.1’de şematik olarak gösterilen laboratuvar tipi deney düzeneğinde gerçekleştirilmiştir. Vakum ünitesi, gaz dağıtım tertibatı, güç ünitesi ve cam fanus plazma ile nitrürasyon ünitesinin temel elemanlarını oluşturmaktadır. Cam fanus içerisine, anot ve katot yerleştirilmiş olup, tam orta noktaya yerleştirilen katot numune tutucu olarak kullanılmaktadır. Katoda, izoleli bir şekilde negatif kutup ve termokupul bağlanmıştır. Sıcaklık ölçümleri katot üzerinde bulunan numunelerin altından açılan delikten geçirilen 0.5mm çapında Ni-Cr-Ni termokupuldan alınmıştır. Numuneler silindirik bir anotla çevrilidir. Bu silindirik anot vasıtası ile numuneler, plazma içerisinde homojen bir şekilde bombardıman edilmektedir. Deney düzeneğinde kullanılan başlıca elemanlar ve özellikleri şunlardır;

- Vakum odası** :Isıya dayanıklı çan şeklinde bir cam fanustan oluşmaktadır.
- Vakum pompası:** :Edwards RV12, 1×10^{-1} Pa basınca ineabilen pompa, sisteme gerekli vakumun sağlanması için kullanılır.
- Güç ünitesi** :Sistem için gerekli olan gerilimin sağlandığı DC 1500 V gerilim kapasiteli elektrik güç ünitesidir.
- Vakum ölçer** :Vakum odasındaki vakum seviyesinin sürekli kontrolünü sağlar. 1×10^{-1} Pa basınca kadar ölçüm skalasına sahiptir.
- İğne vanalar** :İstenen oranda gaz karışımının oluşturulmasını sağlar.
- Sıcaklık ölçer** :Numuneye temas halinde olan Ni-Cr-Ni termokupul vasıtasıyla sıcaklık ölçümünü sağlar.



Şekil 3.1. Plazma ile nitrürasyon deney düzeneği

Plazma ile nitrürasyon işlemi aşağıdaki adımlarla gerçekleştirilmiştir:

- Hazırlanan numuneler alkol ile temizlendikten sonra numune tutucuya yerleştirilmiş ve ortam vakum pompası vasıtası ile 2.5×10^{-2} mbar basınca kadar vakumlanmıştır.

- İyon nitrürasyon işlemine başlamadan önce numuneler üzerinde bulunabilecek kirlilikleri gidermek amacıyla, 500V gerilim altında, 20 dakika süre ile ortama H₂ gazı verilerek ön bir saçılma yapılmıştır.
- Deney planında belirlenen oranda H₂ ve N₂ gazı karışımı ortama verilmiştir.
- Ortam basıncı iğne vanalar yardımı ile 10mbar'a sabitlenmiştir.
- Elektriksel boşalma güç ünitesinin açılmasıyla başlamıştır.
- Uygulanan gerilim artırılarak deney planına göre belirlenen sıcaklığa kadar numuneler ısıtılmıştır. Numune tutucu üzerine yerleştirilen numuneler arasındaki simetri nedeniyle ortadaki bir numunedan alınan sıcaklık değeri bütün numuneler için aynı kabul edilmiştir.
- Belirlenen sıcaklığa ulaşır ulaşmaz, nitrürasyon işlem zamanı başlatılmıştır.

AISI 4140 numuneler, seçilen işlem parametreleri olan sıcaklık (575°C), süre (1 saat) ve gaz karışımında (%50N₂+%50H₂) plazma nitrürasyon işlemine tabi tutuldu. Bu işlemden sonra numunelere su verilerek ani olarak soğutuldu.

3.3. Yaşlandırma İşlemi

Yaşlandırma işlemi, nitrürasyon deney düzeneğinde ve fırın ortamında yapılmıştır. Nitrürasyon sonrası su verilen numuneler 400°C'de, %50Ar+%50H₂ gaz karışımı atmosferinde, 0.5, 1, 4, 8 ve 12 saat süre ile plazma yaşlandırma işlemine tabi tutulmuştur. Ayrıca numuneler Ar gazı atmosferinde 1 ve 4 saat süre ile fırın ortamında yaşlandırılmıştır. Deney sona erdikten sonra numuneler oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur. Daha sonra yapısal, mekanik ve tribolojik özelliklerin tespit edilmesi için X-ray difraksiyon, SEM ve optik mikroskop çalışmaları yapılmıştır.

3.4. XRD, SEM ve Optik Mikroskop İncelemeleri

Plazma ile nitrürlenmiş ve yaşlandırılan malzeme yüzeyinde oluşan fazlar Rigaku-2200D/Max XRD cihazı vasıtasıyla Cu-K α katot kullanılarak belirlenmiştir. Kullanılan

ışınımın dalga boyu $\lambda=1.5405 \text{ \AA}$ 'dur. Elde edilen sonuçlar JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pik listeleri ile karşılaştırılarak oluşan fazların kimyasal kompozisyonları tespit edilmiştir.

İşleme tabi tutulmuş malzemelerin içyapısı, yüzey görünümü ve aşınma izleri Jeol 6400 SEM (taramalı elektron mikroskobu) kullanılarak incelenmiştir.

Metalografik olarak hazırlanan numuneler %2 nital çözeltisi ile dağlanarak, beyaz tabaka kalınlığı araştırması Nikon optik mikroskop vasıtası ile gerçekleştirilmiştir.

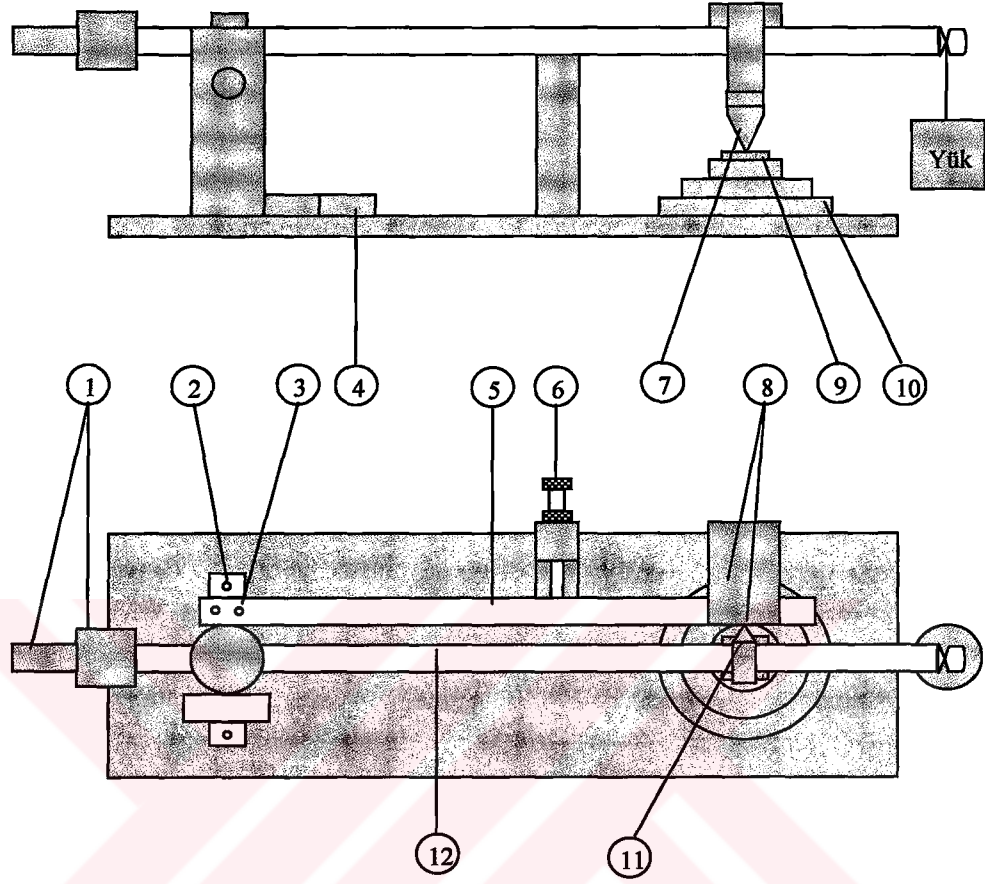
3.5. Mikrosertlik Ölçümleri

Plazma ile yaşlandırma işleminden sonra numuneler sırasıyla 200, 400, 600, 800, 1200 zımparalardan geçirildikten sonra $0.5\mu\text{m}$ 'lik alumina pasta ile yüzey pürüzlülüğü yaklaşık 0.05 Ra olacak şekilde parlatılmıştır.

Mikrosertlik ölçümleri 10, 25 ve 50gr yük altında Buehler mikrosertlik cihazı ile yapılmıştır. Sertlik dağılımını belirlemek için, her bir numune kesitinden birbirini etkilemeyen her mesafede en az üç ölçüm alınmış ve bu değerlerin ortalaması alınmıştır.

3.6. Aşınma Deneyleri

Plazma nitrürasyon sonrası yaşlandırma işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliğinin tribolojik özelliklerini belirlemek için Şekil 3.2'de şematik olarak gösterilen pim-disk aşınma cihazı kullanılmıştır. Hazırlanan 17mm çapında ve 9mm uzunluğundaki numuneler, 5mm çapındaki tungsten karbür bilyeye karşı kuru sürtünme şartlarında aşındırılmıştır. Uygulanan pim-disk aşınma deney şartları Çizelge 3.2'de verilmiştir.



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

Şekil 3.2. Pim-disk aşınma cihazının şematik gösterimi

Çizelge 3.2. Pim-disk aşınma deney şartları

| | |
|---------------------|-----------|
| Uygulanan yük | 10 N |
| Aşınma izi çapı | 8 mm |
| Sıcaklık | 22±2°C |
| Nem | %45±5 |
| Aşındırma hızı | 4.7 m/dak |
| Aşındırma süresi, | 3600 s |
| Aşındırma mesafesi, | 225 m |

Yapılan deneyler esnasında sürtünme katsayısı, cihaz tarafından otomatik olarak verilmektedir. Deney öncesinde ve sonrasında yüzey pürüzlülüğü, Mitutoyo marka yüzey profilometre vasıtasıyla belirlenmiştir. Aşınma profillerinin iz boyunca aynı kesitte olduğu varsayılarak aşınma hacmi hesaplanmıştır. Deneye başlamadan önce numunelerin yüzey profili çıkarılmış ve deney sonrası meydana gelen profiller arasındaki fark aşınma alanı olarak hesaplanmıştır. Aşınma hacim oranını bulmak için aşağıdaki eşitliklerden faydalanılmıştır.

