

166773

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**DÜŞÜK SICAKLIKTA YAPILAN PLAZMA
NİTRÜRLEME İŞLEMİNİN 316L OSTENİTİK
PASLANMAZ ÇELİĞİNİN MALZEME
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Müh. Mustafa Cem İĞDİL
503011111**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 2 Mayıs 2005
Tezin Savunulduğu Tarih : 2 Haziran 2005**

**Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Levent TRABZON
Diğer Jüri Üyeleri Yrd. Doç. Dr. Turgut GÜLMEZ
Yrd. Doç. Dr. M. Kürşat KAZMANLI**

Levent Trabzon
Turgut Gülmez
M. Kürşat Kazmanlı

MAYIS 2005

ÖNSÖZ

Tez çalışmamın her safhasında bana zaman ayıran, öneri ve yardımlarını esirgemeyen değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Levent TRABZON, hem deneysel çalışmalarında bana büyük yardımda bulunan hem de değerli katkılarıyla beni aydınlatan Yrd. Doç. Dr. Turgut GÜLMEZ, Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN, Yrd. Doç. Dr. M. Kürşat KAZMANLI'ya teşekkür ederim. Çalışmalarım sırasında her zaman yardımda bulunan Y. Müh. Canan GÜLERYÜZ, Y. Müh. Bahadır KEPENEK, Y. Müh. Murat Telli, Müh Erdem ARSLAN'a teşekkürü bir borç bilirim.

Maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen, haklarını hiçbir zaman ödeyemeyeceğim sevgili aileme teşekkür ederim.

Mayıs, 2005

Mustafa Cem İĞDİL



İÇİNDEKİLER

KISALTMALAR	iv
TABLO LİSTESİ	v
ŞEKİL LİSTESİ	vii
SEMBOL LİSTESİ	viii
ÖZET	ix
SUMMARY	x
1. GİRİŞ	1
2. NİTRÜRLEME	2
2.1. Nitrürleme Yöntemleri	2
2.1.1. Katı Nitrürleme	2
2.1.2. Sıvı Nitrürleme	2
2.1.3. Gaz Nitrürleme	3
2.1.4. Plazma (İyon) Nitrürleme	4
2.2. Klasik Yöntemlerde Karşılaşılan Sorunlar	4
2.3. Plazma (İyon) Nitrürleme	5
2.3.1. Beyaz Tabaka	8
2.3.2. Yayınım (Difüzyon) Tabakası	9
2.3.3. Alaşım Elementlerinin Etkisi	10
2.3.4. İyon Nitrürlemenin Klasik Nitrürleme İle Karşılaştırılması	11
2.4. 316L Ostenitik Paslanmaz Çelik	13
3. NİTRÜRLEME VE DİĞER DENEY AŞAMALARI	14
3.1. Nitrürleme Aşaması	14
3.2. Parçaların Parlatılması	15
3.3. Nitrürleme	16
3.4. Vickers Sertlik Ölçme Cihazı	18
3.5. Ultra Mikrosertlik Ölçümleri	20
3.6. Yüzey Profilometresi	21
3.7. Düşük Açılı X-ray Işınları Difraktometresi	21
4. DENEY SONUÇLARININ İRDELENMESİ	22
4.1. Yüzey Pürüzlülüğü ve AFM Fotoğrafları	22
4.2. X-ray Işınları Ölçümleri	26
4.3. Sertlik Ölçümleri	30
5. SONUÇLAR	41
KAYNAKLAR	43
ÖZGEÇMİŞ	45

KISALTMALAR

AFM	:Atomic Force Microscope
AKM	:Atomik Kuvvet Mikroskobu
DC	:Doğru akım
YMK	:Yüzey merkezli kübik
VSD	:Vickers sertlik



TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 2.1. Bazı paslanmaz çeliklerin yüzde kimyasal bileşimi.....	13
Tablo 2.2. 316L paslanmaz çeliğin mekanik özellikleri.....	13
Tablo 3.1. %10 N ₂ ve 450 C° de yapılan nitrürleme işlemlerinin süreleri.....	17
Tablo 3.2. 1 saat süre ile yapılan nitrürlemelerin işlem parametreleri.....	17
Tablo3.3. Yapılan nitrürleme işlemleri.....	18
Tablo 4.1. %10 N ₂ ve 450 C° de nitrürlenен numunelerin parlatıldıktan sonraki yüzey pürüzlülüğü.....	24
Tablo 4.2. 1 saat nitrürleme yapılan numunelerin yüzey pürüzlülüğü.....	26

ŞEKİL LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 2.1 : Nitrürleme mekanizması.....	6
Şekil 3.1 : Nitrürleme mekanizmasının görünümü.....	16
Şekil 4.1 : %10 N ₂ ve 450 C°'de nitrürlenmiş numunelerin yüzey pürüzlülüğü.....	23
Şekil 4.2 : 1 saat nitrürlenmiş parçaların yüzey pürüzlülüğü değerleri.....	23
Şekil 4.3 : Nitrürlenmemiş numunenin AKM fotoğrafı.....	25
Şekil 4.4 : 240 dakika %10 N ₂ oranındaki ortamda 450 C°'de nitrürlenmiş numunenin AKM fotoğrafı.....	25
Şekil 4.5 : X-ray ışını ölçümünde kullanılan açılar.....	26
Şekil 4.6 : %10 N ₂ ve 450 C°'de nitrürlenmiş numunelerin 2° ile yapılan x-ray ışını ölçümü 2θ değerleri.....	27
Şekil 4.7 : 1 saat nitrürleme yapılan numunelerin 2° açı ile yapılan x-ray ölçümleri 2θ değerleri.....	28
Şekil 4.8 : %10 N ₂ ve 450 C°'de nitrürlenmiş numunelerin kafes sabiti...	28
Şekil 4.9 : 1 saat nitrürlenmiş numunelerin kafes sabiti değerleri.....	29
Şekil 4.10 : Nitrürlenmemiş ve %10 N ₂ ve 450 C°'de nitrürlenmiş numunelerin ultra mikro sertlik cihazıyla ölçülmüş sertlik değerleri.....	30
Şekil 4.11 : Nitrürlenmemiş ve %10 N ₂ ve 450 C°'de nitrürlenmiş numunelerin derinliğe bağlı Vickers sertliği değerleri.....	31
Şekil 4.12 : 1 saat nitrürlenmiş numunelerin derinliğe bağlı Vickers sertlik değerleri.....	32
Şekil 4.13.a : Kuvvet - derinlik (F-s) grafiği.....	34
Şekil 4.13.b : Nitrürlenmemiş ve %10 N ₂ ve 450 C°'de 60, 120 ve 240 dakika nitrürlenmiş numunelerin ultra mikro sertlik ölçümleri ile elde edilmiş kuvvet derinlik (F- s) grafiği.....	34
Şekil 4.14 : Nitrürlenmemiş ve %10 N ₂ ve 450 C°'de nitrürlenmiş numunelerin ultra mikro sertlik ölçümleri ile elde edilmiş dF/ds-s grafiği.....	35
Şekil 4.15 : Nitrürlenmemiş ve 1 saat nitrürlenmiş numunelerin ultra mikro sertlik ölçümü ile elde edilmiş dF/ds – s grafiği.....	36
Şekil 4.16 : %10 N ₂ ve 450 C°'de nitrürlenmiş numunelerin hem ultra mikro sertlik ölçümüyle hem de vickers sertlik ölçümü ile elde edilmiş nitrür kalınlığı değerleri.....	37
Şekil 4.17 : %10 N ₂ ve 450 C°'de nitrürlenmiş numunelerin elastisite modülü değerleri.....	38
Şekil 4.18 : 1 saat nitrürleme yapılmış numunelerin elastisite modülü değerleri.....	38
Şekil 4.19 : %10 N ₂ ve 450 C°'de yapılan nitrürlenmeler sonucu elde edilen süneklik değerleri.....	39

Şekil 4.20	: 1 saat süre çeşitli gaz oranları ve sıcaklıklarda yapılmış nitrürlemeler sonucu elde edilen süneklik değerleri.....	40
Şekil 4.21	: %10 N ₂ , 450 C°'de 240 dakika nitrürlenen numunenin kesitinden yapılan ölçümler sonrası elde edilen sertlik ve süneklik değerleri.....	40



SEMBOL LİSTESİ

A	: Alanı
a	: Kafes sabiti
c	: Geometrik faktör
d	: Düzlemler arası uzaklık
d₁, d₂	: Sertlik ölçümü sırasında oluşan izin köşegen uzunlukları
e	: Özgül enerji artışı
E	: Elastiklik modülü
F	: Uygulanan kuvvet
h, k, l	: İndis
H	: Sertlik,
k	: Sertlik ölçme ucunun şekil faktörünü
K_i, K_f	: Işın
N	: Sabit
S	: Batma derinliğini
V	: Hacmi
W	: Aktarılan enerji ile gösterilecek olursa
W_p	: Plastik deformasyonun enerjisini
W_e	: Elastik deformasyonun enerjisini
$\bar{w}$	: Ortalama enerji artışını
a	: Ferrit yapısındaki çelik
a''	: Fe ₁₆ N ₂
γ'	: Fe ₄ N
γ	: Nitrürlenmemiş kristal yapısı
γ	: Poison oranı
γ_n	: Nitrürlenmiş kristal yapısı
ε	: Fe ₂ N ve Fe ₃ N
ε-karbonitrürü	: Fe ₂₋₃ C _x N _y nitrürü
ε_k	: Kopma uzaması
λ	: Dalga boyu
θ_i, θ_f	: Işının yatayla yaptığı açılar
σ_{0,2}	: Akma dayanımı
σ_Ç	: Çekme dayanımı

DÜŞÜK SICAKLIKTAKI YAPILAN PLAZMA NİTRÜRLEME İŞLEMİNİN 316L OSTENİTİK PASLANMAZ ÇELİĞİNİN MALZEME ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Nitrürleme işlemleri yapılırken amaç, mükemmel korozyon dayanımına sahip 316L ostenitik paslanmaz çeliğin, bu özelliğini kaybetmeden, yüzeysel mekanik ve malzeme özelliklerini geliştirmektir. 400-500 C° arasında yapılan deneyler için, yüzey özelliklerini geliştirmek amacıyla kullanılan yöntemlerden biri olan, plazma nitrürleme seçildi. CrN oluşumunun korozyon dayanımını düşürdüğünden, ostenit yapısının azot ilgisinden yararlanarak CrN fazları oluşmamış nitrürlemeler yapıldı.