Aşınma mesafesi= Aşınma izinin çevresi*Dönme devri*Aşınma Zamanı

$$\text{Aşınma oranı} = \frac{\text{Aşınan hacim}}{\text{Uygulanan yük} * \text{Aşınma mesafesi}}$$

3.7. Korozyon Testleri

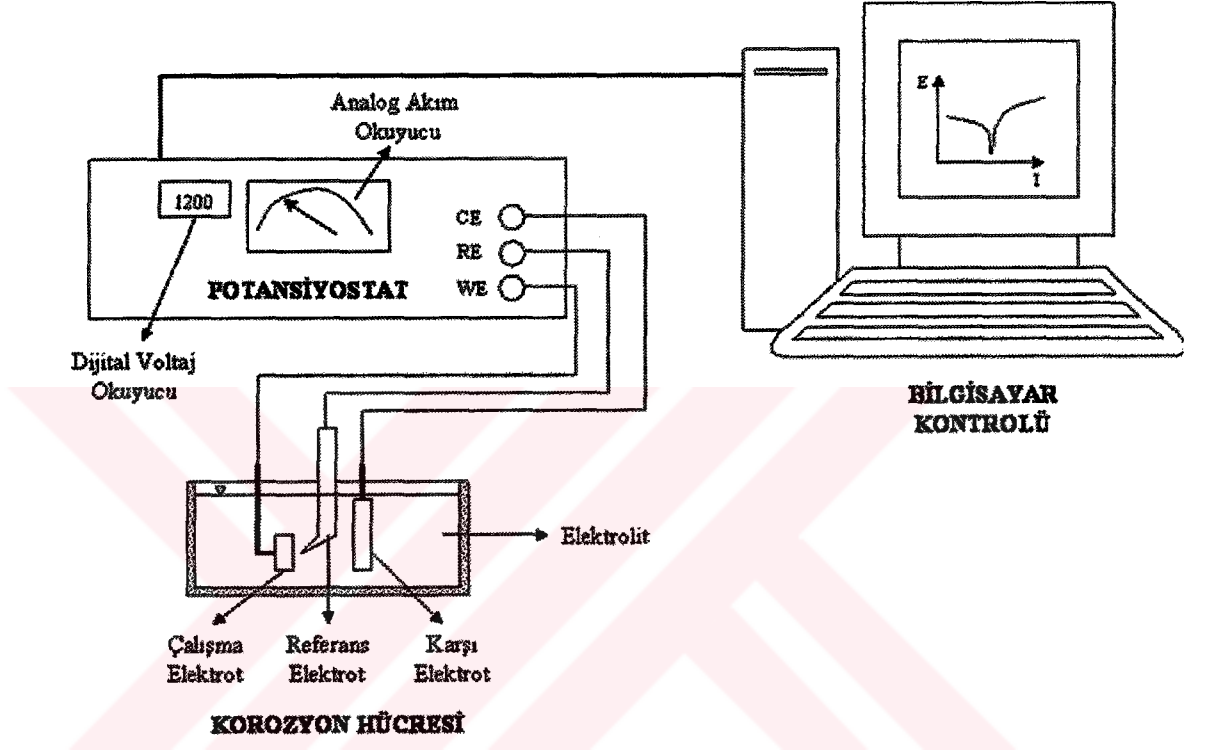
Korozyon testleri plazma ortamında ve fırın ortamında yaşlandırma işlemine tabi tutulmuş AISI 4140 çeliğinin korozyon karakteristiğinin nasıl değiştiğini belirlemek amacıyla yapıldı. Testler %3,5'lük NaCl çözeltisinde hem normal atmosfer şartlarındaki hem de oksijenden arındırılmış çözelti şartlarında, Alman Bank Elektronik firmasının ürettiği WENKING marka PGS95 polarizasyon test cihazı kullanılarak gerçekleştirildi. Deney düzeneğinin şematik resmi Şekil 3.3'te görülmektedir. Polarizasyon ölçümleri Ag/AgCl referans elektrot² (RE) ve bir platin tel (Pt) karşıt elektrot³ (CE) kullanılarak üç elektrot tekniğine göre bir cam hücre içerisinde yapıldılar. Numuneler ilk olarak, açık devre potansiyeline⁴ (OCP) ulaşılan kadar, atmosfere açık şartlar için yaklaşık olarak 20 dakika, oksijenden giderilmiş ortamda ise yaklaşık olarak 45 dakika bekletildi. Daha sonra tüm deney numuneleri ortalama -1400/-550mV potansiyel sınırları içinde kalacak

² Referans Elektrot (RE) : Polarize olmayan ve potansiyeli sürekli olarak aynı kalabilen elektrotlardır.

³ Karşıt Elektrot (CE) (Yardımcı Elektrot) : Polarizasyonda üzerinde çalışma yapılan elektroda dıştan bir akım uygulayabilmek için kullanılan elektrot.

⁴ Açık Devre Potansiyeli (OCP) : Bir elektrokimyasal hücreden hiç akım geçmezken ölçülen potansiyel.

şekilde 10mV/dak'lık tarama hızlarında potansiyodinamik olarak polarizasyon ölçümlerine tabi tutuldular. Çözeltilerin pH değerleri ise AZ firmasının ürettiği 0,01pH çözünürlüklü, $\pm 0,02$ pH doğruluğunda kalibre edilmiş pH metre ile ölçüldü.

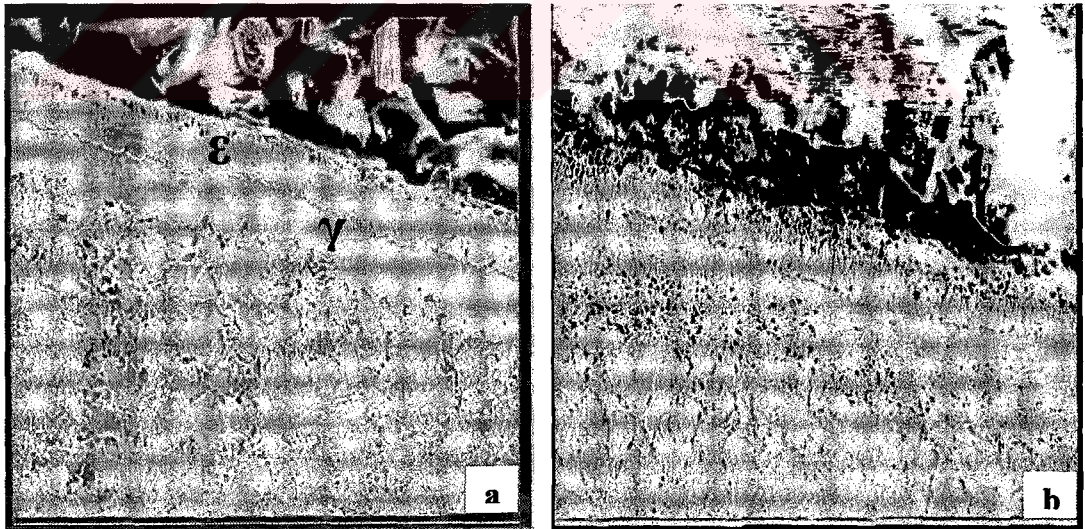


Şekil 3.3. Korozyon deney ünitesi

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1. İç Yapı Analizleri ve SEM Görüntüleri

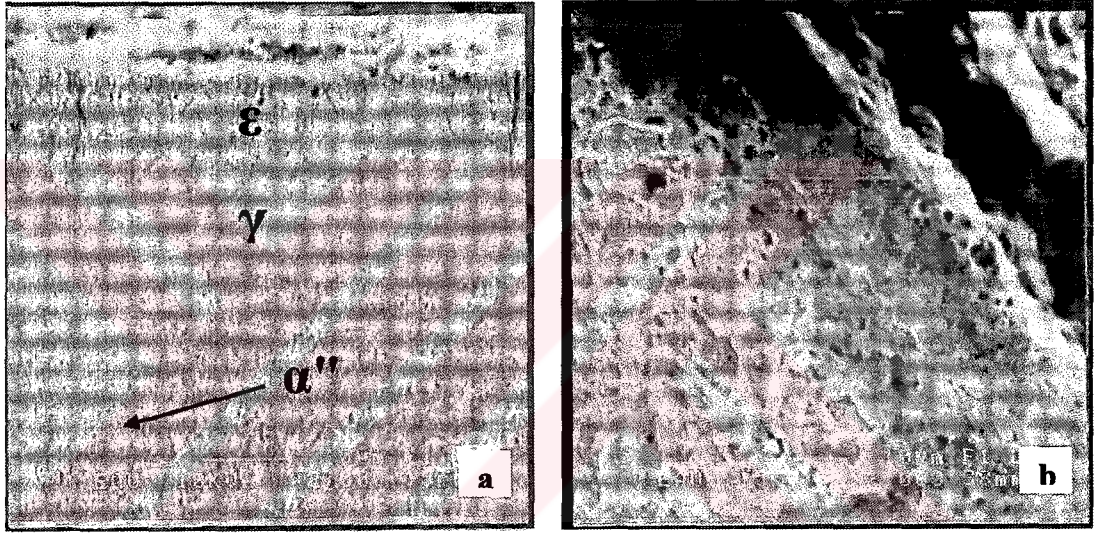
Şekil 4.1'de nitrürlenmiş (su verilmiş) ve plazma ortamında 4 saat yaşlandırılmış numunelere ait iç yapı resimleri verilmiştir. Nitrürlenme sonrası yüzeyde beyaz tabaka, iç kısımda ise difüzyon tabakası oluşmuştur. Beyaz tabakayı oluşturan ϵ ve γ' fazları belirgin olup, bir hat ile ayrılmıştır. Beyaz tabaka kalınlığı yaklaşık olarak $20\mu\text{m}$ 'dir. En dış kısımda ϵ fazı, iç kısım da ise γ' fazı oluşmuştur. Çünkü azot, demir içerisinde kısmi çözünebilirliğe sahip olup bu değer %0.1 gibi düşük bir orandır. Yaklaşık %6'ya kadar azot içeren ferritik katı bir eriyik oluşturabilir. Bu orandan daha fazla azot içeriği kimyasal içeriği %6 olan γ' (Fe_4N) oluşturur. Eğer azot oranı %6'yı aşarsa oluşan γ' fazı ϵ (Fe_{2-3}N) fazına dönüşür. Nitrürlenme sonrası uygulanan bütün işlemlerde ϵ fazı dönüşüme uğrar.



Şekil 4.1. (a)Nitrürlenmiş (su verilmiş) ve (b)plazma ortamında 4 saat yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait beyaz tabaka resimleri

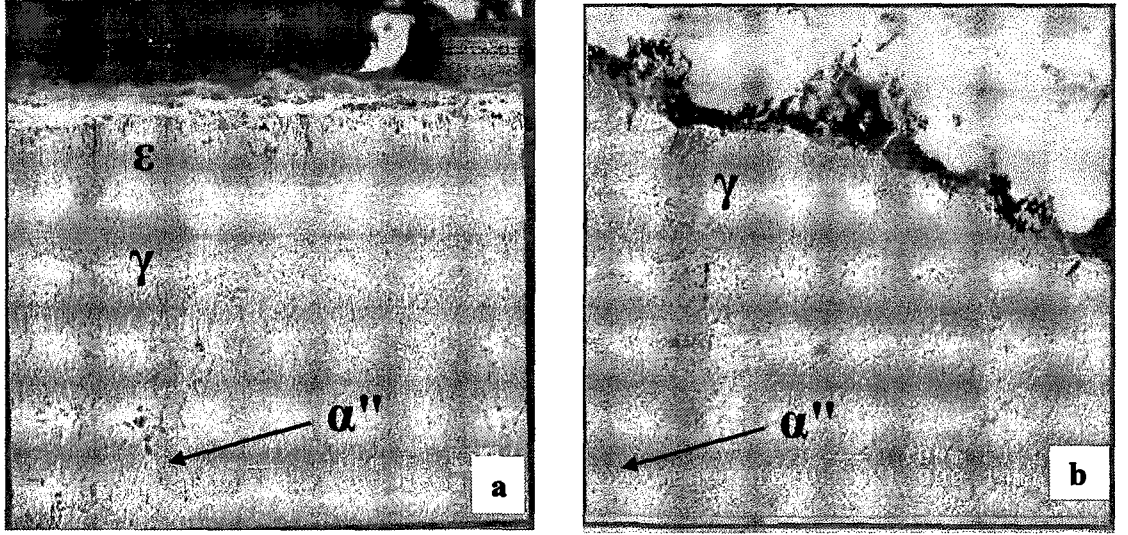
Şekil 4.2'de nitrürlenme sonrası plazma ve fırın ortamında 1 saat yaşlandırılmış numunelere ait iç yapı resimleri verilmiştir. Nitrürlenme sonrası parçaya su verildiği zaman α' (tetragonal martenzit) fazı oluşmaktadır. Bir yaşlandırma işleminden sonra bu

martenzit, α -Fe ile yapışık α'' fazı çökeltisinin oluşumuna öncülük etmektedir. α'' fazı küçük iğnemi bir yapıya sahiptir ve yaşlandırma süresi arttıkça bu fazın miktarı artmaktadır. Bu fazın artışı ile de malzemenin sertliği artmaktadır. Şekil 4.2'de plazma ortamında 1 saat yaşlandırılan numunede bu fazın daha yoğun olduğu gözlenmektedir. Bu durum plazma ortamının fırın ortamından daha yüksek difüzyon hızına sahip olmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.2. Plazma ortamında 1 saat (a) ve fırın ortamında 1 saat (b) yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait iç yapı resimleri

Şekil 4.3'de nitrüleme sonrası plazma ortamında 1 ve 12 saat yaşlandırılmış numunelere ait iç yapı resimleri verilmiştir. Görüldüğü gibi beyaz tabaka kalınlığı 12 saatlik yaşlandırma sonucu $20\mu\text{m}$ 'den $15\mu\text{m}$ 'ye düşmüştür. Bunun sebebi yaşlandırma esnasında yüzeyin Ar ve H_2 atomları ile bombardımanı sonucu saçılma olayının meydana gelmesidir.

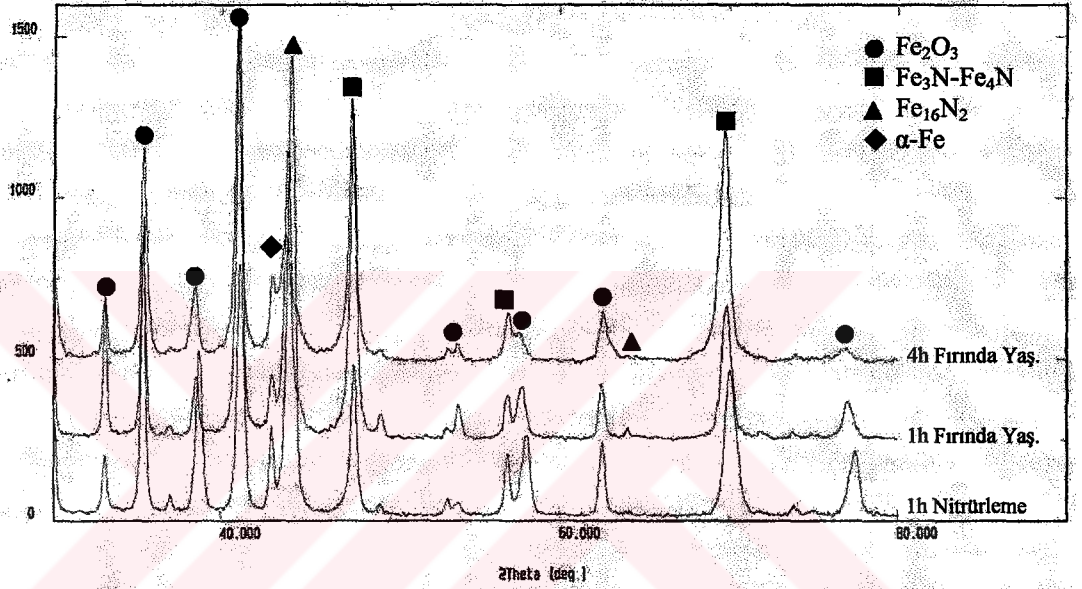


Şekil 4.3. Nitrüleme işlemi sonrası plazma ortamında 1 saat (a) ve 12 saat (b) yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait iç yapı resimleri

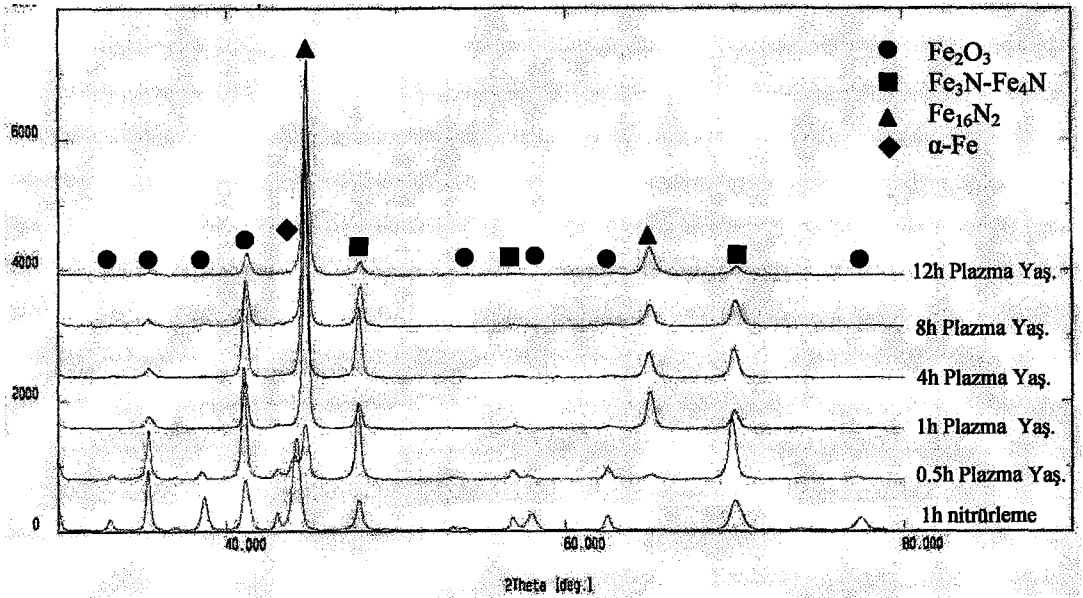
4.2. XRD Analizleri

Şekil 4.4 ve Şekil 4.5’de nitrülenmiş, farklı şartlarda ve sürelerde yaşlandırılmış numunelere ait XRD analizleri verilmiştir. Nitrüleme işlemi sonrası yaşlandırma işlemi hem fırın hem de plazma ortamında değişik yaşlandırma sürelerinde gerçekleştirilmiştir. Plazma ile nitrüleme sonrası yüzeyde ϵ (Fe_{2-3}N) ve γ' (Fe_4N) fazlarından oluşan beyaz tabaka oluşmuştur. Beyaz tabakayı çoğunlukla ϵ (Fe_{2-3}N) fazı oluşturmaktadır. XRD grafiğinde çok az miktarda oksitler (Fe_2O_3) tespit edilmiştir. Oksit oluşumunun, plazma ile nitrüleme sistemimizin oldukça düşük vakum şartları için dizayn edilmemiş olması nedeniyle, oksijenin vakum ortamından, bağlantılardan veya numune yüzeyinden gelerek oksit oluşturmuş olabileceği düşünülmektedir. Suda soğutma sonrası, beyaz tabakayı oluşturan fazlar önemli miktarda azalırken α -Fe fazı belirgin bir hale gelmiştir. Bu su verme esnasında beyaz tabakayı oluşturan fazların büyük kısmının ayrıştığı ve α -Fe içerisine azotun difüze olduğunu gösterir (Alsaran vd 2004). Su verme sonrası bu aşırı doymuş eriyik, azot ve karbon içeren martenzite dönüşmüştür. Yaşlandırma işlemi sonrası aşırı doymuş α -Fe daha kararlı bir faz olan α'' - Fe_{16}N_2 ye dönüşmüştür. α'' fazı XRD grafiklerinden görüldüğü gibi yaşlanma işlemi sonrası en yoğun faz olup, $2\theta=43^\circ$ ’de oluşmuştur. Bu dönüşüm 0.5 saatlik yaşlanma işlemi sonrası başlamış ve 1

saatlik yaşlanmada maksimuma ulaşmıştır. Fırında gerçekleştirilen yaşlanma işlemi sonrası oluşan α'' fazının yoğunluğu plazma ortamına göre düşüktür. Ayrıca beyaz tabakayı oluşturan ε ve γ' fazlarının yoğunluğunda azalma görülmemiştir. Bu olay, fırın ortamında yeterli bir yaşlanmanın elde edilebilmesi için daha uzun yaşlanma sürelerinin gerektiğini göstermektedir.



Şekil 4.4. Nitrüleme işlemi sonrası fırın ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin XRD grafiği



Şekil 4.5. Nitrüleme sonrası plazma ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait XRD grafiği

Plazma ortamında yaşlandırma işlemi esnasında yüzey H_2 ve Ar iyonları ile bombardıman edildiği için yüzeydeki oksit tabakası saçılma ile kaldırılmıştır. Fırın ortamında saçılma prosesi gerçekleştirilemediği için oksit tabakasının yüzeyden uzaklaştırılması sağlanamamıştır.

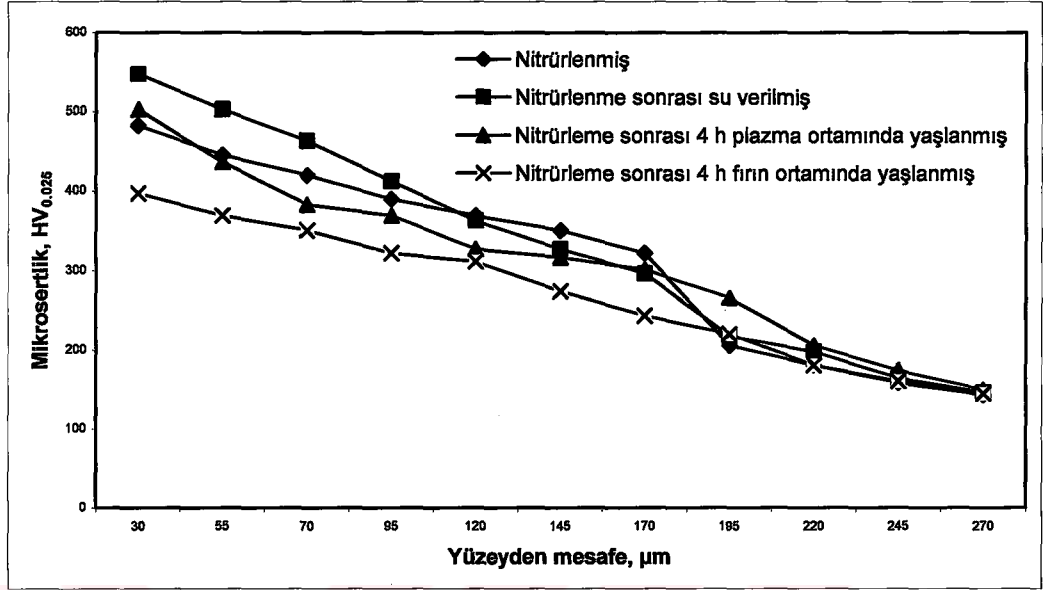
4.3. Mikrosertlik İncelemeleri

Çizelge 4.1’de, yapılan işlem ve süreler göre ölçülen sertlik değerleri verilmiştir. En yüksek sertlik değeri 1 saat plazma ortamında yaşlandırılmış numune için elde edilmiştir.