Bu çalışmada, 316L ostenitik paslanmaz çelik malzeme plazma nitrürleme yöntemi ile nitrürlendi. Nitrürleme sonrasında numunelerin çeşitli malzeme özelliklerindeki değişim incelendi. Nitrürlemeler farklı N₂ – H₂ gaz karışımında, çeşitli sıcaklık ve nitrürleme sürelerinde tekrarlandı. Nitrürleme işlemlerinin bir kısmında %10 N₂ - %90 H₂ gaz karışımı ve 450 C° sabit parametreler olarak alınıp 15, 30, 60, 120, 240 dakikalık nitrürleme süreleri ile deneyler gerçekleştirildi. Diğer nitrürleme işlemleri nitrürleme süresi 1 saat süre ile sınırlandırılarak %5, %10 ve %25 N₂ içeren ortamlarda 400, 450 ve 500C°'lerde nitrürlemeler yapıldı. Nitrürleme sonrasında numunelere uygulanan testler ile sertlik, yüzey pürüzlülüğü, kafes sabiti ve elastiklik modülündeki değişimlerle nitrür kalınlığı ve faz oluşumları incelendi. Nitrürleme işlemleri sonucunda, malzemenin sertliğinde, yüzey pürüzlülüğünde, kafes sabitinde, elastiklik modülünde artış görüldü. 500 C° ve %25 azot içeren ortamda yapılan nitrürlemeler haricinde CrN oluşumuna rastlanmadı. Nitrür tabakasının sertliğinin nitrürleme sıcaklığı, nitrürleme süresi ve azot gazının oranına bağlı olarak değişmediği ve sabit bir değere sahip olduğu görüldü. Elastiklik modülündeki artış miktarının nitrürleme koşullarına göre değişmediği dikkat çekti.

STUDY ON MATERIAL PROPERTIES OF 316L AUSTENITIC STAINLESS STEEL AFTER LOW TEMPERATURE PLASMA NITRIDATION

SUMMARY

One of the main goals is increasing the mechanical and material properties on the surface of 316L austenitic stainless steel without deterioration of its excellent corrosion properties. The plasma nitriding, which is a common surface processing method used to improve surface properties at temperatures between 400 – 500 °C, is one of the promising one. When CrN precipitation occurs, there is a deterioration of corrosion properties. Thus, there is a great interest of introducing nitrogen atom into lattice of 316L austenitic stainless steel so there is no precipitation of CrN.

In this study, 316L austenitic stainless samples were plasma nitrided in different temperature, gas mixture and nitridation time. Some of nitridation experiments were performed at %10 N₂ - %90 H₂ gas mixture and 450 °C (low temperature) nitridation temperature with a duration of 15, 30, 60, 120 and 240 minutes separately. In other case, the nitridation process is on only one hour. Three different gas mixtures of %5, %10 and %25 N₂ were used in the second case at 400, 450 and 500 C°. After nitridation, mechanical properties were examined by vickers and surface profilometer. Material properties were studied by x-ray diffraction. Surface hardness, roughness, modules of elasticity and lattice constant of austenite matrix are seen to be increased after the plasma nitriding. CrN forming is not seen except for nitriding condition with more than %25 nitrogen by volume and temperature higher than 450 C°. Hardness of nitrided layer is seen to be same in different conditions if the substrate effect is eliminated. The change of modules of elasticity is same after different plasma nitriding conditions.

1. GİRİŞ

Yapılan araştırma termo-kimyasal bir işlem olan nitrürlleme çalışmalarını ve bunun sonucu malzemede oluşan değişimleri içermekte. İleri seviye yüzey işleme yöntemi olan nitrürlleme, 100 yıldan fazla süredir uygulanmakta. Nitrürlleme yapılmış yüzeyin sertliğinin arttığı, aşınma direncinin yükseldiği bilinen sonuçlardır. Bunların yanı sıra, oluşan değişimlerin yüzeyde meydana gelmesi, parçaların iç kısımlarında, görece daha yumuşak ve tok bir malzeme kalması, darbe dayanımı yüksek parça üretimini sağlamakta. Nitrürlleme ile oluşan artık gerilmeler yorulma dayanımını arttırmaktadır.

Nitrürlleme, düşük veya yüksek alaşımlı çeliklere, dökme demirlere, Alüminyum, Titanyum gibi malzemelere uygulanabilmekte. Demir esaslı malzemelere yapılan nitrürlleme işlemleri genellikle 500 – 600 C° sıcaklık aralığında yapılmakta ve azot atomlarının malzeme yüzeyinden içine difüze olması sağlanmaktadır. Yapılan nitrürlleme işleminin süresi, elde edilmek istenen nitrür tabakası kalınlığı, kullanılan nitrürlleme yöntemi, nitrürlenecek malzeme gibi bir takım faktöre bağlıdır.

Yapılan çalışma, klasik yöntemlerin dezavantajlarının yanı sıra plazma nitrürlleme yönteminin araştırmaya daha açık olması nedeniyle plazma nitrürlleme yöntemiyle yapılmıştır. Çalışma sırasında 500 C°'nin altındaki, düşük sıcaklık olarak adlandırılan, farklı sıcaklık değerlerinde yapılmıştır. Nitrürlleme sırasında çeşitli oranlarda N₂ – H₂ gaz karışımı kullanıldı. Nitrürlleme süresi olarak, deney parameterleriyle elde edilebilecek sonuçlar göz önüne alınmıştır. Bu amaçla, nitrürllemelerin bir kısmı 1 saatlik sürelerde yapılırken, bir kısmı 15 - 240 dakika arasında çeşitli sürelerde yapıldı. Nitrürllemeler 316L ostenitik paslanmaz çelik malzemeden yapılmış numunelere uygulandı.

Nitrürlleme sonrasında, numunelerin yüzey pürüzlülüğü, sertliği değişimleri incelendi. Bunların yanı sıra yapılan ölçümlerle elastisite modülü, faz oluşumu, kafes sabitleri incelendi.

2. NİTRÜRLEME

Nitrürleme, azotun malzeme içine difüzyonu ile parçanın yüzeyine yakın bölgedeki kısmının yapısının değiştirilmesi ilkesine dayanan yüzey işleme metodudur. Nitrürleme işlemi çoğunlukla çeliklere uygulanmakla birlikte, alüminyum, titanyum ve alaşımları ile sinter malzemelere de uygulanabilmektedir. İşlem, malzeme ve uygulanmak istenen nitrür tabakası kalınlığına bağlı olmak üzere, özellikle çelikler için konuşmak gerekirse yaklaşık olarak 500 C° ve üzerindeki sıcaklıklarda uygulanır ve parçaya, nitrürleme yöntemine bağlı olarak, amonyak (NH₃), N₂-H₂ gaz karışımı veya sodyum (NaCN), potasyum (KCN) siyanür tuzları kullanılarak azot difüze edilir. Nitrürleme sonucu parça yüzeyinin sertlik, yüzey dayanımı, aşınma direnci, korozyona karşı dayanımı gibi değerlerinde artış görülür. Nitrürlemenin termokimyasal bir işlem olması, işlem gören malzemenin yüzeye yakın kısımlarında kimyasal bileşiminin değişimine neden olmaktadır. Bunun sonucu ince olmayan parçalarda, parça içi ile parça yüzeyi farklı özellikler göstermektedir. Nitrürleme işlemi, klasik yöntemler olarak bilinen ve temelde kullanılan üç yöntem (katı, sıvı ve gaz yöntemleri) ile yapılmakla birlikte, son yıllarda geliştirilen plazma (iyon) nitrürlemede uygulanmaya başlanmıştır.

2.1 Nitrürleme Yöntemleri

2.1.1 Katı Nitrürleme

Katı nitrürasyon, nitrürlenmek istenen parçaların nitrürasyon tozlarıyla birlikte fırına yerleştirilerek uygun sıcaklıklara kadar ısıtılması prensibine dayanmaktadır. Bu yöntemde uzun nitrürleme süreleri seçilmesi durumunda parça yüzeylerinde kabarma ve kopmalar şeklinde deformasyonlar görülmektedir. Bu yüzden nitrürleme süreleri 12 saatin altında tutulur. [1]

2.1.2 Sıvı Nitrürleme

Sıvı nitrürlemede parçaların nitrürlenmesinde erimiş potasyum (K) ve sodyum (Na) siyanür tuzları kullanılmaktadır. Siyanür banyosunda 500-600 C° sıcaklık aralığında

siyanür tuzlarındaki karbon (C) ve azot (N) çeliğe difüze olur. Siyanür tuz banyosu sırasında çeliğe karbonun difüze olması bazı çekinceler oluşturabilmesine karşın işlem sıcaklığı dikkate alınır, çeliğin bu sıcaklıkta $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ şeklinde bulunuyor olması tuz oranının yüksek tutulmaması şartı ile karbon difüzyonunun önemli oranda olmayacağı düşünülebilir. Karbon difüzyonu nedeniyle yapıda ϵ -karbonitrürü ($\text{Fe}_{2-3}\text{C}_x\text{N}_y$) oluşur [2].

Düşük karbonlu alaşımsız çeliklerde sıvı nitrürleme yapılırken bazı noktalara dikkat etmek gerekir. Nitrür süresinin kısa seçildiği durumlarda malzeme hızlı soğutulursa demir nitrürün oluşmaması sonucu azot, demir kafeslerinde aşırı çözünmüş olarak kalır. Çok ince bir tabaka halinde oluşan katı çözelti sertleşmesi, aşınmaya dayanıklılığın istenilen değere çıkmamasına neden olur. Bununla birlikte, oluşan basınç gerilmelerinden dolayı yorulma dayanımı önemli oranda artar [2]. Sıvı nitrürlemeyle nitrür tabakası kalınlığı büyük nitrürlemeler yapılamaz. Fakat ekonomik olması, malzemenin çabuk ısınmaması, çekirdeğin aşırı temperleme ile yumuşaması gibi sorunlar oluşmaz. Bununla beraber nitrürleme süresinin uzaması ile parça yüzeyinde boşluklar oluşabilmekte. Bunu engellemek için tuz banyosuna hava veya oksijen (O_2) verilerek, siyanat (CNO) homojenliği düzenlenerek parça yüzeyindeki boşluk oluşumu kontrol altına alınmakta.