Çizelge 4.1. Sertlik değerleri

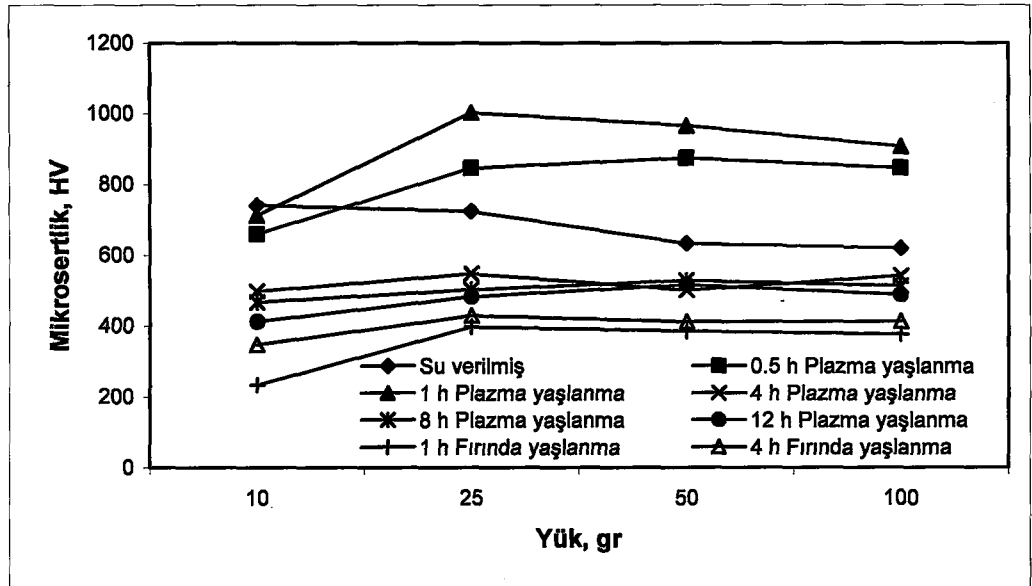
| Süre-İşlem Türü | Sertlik ($HV_{0.025}$) |
|---------------------------------|--------------------------|
| 1 h-Nitrürleme(su verme) | 700-750 |
| 0.5 h-Plazma ortamında yaşlanma | 850-900 |
| 1 h-Plazma ortamında yaşlanma | 1000-1050 |
| 4 h-Plazma ortamında yaşlanma | 500-550 |
| 8 h-Plazma ortamında yaşlanma | 475-500 |
| 12 h-Plazma ortamında yaşlanma | 425-450 |
| 1 h-Fırında yaşlanma | 400-425 |
| 4 h-Fırında yaşlanma | 375-400 |

Şekil 4.6’da nitrürlenmiş, nitrürleme sonrası su verilmiş ve yaşlanmış numunelere ait sertlik dağılımı verilmiştir. En yüksek sertlik, nitrürleme işlemi sonrası su verilmiş numunede, en düşük ise fırında yaşlanma sonrası elde edilmiştir. Difüzyon tabakası kalınlığı $270\mu m$ ’dir. Yüzey yakın kısımlarda sertlikler arası farklılık görülürken, daha iç kısımlarda bu farklılık kaybolmuştur.



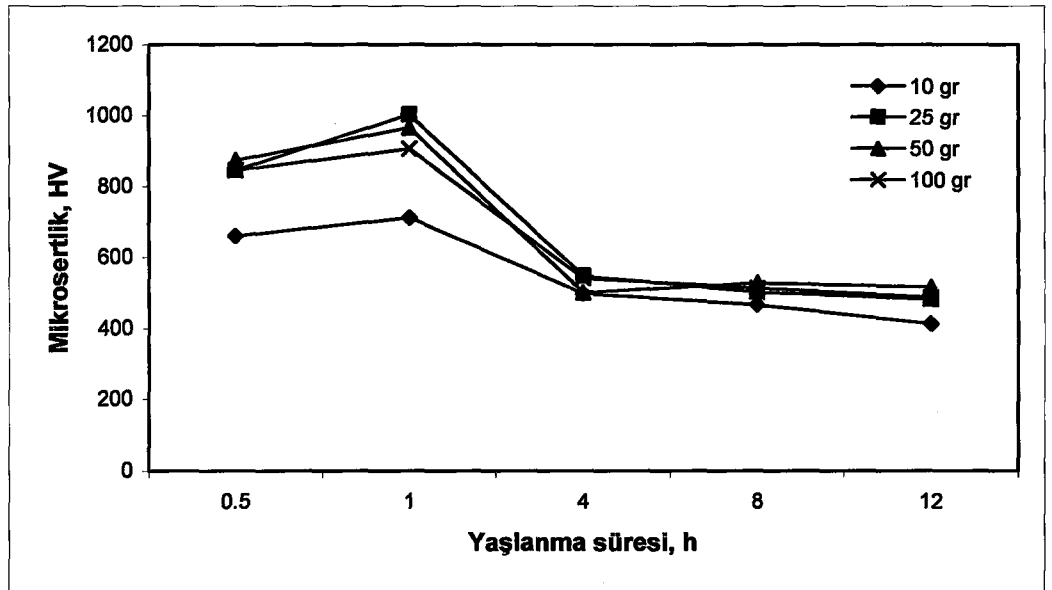
Şekil 4.6. Nitrülenmiş, nitrüleme işlemi sonrası su verilmiş ve yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait mikrosertlik değişimi

Şekil 4.7’de plazma ve fırın ortamında yaşlandırılmış numunelerin mikrosertlik değişimleri verilmiştir. Uygulanan bütün işlemler arasında en yüksek sertlik değeri nitrüledikten sonra plazma ortamında 1 saat yaşlandırılan numune için elde edilmiştir. En düşük sertlik değeri ise fırın ortamında 1 saat yaşlandırma işleminde elde edilmiştir.



Şekil 4.7. Nitrüleme işlemi sonrası fırın ve plazma ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin mikrosertlik değişimi

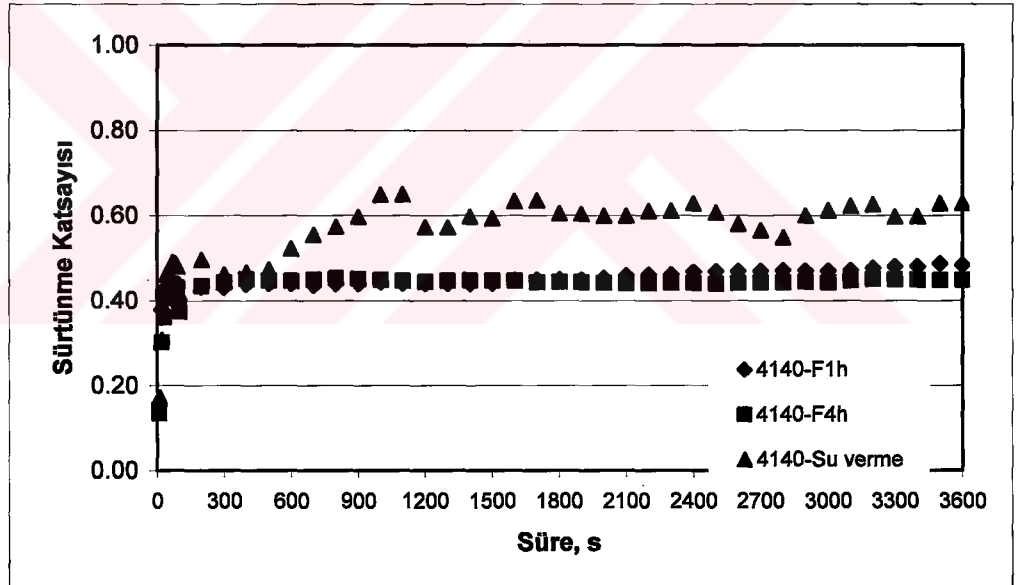
Şekil 4.8’de ise plazma ortamında yaşlandırılan numuneler için yaşlandırma süresi ve sertlik arasındaki ilişki verilmiştir. İlk başta yaşlandırma süresi ile sertlik artmaktadır. 1 saatlik işlem zamanı için maksimum sertlik elde edilmiştir. Sertlikte gözlenen değişiklikler, α'' çökeltilerinin kaba taneli γ' çökeltilerinin lehinde çözünmesiyle açıklanabilir. Sertliğin yüksek olması α'' çökeltilerinin boyutu ve ana kafes yapısı ile ilgilidir. α'' ve α kafes parametrelerinin farklı olması yaşlanma işlemi esnasında kafes yapısında çarpılmaya ve dolayısıyla dislokasyon hareketinin engellenmesine sebep olur ve sertlikte artış olur. Seçilen işlem parametrelerine göre 1 saatlik işlemin optimum değerinde olduğu görülmektedir. Şekil 4.8’de 1 saatlik yaşlandırmadan sonra sertlikte düşüş görülmektedir. Yani aşırı yaşlandırma devresine geçilmiştir. Aşırı yaşlandırma devresinde α'' fazı ayrışmaya başlayarak ana kafes yapısı ile bu faz arasındaki bağdaşıklık durumu ortadan kalkmaya başlamıştır. 12 saatlik yaşlandırma sonucu sertlik değeri minimuma düşmüştür. Bu da, kararsız α'' fazının kolay bir şekilde ayrışamayacağına işaret etmektedir. Ayrıca, yaşlanma işlemi difüzyonel işlem olduğu için yaşlanma süresi arttıkça çökeltilerde de difüzyon nedeniyle büyüme meydana gelir. Büyüyen çökeltiler dislokasyon tarafından kesilerek sertlikte düşüşe de neden olabilir.



Şekil 4.8. Nitrüleme işlemi sonrası plazma ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait sertlik ile yaşlanma süresi arasındaki ilişki

4.4. Tribolojik Arařtırmalar

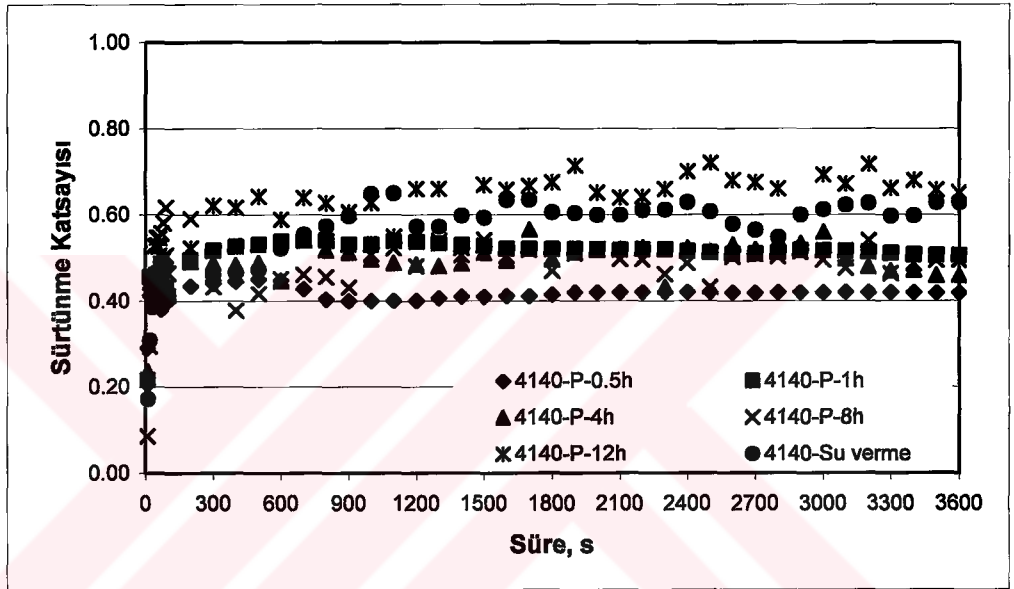
Őekil 4.9, 4.10 ve 4.11’de WC bilyeye karřı farklı Őartlarda elde edilmiŐ numunelere ait sŪrtŪnme katsayısı-zaman grafikler, verilmiŐtir. Őekil 4.9’da nitrŪleme iŐlemi sonrası su verilmiŐ ve farklı zamanlarda fırında yaŐlandırılmıŐ numunelere ait sonuŐlar verilmiŐtir. Fırında yaŐlandırma iŐlemi sonrası 1 ve 4 saatlik numunelerde sŪrtŪnme katsayısı hemen hemen birbirlerine yakın olup 0.42 civarındadır. NitrŪleme iŐlemi sonrası su verilmiŐ numunede ise sŪrtŪnme katsayısı kararlı olmayıp 0.6 civarındadır. SŪrtŪnme katsayısının yŪksek olmasının nedeni aŐınma iŐlemi esnasında yŪzeyde bulunan sert tabakanın kırılıp abrazif aŐınmaya neden olmasından dolaydır.



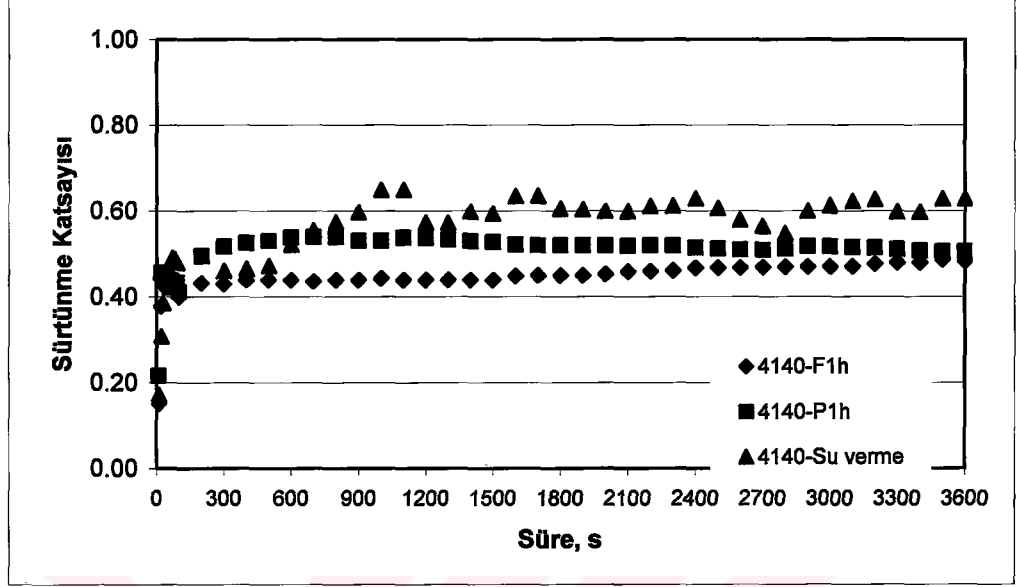
Őekil 4.9. NitrŪlenmiŐ, nitrŪleme iŐlemi sonrası su verilmiŐ ve farklı sŪrelerde fırın ortamında yaŐlandırılmıŐ AISI 4140 eliĐinin sŪrtŪnme katsayısı grafiĐi

Őekil 4.10’da farklı Őartlarda nitrŪleme iŐlemi sonrası yaŐlandırılmıŐ numunelere ait sŪrtŪnme katsayısı-zaman grafiĐi verilmiŐtir. AŐındırıcı bilyenin ilk teması sonucu (Hertzian teması) sŪrtŪnme katsayısı artmıŐ ve daha sonra kararlı hale gelmiŐtir. Bu olay ilk temas anında yŪzey pŪrŪzlŪlŪĐŪ nedeniyle. En dŪŐŪk sŪrtŪnme katsayısı 0.5 saatlik plazma ortamında 0.4, en yŪksek ise 12 saat sonrası 0.6 olarak elde edilirken genel olarak sŪrtŪnme katsayısı deĐerleri kararlıdır. Őekil 4.11’de ise nitrŪleme iŐlemi

sonrası 1 saatlik fırın ve plazma ortamında yaşlandırılmış numunelere ait grafik verilmiştir. Fırın ortamında yapılan yaşlandırma işlemi sonrası en düşük sürtünme katsayısı elde edilmiştir. Burada fırın ortamında gerçekleştirilen yaşlandırma işlemi sonrası numune yüzeyinin yumuşak olması ve aşınma esnasında bilye yüzeyine sıvanması sonucu sürtünme katsayısının düşük elde edildiği tahmin edilmektedir.

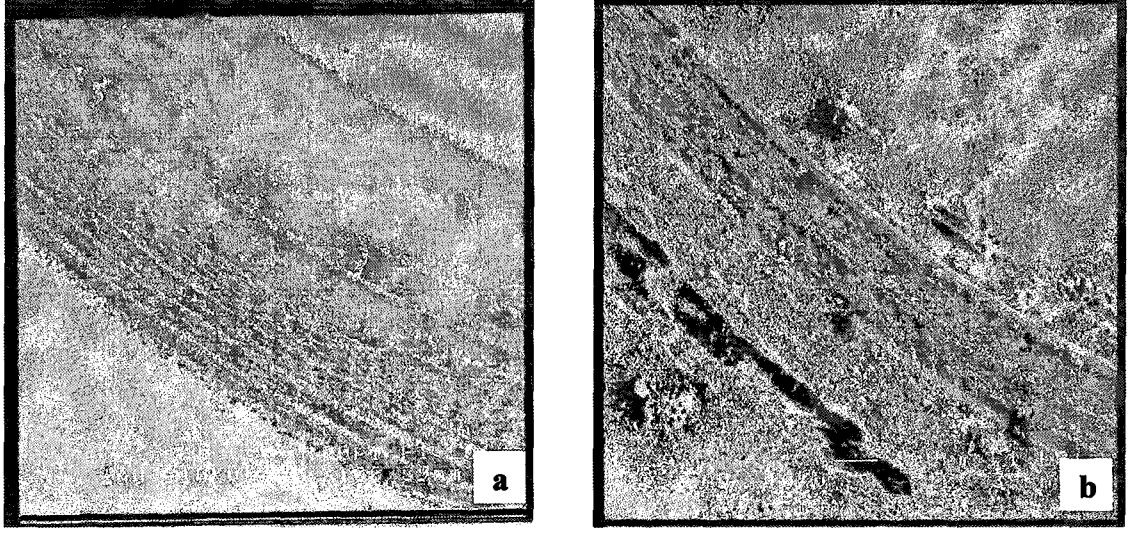


Şekil 4.10. Nitrülenmiş, nitrüleme işlemi sonrası su verilmiş ve farklı sürelerde plazma ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin sürtünme katsayısı grafiği

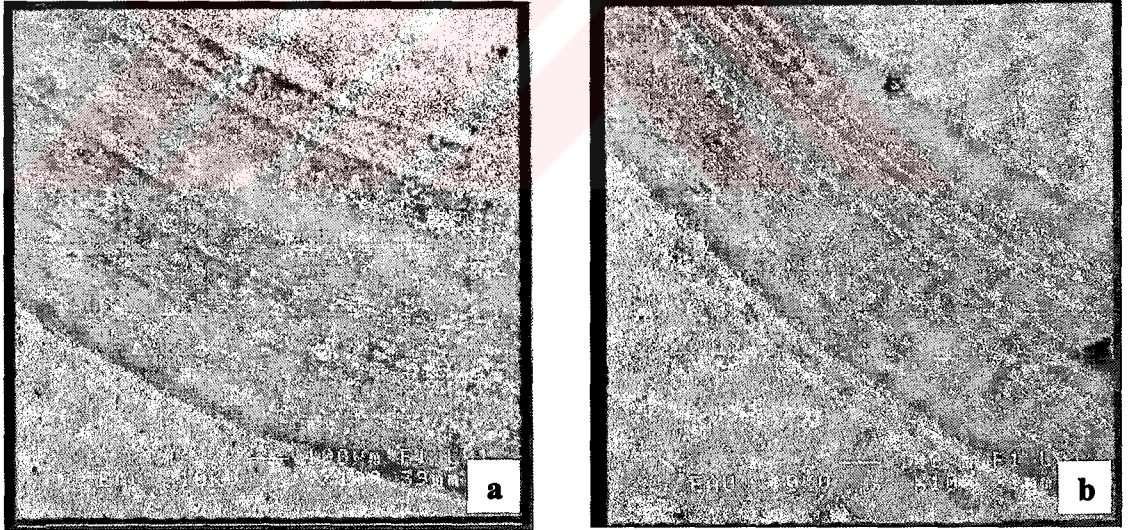


Şekil 4.11. Nitrüleme sonrası su verilmiş, 1 saat plazma ortamında yaşlandırılmış ve 1 saat fırın ortamında yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin sürtünme katsayısı grafiği