2.1.3 Gaz Nitrürleme

Gaz nitrürlemede parçaların nitrürlenmesi için amonyak (NH_3) gazından yararlanılmaktadır. Fırında 500-550 C° sıcaklık aralığına getirilen parça, amonyak



şeklinde ayrışması ile oluşan azot malzemeye difüze olur. Ayrışan amonyakın oranı % 15-30 arasındadır. Difüze olan azot dışında kalan gaz karışımı ortamdan uzaklaştırılırken, bir yandan da ortama sürekli olarak amonyak takviyesi yapılır. Burada unutulmaması gerekenlerden biri de amonyakın, hava ile karışımının patlayıcı özellikte olduğudur. Bundan dolayı fırın 150 C°'nin üzerinde açılması gerekirse azotla süpürme yapılmalıdır [2]. Nitrürleme süresi 12 ila 120 saat arasında değişebilmektedir. Nitrürleme süresinin uzun tutulması durumunda parçanın ısınmasıyla oluşan aşırı temperleme, yumuşamaya neden olabilmektedir. Bu göz

önüne alınarak malzemenin ıslahında kullanılan temperleme sıcaklığının seçimine dikkat edilmelidir [1].

2.1.4 Plazma (İyon) Nitrürleme

Azot gazına elektrik enerjisi verilerek, iyonlaştırılıp, hızlandırılarak parça yüzeyine çarptırılması şeklinde oluşan nitrürleme yöntemidir. Son yıllarda yapılan plazma nitrürleme çalışmaları ile bu konuda büyük ilerlemeler katedilmiştir. Diğer nitrürleme yöntemlerine göre avantajlı yanlarının olması, tercih sebebi olmasını sağlamaktadır.

2.2 Klasik Yöntemlerde Karşılaşılan Sorunlar

Klasik nitrürleme işlemlerinde, yöntemin uygulama şeklinden doğan bazı kısıtlamalar vardır. Bu durumlara dikkat edilmemesi halinde işlem sırasında veya sonunda, sırasıyla aşağıda açıklandığı gibi, istenmeyen durumlarla karşılaşılır.

1. Klasik nitrürleme işlemlerinde, işlem sırasında sıcaklığın yüksek tutulması, parçalarda çarpılma (parçanın boyutsal veya geometriksel deformasyona uğraması) riskini ortaya çıkarmakta. Parça şekline bağlı olarak bu riskin önemli oranda olabileceğine dikkat edilmeli, özellikle boyutsal kararlılık istenen parçalarda nitrürleme işleminin sorun olabileceği göz ardı edilmemelidir [1].

2. Nitrürleme işlemi sonrasında iki nitrür tabakası oluşur. Yüzeye daha yakın olan ve beyaz tabaka olarak adlandırılan kısım, nitrürlenmiş parçanın çalışma ortamına bağlı olarak istenmiyor olabilir. Klasik nitrürleme yöntemlerinde, beyaz tabaka oluşumunun veya oluşan beyaz tabakanın kalınlığının tam olarak kontrol edilememesi sorunlara yol açmaktadır. Oluşan beyaz tabakanın sonradan giderilmesi ise hem maliyetin hem de üretim zamanının artmasına neden olmaktadır [1].

3. Nitrür tabakasının kalın tutulmak istenmesi durumunda, nitrürleme işlem süresinin artması, klasik nitrürleme işlemlerinin herbiri için ayrı sorunlara neden olmaktadır. Katı nitrürlemede 12 saatin üzerinde yapılan işlemlerde, parça yüzeyinde pul pul dökülmeler olabilir, yüzey deformasyona uğrayabilir. Nitrürleme süresinin uzaması, sıvı nitrürleme yöntemi ile yapılan nitrürleme sonucu, parça yüzeyinde boşluk oluşumuna neden olmaktadır [1]. Sıvı nitrürlemeyle 0.5 mm'lik nitrür

tabakasını oluşması için 10 saatlik bir nitrürleme süresine ihtiyaç duyulmaktadır [2]. Nitrürlemenin, gaz nitrürleme yöntemiyle yapılması durumunda, yüksek sıcaklıklarda uzun süre bekleyen malzemenin aşırı menevişleme etkisine maruz kalması ve çekirdek yumuşamasının görülmesine sebep olmaktadır [1]. Gaz nitrürleme metodu ile 50 saatlik nitrürleme işlemi sonrasında 0.5 mm'lik nitrür kalınlığı elde edilebilmektedir [2].

4. Klasik nitrürleme işlemlerinde, nitrürlenecek parçanın sıcaklığının artırılması için fırın kullanılmaktadır. Kullanılan fırının boyutlarının nitrürlenecek parça boyut ve sayısı üzerinde sınırlayıcı bir etki göstermesi, ayrıca fırının ısıtılması ve soğutulması sırasında gereken enerji ve geçen süre, maliyeti ve işlem süresini arttırmaktadır.

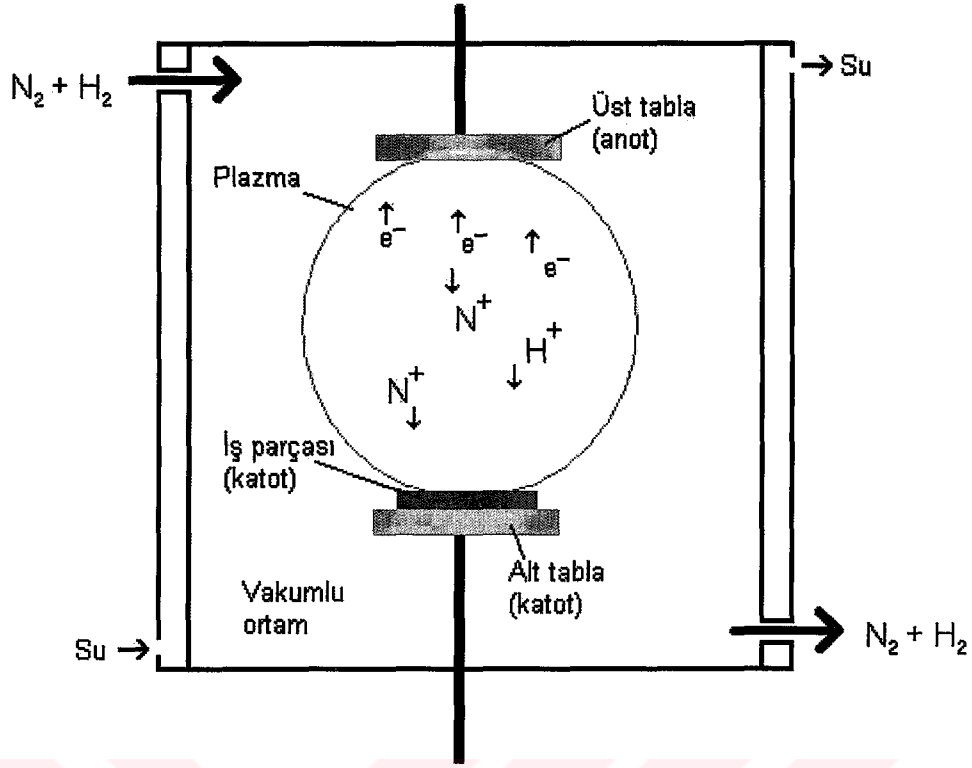
5. Klasik nitrürleme işlemlerinden, gaz ve sıvı nitrürleme işlemlerinin sonucunda oluşan atıklar zehirli olduğundan çevre açısından sorun yaratabilmektedir. Gaz nitrürleme işlemi sırasında kullanılan amonyağın hava ile karışımının patlayıcı özellikte olması nitrürleme işlemi sırasında kaza riskini arttırmakta, işlemlerin daha dikkatli yapılmasını gerektirmektedir. Bunun gibi, atıkların saklanması, taşınması durumları için özel teçhizat kullanılması maliyeti de arttırmaktadır.

2.3 Plazma (İyon) Nitrürleme

100 yıllık bir geçmişi olan klasik (katı, sıvı, gaz) nitrürleme yöntemlerine karşı, plazma nitrürleme yöntemi 20-30 yıllık bir geçmişe sahiptir. Adını işlem sırasında kullanılan azot veya gaz karışımının oluşturduğu plazmadan alan yöntemde, temel prensip, vakumlu bir ortamda, azot atomlarının elektrik verilerek iyonlaştırılması ve katot (negatif kutup) olarak yerleştirilen parça yüzeyine çarptırılmasıdır. Bu işlem 1-10 mbar basınçlı, vakum ortamında, 400-1000 V gerilim altında uygulanan doğru akımın (DC) azotu



iyonlarına ayırması ve iyon haline gelen azot atomlarının malzeme yüzeyine çarparak difüze olmaları ile gerçekleşir. Doğru akımın kullanılması plazma ortamının sürekliliğini sağlamak içindir.



Şekil 2.1: Nitrürleme mekanizması

Şekil 2.1’de, nitrürleme mekanizmasını temel alarak, nitrürlemek istenilen parçalar, vakumlu ortamı yaratabilmek için, kapalı bir kap içine yerleştirildikten sonra kap içindeki hava dışarıya atılır. Kap içindeki vakumun sağlanmasından sonra ortama verilen azot, elektrik enerjisi yardımıyla iyonlaştırılır ve plazma oluşması sağlanır. Plazma içindeki pozitif yüklü azot iyonları negatif kutup (katot) halindeki parça yüzeyine çarpar. Bu çarpma sırasında azot, iyonlaşırken aldığı fazla enerjisini parçaya geçirirken, hem bu enerji hem de çarpmanın etkisi ile malzeme yüzeyine difüze olur. Kullanılan gaz N_2 , $N_2 + H_2$ gaz karışımı veya amonyak (NH_3) olabilir.