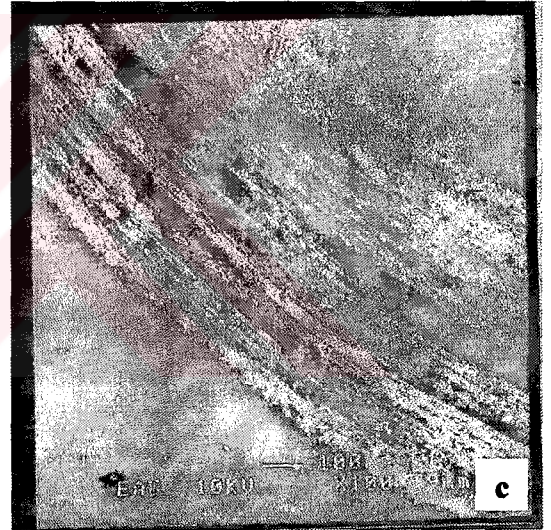
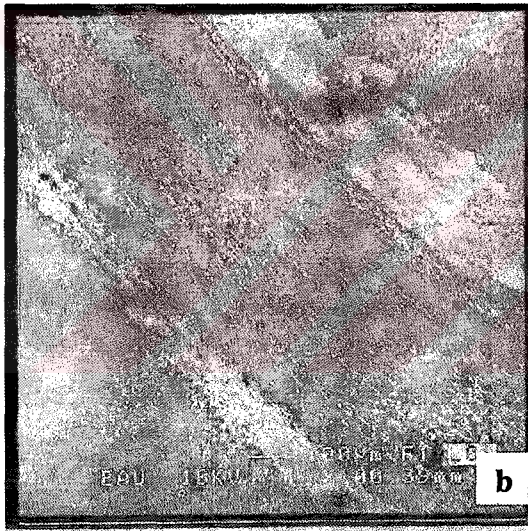
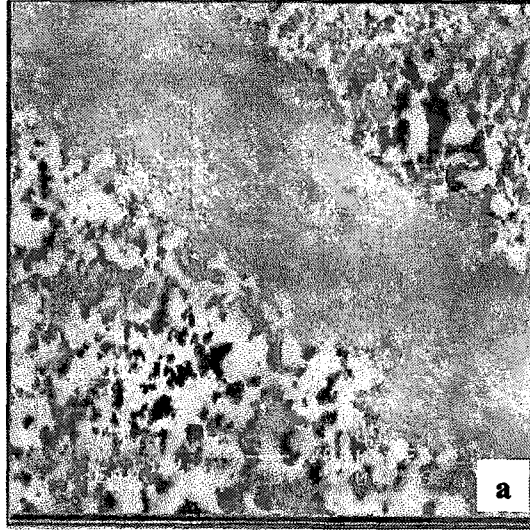
Şekil 4.12, 4.13 ve 4.14'te aşınma profillerinin SEM görüntüleri verilmiştir. En düşük aşınma izi genişliği 1 saatlik plazma ile yaşlandırma işlemi sonrası, en geniş ise 4 saatlik fırında yaşlandırma sonucu elde edilmiştir. Genel olarak aşınma profillerinde transfer filmi oluşmuş olup, abrazif partikül miktarı nispeten azdır. Nitrüleme işlemi sonrası su verilmiş numunede yüzeydeki beyaz tabaka yüksek gerilme nedeniyle kırılmış ve daha sonra abrazif partiküllere dönüşmüştür. Sürtünme katsayısı grafiğinde de görüldüğü gibi kararlı bir sürtünme katsayısı oluşmamıştır. Yaşlandırma süresinin artması sonucu yüzey sertliğinin azalması da abrazif partikül oluşumunu azaltmıştır. Fırında yaşlandırma işlemi sonucu ise aşınma miktarı oldukça büyüktür.



Şekil 4.12. Nitrürleme işlemi sonrası 1h fırında (a) ve 1h plazma ortamında (b) yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin aşınma izi görüntüleri

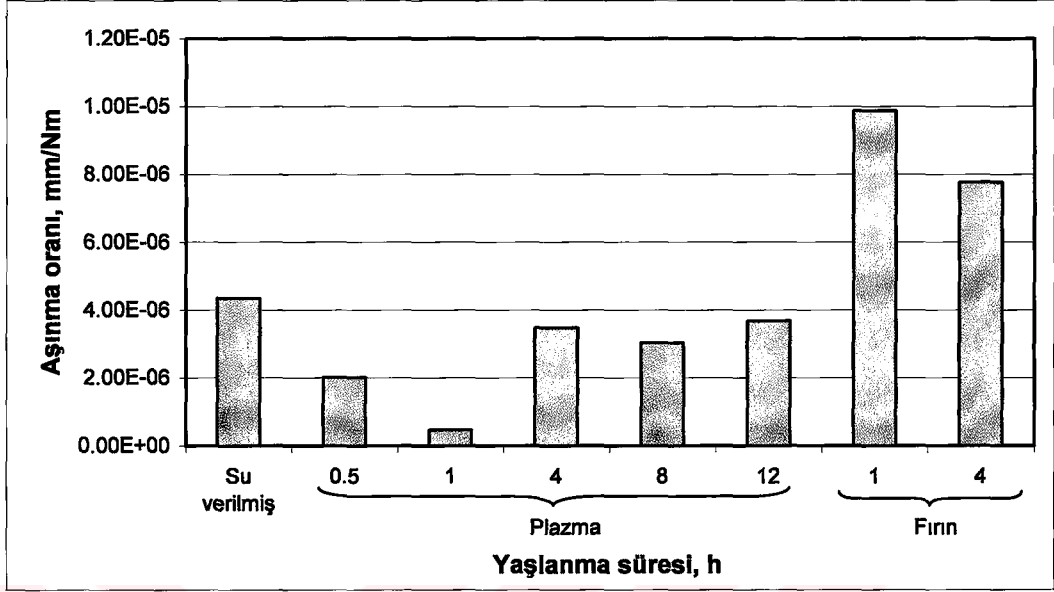


Şekil 4.13. Nitrürleme işlemi sonrası 4h fırında (a) ve 4h plazma ortamında (b) yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin aşınma izi görüntüleri



Şekil 4.14. Nitrürleme işlemi sonrası plazma ortamında 0.5h (a), 8h (b) ve 12h (c) yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin aşınma izi görüntüleri

Şekil 4.15'de uygulanan işlemlere göre aşınma oranları verilmiştir. En düşük aşınma oranı 1 saatlik plazma ile yaşlandırma sonucu elde edilmiştir. Fırında yaşlandırma sonucu aşınma oranları oldukça yüksek olup, yaşlandırma süresinin α'' oluşumu için artırılması gerektiğini göstermektedir. Plazma ile yaşlandırma sonucu ise 1 saat işlem sonrası en düşük aşınma oranı elde edilmiştir. Bu olay plazma ortamında difüzyonun hızlı bir şekilde oluşmasından kaynaklanmaktadır.

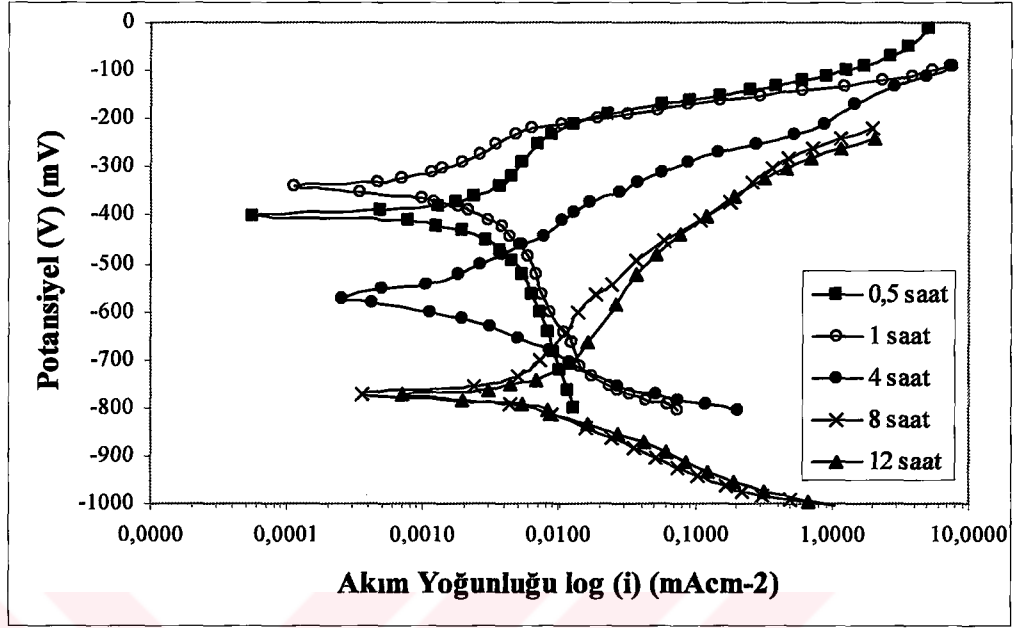


Şekil 4.15. Yaşlanma süresi ve aşınma oranı arasındaki değişim

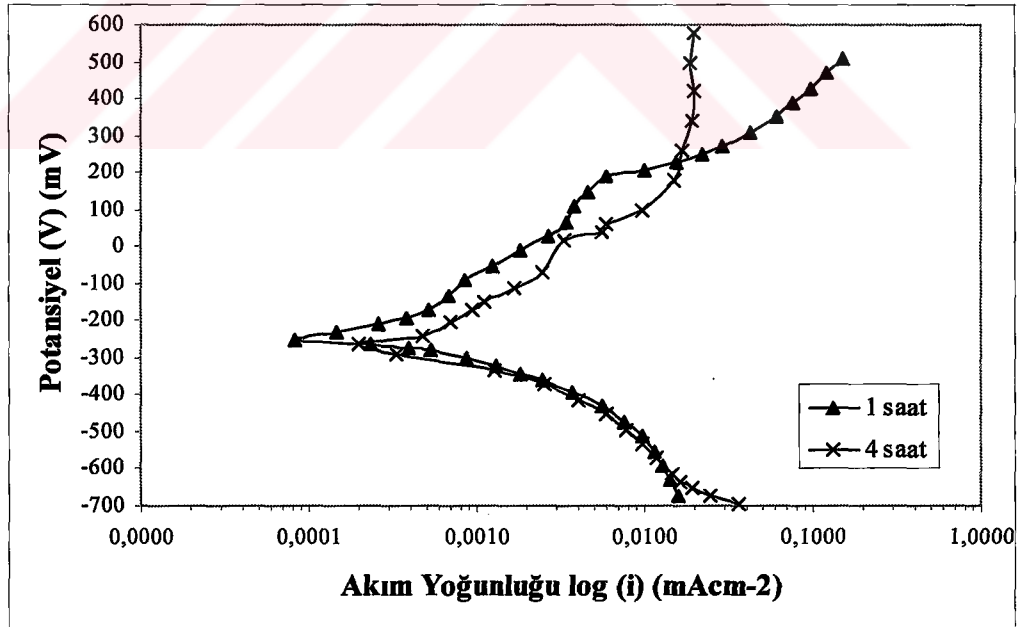
4.5. Korozyon Analizleri

Şekil 4.16'da nitrüleme sonrası su verilmiş ve plazma ortamında farklı sürelerde yaşlandırılmış numunelere ait potansiyodinamik polarizasyon eğrileri verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi plazma ortamında 1 saat yaşlandırılmış numune en üstün korozyon direncine sahiptir. 1 saat yaşlandırılmış numune hariç, artan yaşlandırma zamanı ile korozyon direncinin azaldığı görülmektedir. Korozyon akım yoğunluğu ise ortalama $3.0 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ civarındadır.

Şekil 4.17'de fırın ortamında 1 saat ve 4 saat yaşlandırılmış numunelerin potansiyodinamik polarizasyon grafikleri verilmiştir. Yine 1 saatlik yaşlandırma sonucunda korozyon direncinde artış görülmüştür. Yaşlandırma süresi 4 saate çıktığında korozyon direncinde küçük bir düşüş görülmüştür.



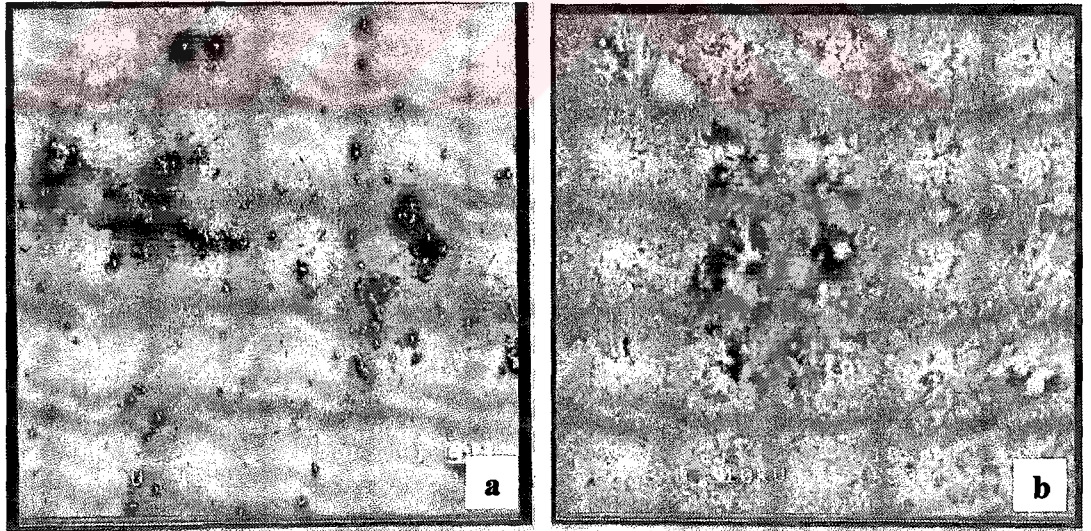
Şekil 4.16. Nitrüleme işlemi sonrası plazma ortamında farklı sürelerde yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin akım yoğunluğu-potansiyel grafiği



Şekil 4.17. Nitrüleme işlemi sonrası fırın ortamında 1 saat ve 4 saat yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğinin akım yoğunluğu-potansiyel grafiği

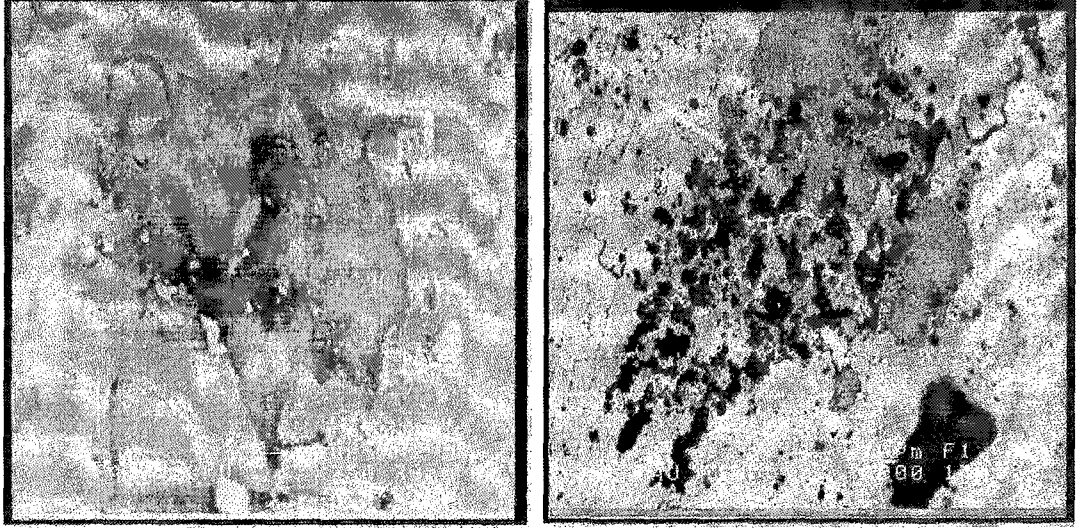
Şekil 4.18, 4.19, 4.20 ve 4.21'de nitrülenmiş, nitrüleme işlemi sonrası su verilmiş ve farklı ortam ve sürelerde yaşlandırılmış numunelere ait korozyon resimleri verilmiştir.

Yapılan metalografik incelemeler sonucunda tüm numunelerde etkin korozyon mekanizmasının çukurcuk tipi (pitting) korozyon olduğu gözlemlenmiştir. Korozyonun bu tipinde metal yüzeyinde çeşitli şekil ve boyutlarda çukurlar meydana gelir. Metal yüzeyinde anot ve katot diye birbirinden ayrı iki bölge oluşur ve bu bölgeler birbirinden kesin sınırlar ile ayrılmışlardır. Anot metal yüzeyinde açılan çukurun içerisindeki dar bir bölge, katot ise çukurun çevresindeki geri kalan alandır. Korozyon sonucu çukur gittikçe derinleşerek metalin o noktadan kısa sürede tahrip olmasına sebep olur. Bu nedenle çukur tipi korozyon, bilinen en tehlikeli korozyon türüdür. Korozyonun çok dar bölgeler üzerinde yoğunlaşması nedeniyle derin ve dar oyuklar şeklinde meydana gelir. Şekil 4.18'de nitrürlenmiş ve su verilmiş numunenin korozyon sonrası genel mikro yapısı görülmektedir. Şekil incelendiğinde numune yüzeylerinde çukurcukların oluşumu rahatlıkla görülebilir. Oluşan çukurcuk formunun ise yüksek büyütme oranlarında oval karakterli olduğu dikkati çeken diğer bir noktadır. SEM görüntüleri üzerinde yapılan kantitatif ölçümler ile de bu çukurcukların boyutlarının ortalama olarak 50-80µm aralığında değiştiği görülmüştür.



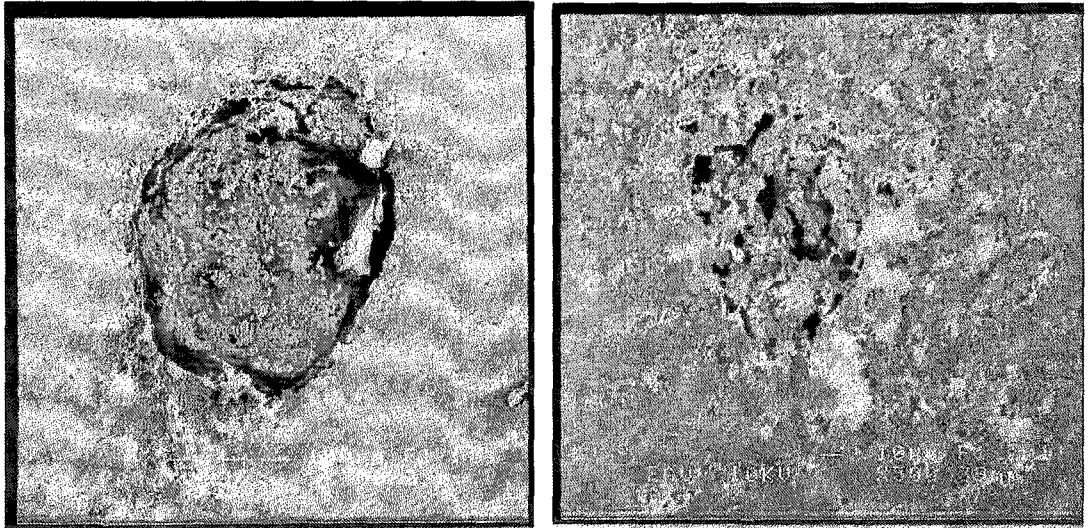
Şekil 4.18. Nitrürlenmiş (a) ve su verilmiş (b) AISI 4140 çeliğine ait korozyon resimleri

Şekil 4.19'da nitrüleme işlemi sonrası plazma ortamında 1 saat yaşlandırılan ve ardından yapılan korozyon testi sonucu oluşan numune yüzeyinin SEM mikro yapısı görülmektedir. Şekil incelendiğinde çukurcukların genellikle düzensiz karakterlerde olduğu ve boyutlarının ise ortalama 100-120µm aralığında değiştiği görülmektedir.



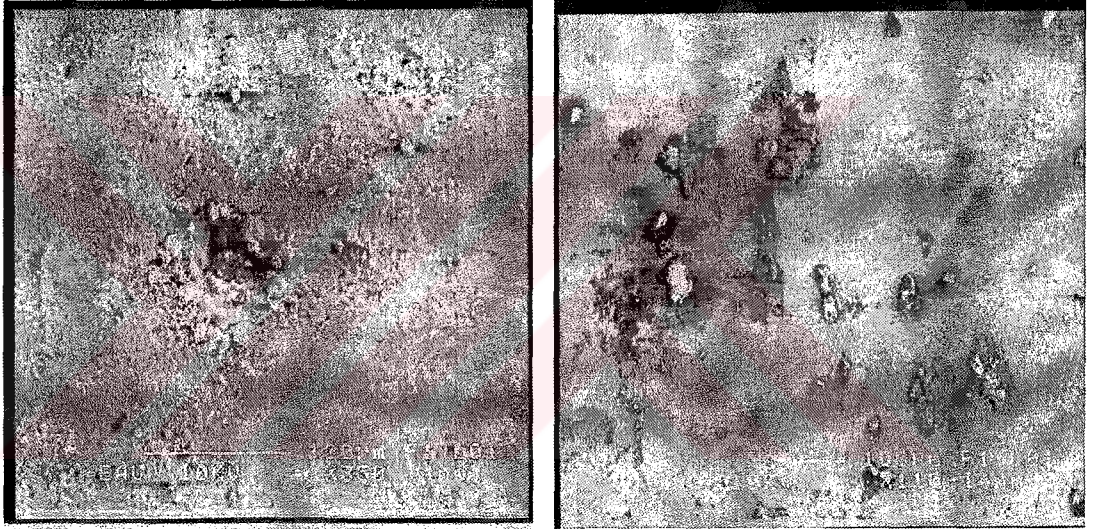
Şekil 4.19. Nitrürleme işlemi sonrası plazma ortamında 1 saat yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait korozyon resimleri

Şekil 4.20’de nitrürlemeyi takip eden yaşlandırma işlemi (plazma ortamında 4 saat) ve ardından yapılan korozyon testi sonucu numune yüzeyi görülmektedir. Şekillerde çukurcukların tam küresel formda oldukları ilk dikkati çeken noktalardandır. Çukurcuk boyutları ise ortalama 120-150 μ m arasında değişmektedir. Bu değerler aynı ortamda 1 saat süreyle yapılan yaşlandırma işleminde elde edilen değerlerden biraz daha büyüktür. Dolayısıyla genel olarak yaşlandırma süresi artımıyla bu çukurcukların büyümeye başladıkları ve şekillerininse daha düzenli yapılara dönüştüğü söylenebilir.