Nitrürlemede amonyak (NH_3) kullanılabileceği gibi, işlem sırasında sadece azot gazı (N_2) veya azotun (N_2) yanında hidrojen (H_2), argon (Ar) gibi malzeme ile etkileşime girmeyecek gazlar da kullanılabilir. Hidrojen (H_2) gazı kullanılarak yapılan nitrürlemede, vakumlu ortama yerleştirilmiş parçalar ilk olarak, sadece hidrojen gazının ortama verilmesi ve enerji uygulanması sonucunda akım boşalımı (glow discharge) denilen ve parça yüzeyinin hidrojen bombardımanına tutulması olarak tanımlayabileceğimiz işleme maruz kalırlar. Akım boşalımı sırasında serbest kalan fazla enerjinin bir kısmı elektron saçılması şeklinde parça yüzeylerinde ışıma meydana getirmektedir. Oluşan bu ışığın rengi kullanılan gaza göre değişmektedir. Parça yüzeyinin temizlenmesi aşamasında kullanılan hidrojen (H_2) gazı açık mavi bir

renkte ışık görülmesine sebep olurken, nitrürleme aşamasına geçildiğinde ortama giren azot (N_2) atomlarının etkisiyle ışığın rengi mor renge dönüşür. Bu renk farkının nedeni ise, her gazın fazla enerjisini verirken açığa çıkan enerjinin farklı olması ve bunun da ışımanın dalga boyunun farklı değerler almasına sebep olmasıdır. Kullanılan gazın, ışıma sırasında oluşan ışığın rengini değiştirmesinden başka nitrürlemeyi etkileyici özelliklerinin de bulunduğu bilinmektedir. Ortamda sadece hidrojen (H_2) bulunuyor olması, malzemeye herhangi bir azot difüzyonu olmaması anlamına geldiği gibi hidrojenin paslanmaz çelikte etkileşime girmemesi sonucu parçaya hidrojen difüzyonu olmamasını da sağlamaktadır. Bunun yanı sıra, hidrojen (H_2) atomlarının parça yüzeyine çarpmaları sırasında parça yüzeyindeki yağ, oksit tabakası gibi nitrürlemeyi olumsuz etkileyebilecek katmanların malzeme yüzeyinden uzaklaştırılmasını sağlar [2-7]. Hidrojenin (H_2) böylelikle azot difüzyonunu kolaylaştırıcı etkide bulunduğu, 430 C° gibi düşük sıcaklıklarda da azot difüzyonunu arttırıcı etkileri bilinmektedir [6].

İşlem sırasında kap içindeki gaz, 1 ila 10 Torr arasındaki düşük basınç altında tutularak plazma oluşumunun kolaylaştırılması sağlanır. Basınç değerinin iyi ayarlanması gerekir. Basıncın çok düşük tutulması, ortamdaki gaz miktarında çok az olması anlamına gelmesinden dolayı hem plazma sürekliliği hem de nitrürleme oranı olumsuz etkilenir. Yeterli vakumun sağlanamaması durumunda ise oluşması istenilen plazma ortamı için gereken enerji miktarı artacaktır.

Nitrürleme sıcaklığı 400 ila 600 C° arasında değişebilmektedir. Diğer nitrürleme yöntemlerinde nitrürleme, 550 C° sıcaklığın altında pek yapılmazken, plazma nitrürlemeyle çok daha düşük sıcaklıklarda da başarılı nitrürleme işlemleri yapılabilmektedir. [6,7, 9-14] Sıcaklığın arttırılması diğer nitrürleme yöntemlerindeki gibi fırın yardımıyla değil, akım boşalımıyla parçaya geçirilen enerjiyle olmaktadır. Ortama verilen akım arttırılarak nitrürlenen parçaların sıcaklığı arttırılır. İşlem sırasında uygulanan gerilim, nitrürleme sıcaklığına bağlı olarak 400 – 1000 V arasında değişmektedir. Sıcaklık artışının yavaş olması istendiğinden plazma oluşumu için eşik bir değer diyebileceğimiz 400 V'luk gerilim verildikten sonra parçaların sıcaklığının artışının azalmasıyla akım yükseltilerek sıcaklık artışı bir değerde tutulmaya çalışılır. Nitrürleme için kullanılan gazın azot (N_2) veya amonyak (NH_3) olması durumunda sıcaklık artışı sırasında azot difüzyonu meydana gelirken,

$N_2 + H_2$ gaz karışımı kullanılması durumunda, sıcaklık artışı sırasında sadece hidrojen (H_2) ortama verileceğinden, azot (N_2) difüzyonu oluşmaz. Böylelikle sadece istenilen sıcaklıkta nitrürleme yapılmış olunur.

Gerek plazma nitrürleme gerekse diğer yöntemler ile yapılan nitrürleme sonrasında parça yüzeyinde oluşan nitrür, iki tabakadan oluşmaktadır. Yüzeyde beyaz tabaka adı verilen gevrek, sert ve nispeten ince olan kısım bulunurken, yüzeyden derine inildikçe görülmeye başlanılan kısım yaygın tabakasıdır.

2.3.1 Beyaz Tabaka

En dıştaki nitrür tabakası olan beyaz tabaka adını, nital (%3-5 HNO_3 + alkol) ile dağlandıktan sonra beyaz renkte görünmesinden dolayı alan kısımdır. Nitrürleme koşulları ve süresi ayarlanarak 20 μm kalınlığa kadar oluşumuna izin verilebilen bu tabaka sert, gevrek ve aşınmaya karşı dayanıklıdır. Kalınlığın daha fazla artırılması durumunda tabakada çatlaklar oluşabileceği ve bunun da yorulma dayanımını olumsuz etkileyeceği bilinmektedir. Beyaz tabakada, γ' (Fe_4N) ve ϵ (Fe_2N ve Fe_3N) fazları veya bunların karışımı görülebilmektedir. γ' (Fe_4N) yüzey merkezli kübik (YMK) yapıya sahipken, ϵ ($Fe_{2-3}N$) hegzagonal yapıdadır. Beyaz tabakanın sadece bu metaller arası bileşiklerden oluşuyor olması sertliğinin, malzemenin kimyasal bileşiminden bağımsız olmasını sağlamaktadır. Ayrıca beyaz tabakanın mekanik özellikleri, bu fazların bulunma miktarlarına ve tabakanın kalınlığına büyük ölçüde bağlıdır. Beyaz tabakada γ' (Fe_4N) fazının oluşumu, yumuşak ve sünek olması nedeniyle, aşınma dayanımının düşük, darbelere dayanıklı uygulamalarda tercih edilirken, ϵ ($Fe_{2-3}N$) fazının oluşumu, aşınma dayanımının yüksek olması istenen parçalarda tercih edilir. Her iki fazın birden oluşması durumunda fazların büyümelerindeki (hacimsel genişlemelerindeki) farktan dolayı iç gerilmeler oluşur. Ayrıca beyaz tabaka ile yaygın tabakası arasındaki arayüzün dayanımı da zayıftır. İç gerilmelerin oluşmasının yanı sıra kristal bağlarının da zayıf olması, ince tabaka oluşması ile beyaz tabakanın küçük yükler altında bile çatlamasına sebep olmaktadır. Bu yüzden beyaz tabakanın oluşumu yorulma çatlağı başlagıcını hızlandıracak düşünülerek özellikle değişken dinamik zorlanmalara maruz kalacak parçaların nitrürlenmesinde istenmez. Beyaz tabakanın istenmediği ancak nitrürleme sırasındaki şartlar dolayısıyla oluşması durumunda ek bir takım kimyasal veya mekanik işlemler uygulanarak, beyaz tabakanın kaldırılması mümkündür. Fakat bu işlemler pahalı ve

zor olmalarından dolayı hem maliyetleri hem de üretim zamanını artırır. Bunlar göz önüne alınarak beyaz tabakanın oluşmasını önlemek amacıyla bazı yöntemler geliştirilmiştir. Bunlardan biri olarak nitrürleme sırasında gaz karışımının ayarlanarak karışım içindeki azot oranının düşük tutulmasıdır. Azotun gaz karışımının %5'inden az olması durumunda beyaz tabaka oluşumu görülmemektedir. Bu durumda parça yüzeyinde krom, molibden, alüminyum, vanadyum, titanyum gibi malzemedeki alaşım elementlerinin nitrürlerinin oluşturduğu çökeltilerinin difüzyon tabakası görülür. Azot miktarı gaz karışımının %15'i ile %30'u arasında tutulursa γ' (Fe_4N) fazının tek fazlı olarak bulunduğu çok ince bir tabaka oluşumu görülür. Azot miktarı, gaz karışımının %60-70'i seviyelerinde ise, %1-3 oranında metan gaz karışımında bulundurularak oluşacak yapının ϵ (Fe_{2-3}N) kristalinden oluşması sağlanabilir. Nitrürleme süresinin artması beyaz tabakanın ve yayınma (difüzyon) tabakasının kalınlığının büyümesine neden olmaktadır. Beyaz tabaka oluşumunun önüne geçmek için kullanılan diğer bir yöntem ise kademeli nitrürleme olarak adlandırılan ve nitrürleme sırasında kullanılan azot miktarının işlem sonunda azaltılarak nitrürlemenin bitirilmesidir. Azotun azaltılmasının yanısıra, azotun tamamen kesilip, sadece soygaz kullanılarak (tercih edilen argon) ve sıcaklığın da bir süre korunması sağlanarak yüzeyde oluşan azotça zengin tabakanın parçanın iç kısımlarına yayınması istenir. Bu yöntemle beyaz tabaka kalınlığının yanında nitrürleme süresi de kısalmır. [1, 5, 6, 10, 12-14]

2.3.2 Yayınım (Difüzyon) Tabakası

Nitrürleme ile yüksek oranlarda azotun malzeme yapısına girmek istemesiyle yüzeye yakın kısımlardaki alaşım elementleri, arayer atomları olmaları nedeniyle malzeme içine doğru hareket ederler. Alaşım elementlerinin malzeme içine itildikçe ilerlemeleri yavaşlar. Bu bir anlamda malzemeye difüze edilen azotunda ilerleyişinin yavaşlaması anlamına gelmektedir. Bunun sonucu olarak beyaz tabakadaki yüksek azot yoğunluğunun yüzeyden uzaklaştıkça azaldığı görülür. Azalan azot yoğunluğu ile ϵ (Fe_{2-3}N) şeklinde oluşmuş olan yüksek azot oranlı bileşikler, görece daha düşük azot oranına sahip ancak daha kararlı durumdaki γ' (Fe_4N) ve α'' (Fe_{16}N_2) gibi nitrürlere dönüşür. Oda sıcaklığına soğuma sırasında oluşan bu nitrürler, kafes yapılarının fazla azotu daha sıcak durumdaki malzemenin iç kısımlarına doğru kusması ile azot, alaşım elementleri ile etkileşime girerek nitrürler oluşturur. Özellikle paslanmaz çeliklerde CrN ve Cr_2N nitrürlerinin çökeltileri görülmektedir.

Yayınma tabakası olarak da azotun alaşım elementleri ile yaptığı nitrürlerden oluşan kısım anlatılmaktadır. Çökeltiler hem tane sınırlarında hem de tane içlerinde olmaktadır. Yayınma tabakasındaki sertlik artışının da bu çökeltilerin, kafes yapısındaki çarpılmaların daha fazla büyümesi ve dislokasyonların kilitlenerek ilerlemelerinin yavaşlaması ile oluştuğu düşünülmektedir. Yayınma tabakasında, kafes yapısının azota doyması sonucu ve nitrür çökeltmesinin bir sonucu olarak malzeme içine göre genişlemeye çalışacak, buna karşılık malzemenin iç kısımlarındaki yapının bunu engellemesiyle artık gerilmeler de görülecektir. [1, 5, 6, 10, 12-14]

2.3.3 Alaşım Elementlerinin Etkisi

Azotun parça yüzeyinden yoğun bir şekilde difüze olması nedeniyle parça yüzeyine yakın kısımlarda alaşım elementleri parçanın iç kısımlarına doğru kaymalar gösterir. Azotun kafes yapısındaki alaşım elementlerinin arayer atomu olarak bulunduğu yerleri doldurması sonucu oluşan azotça zengin fakat alaşım elementlerinin pek bulunmadığı bu bölgeye beyaz tabaka denir. Bu bölgeden sonraki kısımda ise alaşım elementlerinin azotla oluşturduğu nitrür çökeltileri görülmeye başlar. Bu çökeltilerin oluşturduğu, difüzyon tabakası denen bu bölgedeki sertliğin artmasını sağlayan etken, alaşım elementlerinin çeşidi ve miktarına bağlıdır. Sertlik artışına etki açısından bakıldığında en çok etkiyi alüminyum (Al) göstermektedir. Alüminyum (Al), titanyum (Ti), krom (Cr), molibden (Mo), vanadyum (V) olarak sertlik artışına etkileri azalacak şekilde sıralayabileceğimiz alaşım elementlerinin malzeme içindeki artışının azotun ilerleyişini sınırladığı da unutulmamalıdır. [1-5]

Malzemede bulunan elementlerden bir diğeri olan karbonun (C) etkisi ise karbon miktarının artmasıyla azotların ilerlemesini yavaşlatacak şekilde kendisini göstermektedir. Yapıda serbest halde karbon bulunmasının yanısıra, krom (Cr), molibden (Mo), wolfram (W) gibi alaşım elementlerinin nitrür oluşturma ilgisinin fazla olmasının yanında iyi karbür yapıcılarda olmaları, ortamda bulunan karbon ile karbürler oluşturmaları sonucu serbest haldeki alaşım elementinde azalma olur. Bu etkilerin azotun ilerlemesini engellemesi sonucunda nitrür tabakasının kalınlığında görülecek azalma ile yüzey sertliği ve artık basma gerilme değerlerde düşecektir. Nitrürleme sırasında yüzeyden difüze edilen azot atomları yapıdaki karbon atomlarını da önlerine katarak ilerledikleri için, bir süre sonra azot difüze olmuş

tabakanın önünde karbon birikmesi sonucu malzemenin diğer kısımlarına göre karbonca zengin bir kısım oluşur. [1-5]

2.3.4 İyon Nitrürlemenin Klasik Nitrürleme İle Karşılaştırılması

İyon nitrürlemenin diğer nitrürleme yöntemlerinden farklarını ortaya çıkaran temel etken, nitrürleme sırasında ortamdaki azot miktarının oranının ve miktarının kontrol altında tutulabilmesi ve azotun malzeme yüzeyine adeta bombardıman edilircesine gönderilmesinden kaynaklanmaktadır. Uygulamadaki bu fark sonucu;

a) Malzemede oluşacak nitrür tabakaları ve bu tabakaların bileşenleri kontrol altına alınabilmekte ve istenmeyen oluşumlar büyük ölçüde engellenebilmektedir. Duruma göre beyaz tabaka oluşumu çok az olacak veya hiç olmayacak şekilde ayarlanabilmekte, böylelikle malzeme yüzeyindeki mekanik özellikler belirlenebilmektedir.

b) İşlem sırasında uygulanan gerilimin ayarlanabiliyor olması ve gerilimin işlem sıcaklığını belirlemesi nedeniyle işlem sıcaklığı denetlenebilmekte, nitrürleme daha düşük sıcaklıklarda yapılarak daha yüksek yüzey sertlikleri elde edilebilmektedir. Ayrıca plazma nitrürlemenin bombardıman etkisi ile azot difüzyonu yapılması nedeniyle parça yüzeyindeki sıcaklık, parçanın diğer kısımlarından farklı değerlere sahip olabilmekte, bu da parçanın heterojen sıcaklık dağılımına sahip olmasına sebep olmakta. Böylece parçanın bütünü düşünüldüğünde malzemede sıcaklıktan dolayı bir değişimin olmaması sağlanabilmektedir.

c) Diğer yöntemlere göre daha kısa sürede aynı nitrür derinliğine ulaşılabilmekte. 0.5 mm kalınlığında nitrür tabakası oluşturmak için iyon nitrürleme ile yaklaşık olarak 10 saatlik işlem süresi gerekirken, iki kademeli gaz nitrürleme ile bu kalınlıkta nitrür derinliği sağlayabilmek için 25 saatlik işlem süresi gerekmekte. Aynı nitrür kalınlığı için sıvı nitrürleme ile 30 saatlik, tek kademeli gaz nitrürleme ile 50 saatlik işlem süresi gerekmekte. Nitrürleme süresindeki bu azalma ile uzun süreli nitrürleme işlemleri ile çekirdek yapısının aşırı temperleme sonucu özelliklerinin istenilenden farklı olması riski azaltılabilmektedir.

d) Nitrürleme sonrasında karşılaşılabilecek çarpılma olayları minimuma inmekte, hatta ihmal edilebilir düzeyde kalmaktadır.

e) Karışık geometrili parçalar daha kolay nitrürlenebilmektedir. Ayrıca parçanın tamamının yerine bir kısmının nitrürlenmesi mekanik maskelemeyle yapılabilmektedir.

f) Yorulma dayanımında diğer yöntemlere göre %25-40'lara varan artışlar elde edilebilmektedir.

g) İşlem sonrası parçanın boyutsal değişimi 8-10 µm mertebelerini pek geçmemektedir.

h) Nitrürleme sırasında plazma oluşumu için kullanılan güç kaynağı dışında, ısı üretimi sağlayacak bir sistem gerekmemesi, kullanılan enerjinin direk olarak azot atomlarının difüzyonunda kullanılması nedeniyle harcanan enerji miktarı daha düşük olmakta, enerji gereksinimi elektrik enerjisinden sağlandığından, fosil atıkların yakılması sonucu oluşabilecek atıklar gibi çevreye zararlı çıktıların olmaması sebebiyle çevre kirlenmesine neden olmamaktadır.

i) Nitrürleme sıcaklığı çok düşük seviyelerde bile başarılı nitrürlemeler yapılabilmektedir. [6, 7, 9-14]

j) Plazma nitrürlemeyle düşük sıcaklıklarda (500 C° altında) nitrürleme başarı ile yapılabilir ve bu sayede bazı istenmeyen yapı oluşumu engellenebilir. 316L ostenitik paslanmaz çelik, düşük sıcaklıklarda, CrN oluşturmada nitrürlenebilir[20, 21].

Bu üstün yanlarının yanı sıra plazma nitrürlemenin bazı dezavantajlı yanları da bulunmaktadır.

a) Plazma nitrürleme sisteminin kurulumunun pahalı olması ilk yatırım giderlerinin yüksek olmasına sebep olmakta.

b) İşlem sonrası su verme imkanı olmaması dezavantajlarından biridir. Su verme işlemi bazı durumlarda yorulma dayanımını arttırmada kullanılmaktadır. [1]

2.4 316L Ostenitik Paslanmaz Çelik

Tablo 2.1: Bazı paslanmaz çeliklerin yüzde kimyasal bileşimi

Çelik Tipi	Yüzde bileşim (%)					
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo
304	0.08	2.00	1.00	18.00-20.00	8.0-10.5	
310	0.25	2.00	1.50	24.0-26.0	19.0-22.0	
316	0.08	2.0	1.00	16.0-18.0	10.0-14.0	2.0-3.0
316L	0.01	1.76	0.21	17.2	15.3	2.7

316L paslanmaz çeliğinin kimyasal bileşimi olarak diğer paslanmaz çeliklerden çok fazla bir farkı olamamasına karşın, özellikle implant olarak kullanımı açısından diğer paslanmaz çeliklere göre daha fazla tercih edilmektedir. Bunun yanı sıra diğer paslanmaz çelikler gibi kimya ve yiyecek endüstrisinde kullanım alanı geniştir.

Tablo 2.2: 316L paslanmaz çeliğin mekanik özellikleri

Akma dayanımı $\sigma_{0.2}$ (Mpa)	Çekme dayanımı σ_C (Mpa)	Kopma uzaması ϵ_k (%)	Sertlik VSD (kgf/mm ²)
980	1050	35	300

Sağlamlığı ve biouyumluluğu açısından biyomedikal uygulamalar, tıbbi aletler ve implantların üretiminde tercih edilen malzemelerin başında gelen 316L paslanmaz çelik ayrıca sertliği, korozyona dayanımı gibi özellikleriyle kimyasal ve yiyecek endüstrisinde, basınçlı kaplar gibi, kullanılır.

Kübik yüzey merkezli (kym) kafes yapısına sahip olan 316L ostenitik paslanmaz çeliğin kafes sabiti 3,594'tür.