Şekil 4.20. Nitrürleme işlemi sonrası plazma ortamında 4 saat yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait korozyon resimleri

Şekil 4.21’de nitrüleme sonrası fırın ortamında 4 saat süreyle yaşlandırma işlemi uygulanmış numunenin polarizasyon testi sonucu genel numune yüzeyi görülmektedir. Şekillerde çukurcukların düzensiz şekillerde geliştiği, boyutlarının ise ortalama 30-50µm arasında değiştiği görülmektedir. Çalışma, fırın ortamında yaşlandırılmış numunelerin diğer numunelere göre çok daha küçük çukurcuk boyutlarına sahip olduğunu, ayrıca polarizasyon değerlerinin de plazma ortamında yapılan yaşlandırma işlemine göre korozyon açısından daha dirençli numunelerin elde edilmesine yardımcı olduğu bulunmuştur.



Şekil 4.21. Nitrüleme işlemi sonrası fırın ortamında 4 saat yaşlandırılmış AISI 4140 çeliğine ait korozyon resimleri

5. SONUÇLAR

Nitrürleme işlemi ile malzemelerin yorulma, aşınma ve korozyon direnci iyileştirilir. Tek başına nitrürlenmiş malzemenin özelliklerinin yeterli olmadığı durumlar da işlem sonrası çeşitli prosesler uygulanır. Bunlar post-oksidasyon, ince film kaplama ve yaşlanmadır. Bu çalışmada, AISI 4140 çeliği nitrürlendikten sonra fırın ve plazma ortamında farklı işlem sürelerinde yaşlanma işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen numunelerin iç yapı, sertlik, aşınma ve korozyon davranışları incelenerek, aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- Nitrürasyon işlemi sonrası yüzeyde beyaz tabaka ve altında difüzyon tabakası oluşmuştur. Elde edilen beyaz tabaka çok fazlı olup ϵ ve γ' fazlarından oluşmaktadır. Nitrürleme işlemi sonrası ϵ fazı, α -Fe'e dönüşmüş, yaşlanma işlemi sonrası da α'' fazı elde edilmiştir.
- Nitrürleme sonrası fırın ve plazma ortamında yaşlanma sonucu en yüksek sertlik 1 saatlik plazma ortamında yaşlanma sonucu elde edilmiştir. 1 saatlik işlem sonrası aşırı yaşlanma meydana gelerek sertlikte düşüş görülmüştür.
- Aşınma ve korozyon direnci en iyi nitrürleme sonrası plazma ortamında gerçekleştirilen 1 saatlik yaşlanma sonucu elde edilmiştir. Beyaz tabakanın doğasından dolayı aşınma esnasında abrazif partiküller meydana gelerek aşınma mekanizması, adheziften abrazife dönüşmüştür. Korozyon mekanizması ise çukurcuk korozyonudur.

Genel olarak en iyi sonuçlar nitrürleme işlemi sonrası plazma ortamında gerçekleştirilen 1 saatlik yaşlanma sonucu elde edilmiştir. 1 saatlik yaşlanma süresi klasik yaşlanma proseslerine göre oldukça düşüktür. Bu sürenin bu kadar kısa olması plazma ortamında difüzyonun daha hızlı olmasında ileri gelmektedir. Çünkü ortamdaki iyonların hiçbir engelle çarpmadan enerjilerini malzemeye aktarmaları ve işlemin başlangıcında itibaren malzemenin yüzey difüzyonuna maruz kalması yaşlanma süresini kısaltmıştır. Bu çalışma sayesinde yaşlanma işleminin plazma ortamında gerçekleştirilebileceği ve

yaşlanma sonucu elde edilen $\alpha''(\text{Fe}_{16}\text{N}_2)$ fazının aşınma ve korozyon direncini iyileştirdiği görülmüştür.



KAYNAKLAR

- Alsaran, A., Altun, H., Karakan, M. and Çelik, A., 2004. Effect of Post-Oxidizing on Tribological and Corrosion Behaviour of Plasma Nitrided AISI 5140 Steel. *Surface and Coatings Technology*, 176, 344-348.
- Böttger, A., Cheng, L., Frikkee, E., Keijser, T. and Mittermeijer, E.J., 1990. Occurrence of Incoherent α'' -Fe₁₆N₂ at Room Temperature in Iron-Nitrogen Martensite Observed by Neutron and X-Ray Diffraction. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 270, 247-254.
- Chu, C.L. and Wu, S.K., 1996. Ion Nitriding of Titanium Aluminides with 25-53 at. %Al I:Nitriding Parameters and Microstructure Characterization. *Surface and Coating Technology*, 78, 211-218.
- Çelik A., Alsaran, A., and Karakan, M., 2005. Plasma Assisted Thermochemical Treatments. Novapress, Chapter 7, USA.
- Çelik, A., Efeoğlu, İ., Alsaran, A. ve Karakan, M., 1999. İyon Nitrürasyonda Demir Nitrür Oluşumunun İncelenmesi. MAMTEK, Manisa.
- Çelik, A., Karakan, M. ve Alsaran, A., 2000. Gaz Karışımlarının İyon Nitrürleme Üzerine Etkisinin Araştırılması. DEÜ Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi, 2, 87-94.
- Çelik, A., Alsaran, A. ve Karakan, M., 2002. Plazma ile Termokimyasal Yüzey İşlemleri. *Mühendis ve Makina*, 43/510, 17-21.
- Edenhofer, B., 1974a. Physical and Metallurgical Aspect of Ionitriding. *Heat Treatment of Metals*, 2, 23-28.
- Edenhofer, B., 1974b. Physical and Metallurgical Aspect of Ionitriding. *Heat Treatment of Metals*, 2, 59-67.
- Fall, I. and Genin, J.M.R., 1996. Mössbauer Spectroscopy Study of the Aging and Tempering of High Nitrogen Quenched Fe-N Alloys: Kinetics of Formation of Fe₁₆N₂ Nitride by Interstitial Ordering Martensite. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27A, 2160-2177.
- Figueroa, U., Oseguera, J. and Schabes-Retchkiman, P.S., 1996. Growth Kinetics of Concomitant Nitride Layers in Post-Discharge Conditions: Modeling and Experiment. *Surface and Coating Technology*, 86-87, 728-734.
- Gavriljuk, V.G., Nadutov, V.M. and Ullakko, K., 1991. Low Temperature Ageing of Fe-N Martensite. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25, 905-910.
- Gavriljuk, V.G., Tarasenko, A.V. and Tyshchenko, A.I., 2000. Low Temperature Ageing of the Freshly Formed Fe-C and Fe-N Martensites. *Scripta Materialia*, 43, 233-238.
- Gontijo, L.C., Machado, R., Miola, E.J., Casteletti, L.C. and Nascente, P.A.P., 2003. Characterization of Plasma-Nitrided Iron by XRD, SEM, XPS.
- Han, K.H. and Song, Y.K., 1999. Structure of Freshly Formed and Low Temperature Aged Fe-N Austenites, *A260*, 246-251.
- Hinojosa, G., Oseguera, J., Salas, O. and Schabes-Retchkiman, P.S., 1995. Microscopical Characterization of α'' -Fe₁₆N₂ Obtained by Plasma Assisted Process. *Scripta Materialia*, 34, 141-145.

- Hinojosa, G., Oseguera, J. and Schabes-Retchkiman, P.S., 1999. Phase Identification During Aging of Some Nitrided Ferrous Materials. *Thin Solid Films*, 349, 171-175
- Jiraskova, Y., Havlicek, S., Schneeweiss, O., Perina, V. and Blawert, C., 2001. Characterization of Iron Nitrides Prepared by Spark Erosion, Plasma Nitriding and Plasma Immersion Ion Implantation. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 234, 477-488.
- Karadeniz, S., 1990. Plazma Tekniđi. TMMOB Makine Mühendisleri Odası, Yayın No:137.
- Karakan, M., 2004. Plazma Nitrokarbürlenen AISI 4140 ve AISI 1020 Çeliklerinin Yapısal, Mekanik ve Tribolojik Özelliklerinin Araştırılması. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Kurny, A.S.W., Mallya, R.M. and Mohan Rao, M., 1986. A Study on the Nature of the Compound Layer Formed During the Ion Nitriding of En40B Steel. *Materials Science and Engineering*, 78, 95-100.
- Liapina, T., Leineweber, A. and Mittemeijer, E.J., 2003. Nitrogen Redistribution in ϵ/γ' -Iron Nitride Compound Layers Upon Annealing. *Scripta Materialia*, 48, 1643-1648.
- Liapina, T., Leineweber, A., Mittemeijer, E.J. and Kockelman, W., 2004. The Lattice Parameters of ϵ -Iron Nitrides: Lattice Strains due to a Varying Degree of Nitrogen Ordering. *Acta Materialia*, 52, 173-180.
- Miola, E.J., De Souza, S.D., Olzon-Dionysio, M., Spinelli, D. and Dos Santos, C.A., 1999. Nitriding of H-12 Tool Steel by Direct Current and Pulsed Plasmas. *Surface and Coatings Technology*, 116-119, 347-351.
- Nakata, K., Yamauchi, W., Akamatsu, K. and Ushio, M., 2003. Plasma Nitriding Behaviour of Low Carbon Binary Alloy Steels. *Surface and Coatings Technology*, 174-175, 1206-1210.
- Salas, O., Figuero, U., Palacios, M. and Oseguera, J., 1996. Mechanism of Phase Formation During Post-Discharge Nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 86-87, 332-337.
- Staines, A.M., 1985. Thermochemical Treatment in a Glow Discharge Environment. *Surface Engineering*, December, 739-744.
- Strafford, K.N., Smart, R.C., Sare, I. and Subramain, C., 1995. *Surface Engineering*. Technomic Publishing Company, USA.
- Sun, Y. and Bell, T., 1991. Plasma Surface Engineering of Low Alloy Steel. *Materials Science and Engineering*, A140, 419-434.
- Savaşkan, T., 2000. Malzeme Bilgisi ve Muayenesi. Derya Kitabevi, 284 s, Trabzon Türkiye
- Tsubakino, H., Ando, M., Yamamoto, A., Fukumoto, S., Terasawa, N. and Mitamura, T., 1998. Formation of Fe_{16}N_2 in Iron Sheet by Ion Implantation Method. *Materials Chemistry and Physics*, 54, 301-304.
- Van Genderen, M.J., Böttger, A. and Mittemeijer, E.J., 1997. Formation of α'' Iron Nitride in FeN Martensite: Nitrogen Vacancies, Iron-Atom Displacements, and Misfit-Strain Energy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 28A, 63-77.

ÖZGEÇMİŞ

1981 yılında Erzurum'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Erzurum'da tamamladı. 1998 yılında girdiği Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makina Mühendisliği Bölümü'nden 2002 yılında mezun oldu. 2002 yılında Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makina Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans öğrenimine başladı.

2004 yılı Aralık ayından beri Atatürk Üniversitesi Aşkale Meslek Yüksekokulu Doğalgaz Isıtma Sıhhi Tesisat Bölümünde Okutman olarak çalışmaktadır.