3. NİTRÜRLEME VE DİĞER DENEY AŞAMALARI

Amacımız, 316L ostenitik paslanmaz çelik malzemenin, çeşitli gaz oranlarında ve sürelerde nitrülenmesi ile malzeme yapısındaki değişimi incelemek ve kullanım alanlarında uygulanabilirliğini araştırmaktır. Bu amaca yönelik olarak, nitrüleme sonrası nitrülenmiş parçalara uygulanacak deneyler ve ölçümlere karar verildikten sonra nitrülenecek parçalar, sonraki deney ve ölçümlere uygun parça şekli, büyüklük ve sayısına göre hazırlandı. Bu aşama, deneysel çalışmamızın en kritik bölümlerinden biriydi. Çünkü, nitrülenmiş parçalar üzerine yapmayı düşündüğümüz deneylerde birbirinden farklı boyutlarda ve sayıda numuneye ihtiyaç olduğundan, dikkatli bir planlama gerektirmektedir. Ayrıca bazı ölçümler, tahribatlı muayeneler gurubuna giriyor ve bu ölçümlerde kullanılacak numuneler başka bir deney veya ölçümde kullanılmasında sorun çıkarabilecek veya hiç kullanılamayacaktır. Nitrüleme yapılacak parçaların şekil ve sayısına karar verildikten sonra ilk yapılacak işlem onların nitrülenmesidir. Nitrüleme işlemlerinden sonra, nitrülenmiş parçalar üzerinde diğer deney ve ölçümler aşağıda belirtildiği üzere gerçekleştirildi.

3.1 Nitrüleme Aşaması

Nitrüleme aşamasında ostenitik paslanmaz çeliğin (316L) kristal yapısına yüzeyden azot difüze edilmesi amaçlandı. Parçalar üzerinde uygulanması düşünülen sertlik ölçme deneyleri nedeniyle nitrülenmiş parçaların yüzeyi mümkün olduğunca düz ve parlak olmalıdır. Bu nedenle parçaların parlatılması gerekir. Parlatma işlemi nitrülemeden sonra yapıldığında nitrür tabakasının bir kısmının kaldırılması söz konusudur. Bu yüzden parçaların parlatılması işlemi, parçaların nitrülenmesinden önce gerçekleştirildi. Böylelikle nitrülemeden dolayı parça yüzeyinde oluşacak yüzey pürüzlülüğü değişimi de incelendi.

3.2 Parçaların Parlatılması

Parçaların parlatılması işleminden önce, 316L ostenitik paslanmaz çelik malzemeden 12 cm uzunluğunda, 1,5 cm genişliğinde, 0,5 cm kalınlığındaki geniş yüzeyleri oval durumdaki çubuklar, su soğutmalı frezede yüzeyleri düzelecek şekilde ve boyutları 10X20X3 mm olacak şekilde kesildi. Sonuçta elde edilen dikdörtgenler prizması şeklindeki parçaların iki büyük yüzeyinden biri parlatılırken diğerine frezeleme işleminden sonra hiç bir işlem uygulanmadı.

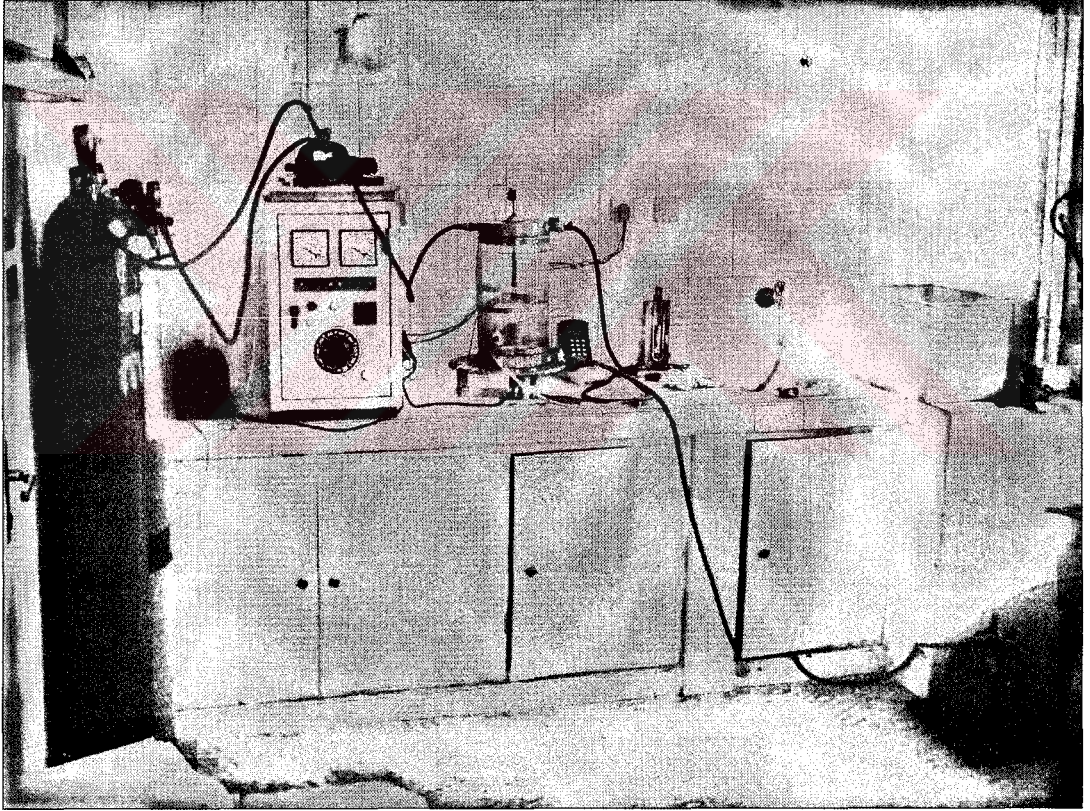
Parlatma işlemi, parçaları zımpara kağıtlarına sürterek yapılacağından, parçaların kolay tutulabilir boyutlarda olması gerekiyordu. Bu amaçla parçalar, önce reçineye gömülerek boyutları tutulabilir hale getirildi. Reçine olarak polyester ve katılaştırıcı sıvı (katalizör) kullanıldı. Parçaların gömülmesi için önce, parçaların gömüldükten sonra şeklini alacağı kalıplar hazırlandı. İki ucu açık tek parçalı olarak hazırlanan kalıpların, gömme işleminden sonra parçaların kalıp içinden kolay çıkması için, kalıp duvarları vazelinle yağlandı. Daha sonra kalıplar, üzerine vazelin sürülen düz cam üzerine yerleştirildi. Parçalar, kalıp boşluğunun ortalarında kalacak şekilde kalıba yerleştirildi. Cam üzerine vazelin sürülmesinin sebebi, hem reçinenin kalıba döküldüğünde cam üzerine yapışmaması hem de kalıp ile cam arasından akmamasıdır. Cama sürülen vazelin, reçinenin kalıba dökülmesi sırasında, parçanın hareket edip kalıp içine istenilenin dışında, zımparalamayı zorlaştıracak bir şekilde kalıplanmasını önlemeye de yararlı. Kalıp ve parçaların yerleştirilmesinden sonra bir kaptaki bir süre karıştırılan polyester ve katılaştırıcı kalıplara döküldü ve polyesterin katılaşması bekledi. Polyesterin donmasından sonra parçalar kalıplardan çıkarıldı ve parlatma işlemine geçildi.

Parçaların yüzeyleri 180 numaralı zımparadan başlayarak sırasıyla 320, 400, 600, 1200 numaralı zımparalarla zımparalandı. En son 1200 numaralı zımparayla yeterli miktarda zımparalanan parçalar daha sonra alümina sürülü çuhada parlatıldı. Parlatma işlemi parçaların nitrülenmesinden sonra parçalarla yapılacak sertlik deneyleri nedeniyle çok önemliydi. Çünkü sertlik deneylerinin sağlıklı şekilde yapılabilmesi için ölçüm yapılacak yüzeyin mümkün olduğunca pürüzsüz olması gerekiyordu. Bütün bu parlatma aşaması sırasında parçaların bütün yüzeyinin, yüzeylerinde oluşan izler yardımı ile, tamamen zımparalanması ve düz bir yüzey elde edilmesi sağlandı. Bunun için parça yüzeyindeki izlerin bütün yüzeyi kapladığı

görüldükten sonra, parça 90° döndürülerek tekrar zımparalandı. Her parça için ve her zımpara büyüklüğü için bu döndürme işlemi bir kaç kez tekrarlandı.

3.3 Nitrürleme

Gerekli parlatma işlemleri uygulanan parçalar plazma (iyon) nitrürleme yöntemiyle nitrürlendi. Plazma nitrürleme yöntemi için kullanılan düzenek, parçaların nitrülenmesi için gerekli vakumlu ortamı sağlayan silindirik kap, gerekli elektrik enerjisini sağlamakta ve voltajı ayarlamakta kullanılan güç kaynağı (2 KW DC), pompa (8L/dak), gaz oranını ayarlama için kullanılan su tankı, hidrojen ve azot gazlarının bulunduğu tüpler, nitrürleme sıcaklığını ölçmekte kullanılan termocouple ve basıncı ölçmekte kullanılan “U” civa sütunlu manometreden oluşmaktadır.



Şekil 3.1: Nitrürleme mekanizmasının görünümü

Nitrürleme sırasında hidrojen gaz akış hızı 270 cm³/dak. civarında tutulurken, azot gazının akış hızı, karışımın oranına göre ayarlandı. Nitrürleme 10 torr'luk vakum altında gerçekleştirildi. Deney sırasındaki sıcaklık ölçümlerini sağlamak için kullanılan Ni-Cr-Ni termo-eleman çifti, parça sıcaklıklarını ölçmek amacıyla, parçaların deney sırasında üzerine konuldukları katot diske bağlandı. Ortalama 600

V'luk bir gerilim altında gerçekleştirilen nitrürleme, doğru akım güç kaynağı aracılığı ile sıcaklıklar, sürekli kontrol edilerek ayarlandı.

Parçalara azot difüze edilen bu aşamada çok sayıdaki parça üzerine farklı nitrürleme şartlarında uygulamalar gerçekleştirildi. Yapılan nitrürleme deneyleri genel olarak iki guruba ayrılabilir. Bir grup parça için sabit gaz oranı ve sıcaklıkta değişik sürelerde nitrürleme yapılırken (Tablo3.1),

Tablo 3.1: %10 N₂ ve 450 C° de yapılan nitrürleme işlemlerinin süreleri

Azot oranı\ Nitrürleme sıcaklığı	450 C°
10%	15 dakika
	30 dakika
	60 dakika
	120 dakika
	240 dakika

diğer gurup parçalar için sabit bir süre seçerek gaz oranlarını ve sıcaklıkları değiştirerek (Tablo 3.2) nitrürlemeleri sağlandı. Böylece nitrürleme sonucu malzemedeki değişimler nitrürleme süresine, sıcaklığına ve gaz oranına bağlı olarak incelendi.

Tablo 3.2: 1 saat süre ile yapılan nitrürlemelerin işlem parametreleri

Azot oranı\ Nitrürleme sıcaklığı	400 C°	450 C°	500 C°
5%	1 saat	1 saat	1 saat
10%	1 saat	1 saat	1 saat
25%	1 saat	1 saat	1 saat

Sabit gaz oranı ve sıcaklıkta tekrarlanan deneyler de gaz oranı %10 N₂ (azot) %90 H₂ (hidrojen) olacak şekilde seçildi. Sabit sıcaklık ise, literatürde yapılan araştırmalar sonucu, beyaz tabaka oluşumunun görülmeye başlandığı eşik sıcaklık olan 450 C° olarak belirlendi. %10 N₂ gaz oranında, 450 C° de gerçekleştirilen deneylerde süre 15, 30, 60, 120, 240 dakika olacak şekilde belirlendi.

Sabit süre seçilerek yapılan deneylerde, nitrürleme süresi 1 saat olarak alındı. 1 saatlik nitrürlemeler %5, %10 ve %25'lik N₂ H₂ gaz karışımlarının her biri için 400, 450 ve 500C° olacak şekilde toplam 9 farklı nitrürleme şartını sağlayarak gerçekleştirildi.

Tablo3.3: Yapılan nitrürleme işlemleri

Nitrürleme süresi	Azot oranı		
	5%	10%	25%
15 dakika		450 C°	
30 dakika		450 C°	
60 dakika	400 C°, 450 C°, 500 C°	400 C°, 450 C°, 500 C°	400 C°, 450 C°, 500 C°
120 dakika		450 C°	
240 dakika		450 C°	

Parçalar nitrürlenmeden önce trikloretilen (trichloroethylene) dolu karıştırıcıda bir süre bekletilerek temizlenmesi sağlanmıştır. İlk temizlikleri trikloretilen (trichloroethylene) ile yapılan parçaların, nitrürleme aşamasında, vakumlu ortamda, sadece H₂ gazının ortama verilip akım uygulanması sonucu, iyonize olan hidrojen atomlarının parça yüzeylerini bombardıman edip, temizlenmeleri de sağlanmıştır. Bu işlemin iki amacı vardır. Birincisi parçaların sıcaklığını nitrürleme yapılacak sıcaklığa çıkarmak diğeri ise parça yüzeylerinde oluşmuş, yağ, oksit gibi pislik tabakalarının temizlenmesini sağlamaktır. Nitrürleme işlemleri sırasında hazırlanan parçalar yan yüzleri üzerinde duracak şekilde yerleştirilerek, hem parlatılmış hem de parlatılmamış yüzeylerinin nitrürlenmesi sağlanmıştır.

Yapılan nitrürlemeler sonrasında parçaları, değişik deney ve ölçümlere maruz bırakarak nitrürleme ile 316L ostenitik paslanmaz çelik malzememizin uğradığı değişimler incelendi.

3.4 Vickers Sertlik Ölçme Cihazı

Vickers sertlik ölçme cihazıyla nitrürlenmiş parçaların sertlikleri ölçüldü. Vickers sertlik ölçüm cihazı 0,01 kgf (98,07 mN), 2 kgf (19,614 mN) kuvvet aralığına sahiptir. Ölçümler sırasında sertlik değerlerinin, malzemenin (316L ostenitik paslanmaz çeliğin) nitrürlenmemiş haldeki sertlik değeri olan 380-400 vickers

değerlerine yaklaştığı duruma kadar sertlik ölçme kuvveti artırıldı. Sertlik ölçümü elmasan yapılmış basık dört kenarlı piramit şeklindeki uçla yapıldı (Uç açısı 136°). Elmas ucun parçaya kuvvet uygulaması sonucu parçada bıraktığı dikdörtgen şeklindeki izin köşegenleri ölçüldü. Bu köşegen uzunluklarının makina tarafından gerekli hesaplamaları yapmasıyla sertlik değeri bulundu. Hesaplamada kullanılan formül (denklem 3.1) verilmiştir [18].

$$VSD = \frac{1,8544 F}{d_1 d_2} \text{ dir.} \quad (3.1)$$

VSD, Vickers sertlik değeri

F, uygulanan kuvvet (VSD için N)

d₁, d₂, oluşan izin köşegen uzunlukları

Vickers sertlik ölçümü, serliği ölçülecek malzemenin sertlik değerinin yüksekliğine bağlı olarak, ölçümün doğruluğu açısından uygulanan kuvvetin büyük olmasını gerektirir. Özellikle uzun süreli (1 saat ve üzeri) nitrülenmiş numunelerin sertliklerinin yüksek olması, Vickers sertliğinin ölçülürken büyük kuvvetler kullanılmasını gerektirir. Fakat nitrülenmiş numunelerin katmanlı yapıya sahip olması ve bu katmanların ince olması nedeniyle, sertlik ölçümünde uygulanan kuvvetin artmasıyla, nitrür tabakasının altında kalan kısmın sertlik ölçümünü olumsuz etkilemesine sebep olur. Çeşitli kuvvetlerle yapılan vickers sertlik ölçümünde, her numune için farklı kuvvetlerde farklı sertlik değerleriyle karşılaşıldı.

Yapılan Vickers sertlik ölçümlerinin nitrülenmiş 316L ostenitik paslanmaz çelik numunelerin sertlik değerini doğru vermemesine karşın, farklı kuvvetlerle malzemenin farklı derinliklerine kadar olan kısmının sertliğinin ölçülmesinden yola çıkarak, yapılacak bazı hesaplarla kabaca nitrür tabakası kalınlığı bulunabilir. Çok sağlıklı bir değer olmasada, kendi arasında karşılaştırma yapmak için kullanılabilecek bu değerler, vickers ölçüm düzeneğinin yapısından yararlanılarak yapılan bir hesaplama dayanmakta. Vicker ölçümünde kullanılan ucun piramit şeklinde olduğu, tepe açısının 136° olduğu bilinmekte. Sertlik ölçümü sırasında malzemeye batırılan uç, malzeme üzerinde dörtgen bir şekil oluşturmakta ve oluşan dörtgenin köşegen uzunluklarının yardımıyla sertlik hesaplanmakta. Köşegen

uzunlukları, aynı zamanda , ucun malzemeye ne kadar battığını da göstermekte. Bu da yaklaşık olarak köşegenlerin 5'te biri değerindedir.

3.5 Ultra Mikrosertlik Ölçümleri

Cihaz Fischer- HP 100 XY PROG Ultra Mikrosertlik Cihazı ve Classen MFK model görüntüleme ve ölçülendirme sisteminden oluşan ekipman aracılığıyla, nitrürlenmiş parçaların mikro değerlerde sertlikleri ölçüldü. Cihaz 0,4-1000 mN arasındaki yükün değişik hızlarda uygulanabildiği ve iz derinliğini ölçme prensibi ile sertlik, sertlik profili, elastik ve sürünme özellikleri belirleyebilen bilgisayar kontrollu sistemden oluşmaktadır. Yumuşak ve sert ince kaplamaların taban etkisinden bağımsız sertliklerini ölçme olanağı sunmasından dolayı, nitrürlenmiş parçaların taban etkisini (nitrülenmemiş kısmının ölçme etkisini) azaltacak şekilde sertliklerini ölçebilmemize olanak sağlamaktadır. Ölçümler sırasında uygulanan kuvvet değerleri 20, 100, 300, 900 mN seçildi. Yükler 60 adımda uygulandı, her adımın da 1 saniyelik bekleme periyotlarıyla birbirini takip etmesi sağlandı.

Ultra mikro sertlik ölçümleri sonucu elde edilen datalar çeşitli çıkarımlardan yararlanılarak incelenen malzeme hakkında farklı bilgilerin elde edilmesinde de kullanıldı. Ultra mikro sertlik ölçümü sırasında, malzemenin sertlik ölçme ucunun hareketine karşı verdiği tepkiler kaydedilip, çeşitli bilgilerin elde edilmesinde kullanılmaktadır.

Sertlik ölçme ucunun hareketi sırasında, uca verilen enerjinin önemli bir kısmı ölçme yapılmakta olunan malzemeye geçmekte. Malzemede oluşan bu enerji artışı, oluşan iz yardımıyla tanımlanabilmekte. Piramit uçları için oluşan izin hacmi batma derinliğinin küpü ile, yüzeyleri, karesi ile orantılıdır. Enerjideki artış tanımlanırken hacim ve uca değen bölgeler ayrı ayrı ele alınır. Bu işlemler sırasında dinamik etkiler göz ardı edilir.

Bu kabuller doğrultusunda, aktarılan enerji W ile gösterilecek olursa

$$W = \overline{w}_v k_v s^3 + \overline{w}_A k_A s^2 \quad (3.2)$$

V hacmi, A alanı göstermek koşuluyla $\overline{w}$ ortalama enerji artışını, k sertlik ölçme ucunun şekil faktörünü, s batma derinliğini ifade etmekte. $\overline{w}k$ yerine, özgül enerji

artışını ifade eden e kullanılırsa, 3.2 denkleminin batma derinliğine göre ikinci dereceden türevi (d^2W/ds^2), uygulanan kuvvetin batma derinliğine göre türevine (dF/ds) eşittir. F , sertlik ölçmede kullanılan kuvveti göstermek üzere 3.2 denklemi

$$\frac{d^2W}{ds^2} = 6e_v s + 2e_A = \frac{dF}{ds} \quad (3.3)$$

dönüşür.

$$F = Hcs^2 \quad (3.4)$$

3.4 denkleminde H , sertlik, c , geometrik faktör olmak üzere, 3.3 denkleminde yerleştirilirse 3.5 denklemi elde edilir.[19]

$$\frac{dF}{ds} = 2Hcs \quad (3.5)$$

3.6 Yüzey Profilometresi

Mahr Perhen S&P Perthometer Profimetre ve Focodyn Optik Prob. Dokunmalı (mekanik) ve dokunmasız (optik) problemler kullanarak bilgisayar kontrollu iki ve üç boyutlu yüzey pürüzlülüğü ölçümleri yapabilmekte. Bu cihaz yardımıyla nitrüleme sonrası parçalarımızın yüzey pürüzlülüğünün değişimi incelendi.

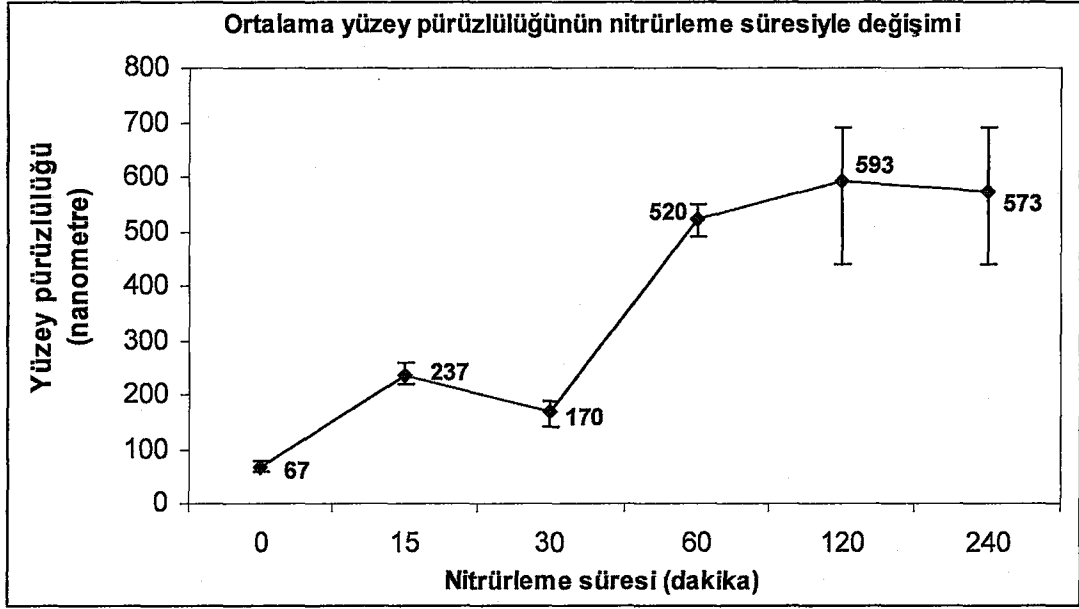
3.7 Düşük Açılı X-ray Işınları Difraktometresi

Philips PW 3710 X-Işınları Difraktometresi hem x-ray ışın kaynağı hem de dedektör kısmının açılarının ayrı ayrı kontrol edilebilmesi sayesinde ince filmlerin difraktometrik analiz, reflektans ölçümleri ile ince film kalınlık tayini ve iç gerilim analiz olanakları sunmakta. Bu cihaz yardımıyla, nitrülenen parçaların x-ray ışınları ölçümlerini gerçekleştirdik. Cihaz 40 V voltaj ve 40 mA akıma ayarlandı. Oluşan $Cu-K_\alpha$ xray ışınları $1,54 \text{ \AA}$ dalga boyunda ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) olup parçalarımızın ölçümleri sırasında yüzeye, parçanın nitrülenme süresine bağlı olarak, değişik açılarda gönderildi. Yaptığımız ölçümlerde tarama alanı olarak $30-80^\circ$ seçildi. Yapılan ölçümler sırasında tarama hızı $0,02^\circ/\text{dak}$. seçildi. Böylelikle nitrülenmiş parçaların kafes yapılarındaki değişimler incelendi.

4. DENEY SONUÇLARININ İRDELENMESİ

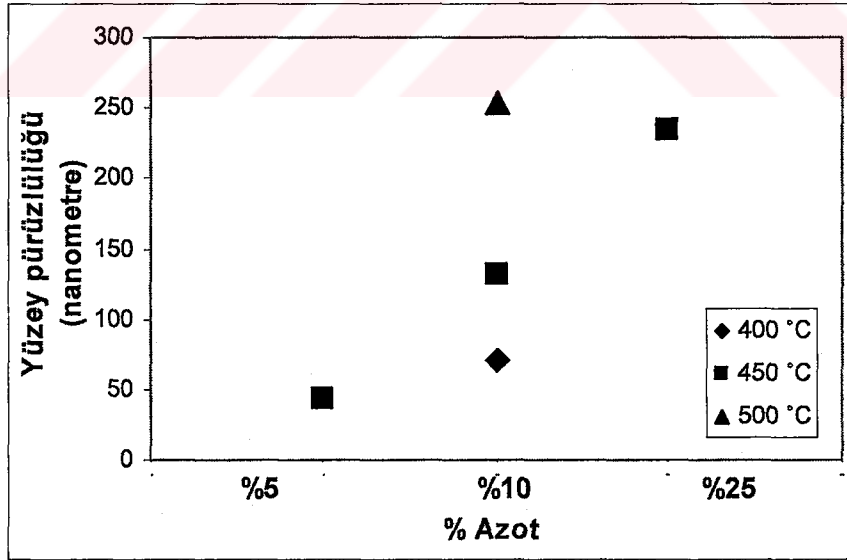
4.1 Yüzey Pürüzlülüğü Ve AFM Fotoğrafları

Nitrürleme deneyleri yapılırken, nitrürlenmiş malzemenin kullanım alanları, kullanıldığı yerlerde dikkat edilen şartlar gibi, bazı noktalara dikkat edildi. Nitrürlediğimiz 316L ostenitik paslanmaz çeliğin ağırlıklı olarak kullanıldığı yerlerden biri implant olarak insan vücuduna yerleştirilen çeşitli parçaların üretimidir. İnsan vücuduna yerleştirilmesinde biyouyumluluğu, gerilmelere karşı dayanımı gibi malzeme özelliklerinin uygun olmasından dolayı seçilen 316L ostenitik paslanmaz çeliğin, implant olarak kullanılabilmesi için bazı geometrik şartları da sağlaması gerekmektedir. İnsan vücuduna yerleştirildiğinde, üzerine binebilecek yükler sonucu hareket etmesi ile vücutta yaralanmalara sebep olmaması için mümkün olduğunca yuvarlak hatlara ve düşük yüzey pürüzlülüğüne sahip olması gerekmektedir. Bunlar geometrik şartlar olduğundan implantın tasarım aşamalarında dikkat edilebilir. Fakat nitrürleme sonrasında yüzey pürüzlülüğünde oluşabilecek değişimin baştan tahmin edilebilmesi önceden yapılacak deneyler örnek alınarak yapılabilir. Bu yüzden yaptığımız deneylerde bu durumu göz önünde bulundurarak, nitrürlediğimiz bazı parçaların yüzey pürüzlülüklerini inceledik. Nitrürleme sonrası yüzey pürüzlülüğünü incelediğimiz parçalar, implant parçaların üretiminde uygulanan ve implantın yüzey pürüzlülüğünü azaltan kimyasal parlatma işlemine uygulanan parçalar arasından seçilerek, sadece bu parçaların yüzey pürüzlülüğü incelendi. Kimyasal parlatma işlemine tabi tutulan parçaların nitrürlemeden önceki yüzey pürüzlülük değerleri 67 nanometre civarındayken, %10, 450 C°'deki 1 saatlik nitrürlemeden sonra yüzey pürüzlülüğü 520 nanometre, 2 saatlik nitrürlemeden sonra ise 573 nanometre değerlerine çıktı. 450 C°'de yapılan nitrürleme sonrası parçalardaki yüzey pürüzlülüğü değerleri aşağıda verilmiştir. Bu değerler ortalama yüzey pürüzlülüğü olarak adlandırılan R_a değerleridir (şekil 4.1).



Şekil 4.1: %10 N₂ ve 450 C°'de nitrürlenen numunelerin yüzey pürüzlülüğü

Şekil 4.2 çeşitli N₂ oranlarında ve sıcaklıklarda 1 saat nitrürleme sonucu elde edilen yüzey pürüzlülüğü değerlerini göstermekte. Nitrürleme işlemleri sonucu, yüzey pürüzlülüğünün, azot oranıyla doğru orantılı olarak arttığı görüldü. Bununla birlikte nitrürleme sıcaklığının da yüzey pürüzlülüğü üzerinde etkili olduğu anlaşıldı. Nitrürlemenin yapıldığı sıcaklık yükseldikçe, yüzey pürüzlülüğünün arttığı görüldü.



Şekil 4.2: 1 saat nitrürlenen parçaların yüzey pürüzlülüğü değerleri

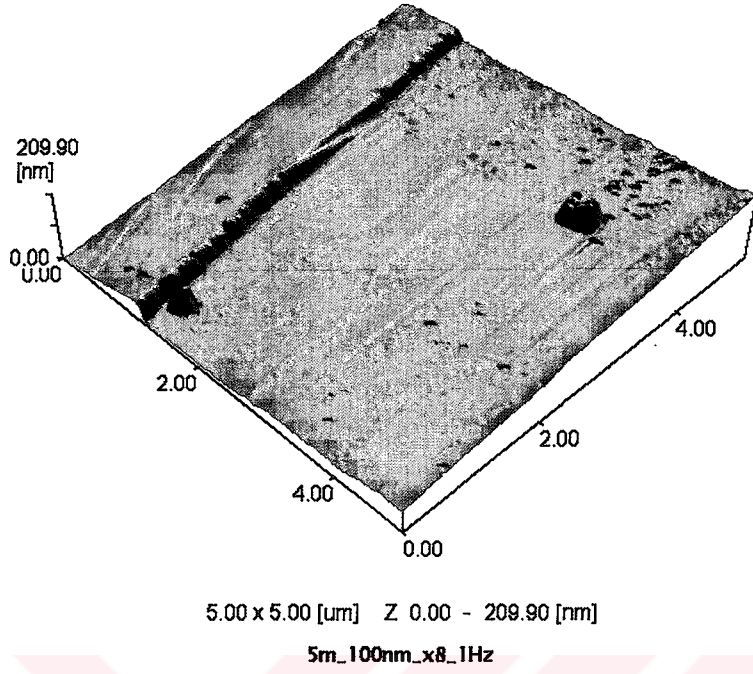
Nitrürleme sonrası parçalar üzerinde karartılar oluştuğu görüldü. Bu karartılar parça yüzeyinin bir kısmında çok, bir kısmında az şekilde oluşmuştu. Yapılan ilk yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinde bu karartılara dikkat etmeden, yüzey üzerinden rastgele

bölgelerden ölçümler yapılmıştır. Daha sonra tekrar parlatma diyebileceğimiz, çuhada alümina ile parlatma olayını (çuhada parlatma işlemi, parça üzerinden 1 mikrondan daha az bir parça kaldırma işlemi yapmaktadır), karartıları giderecek kadar (1-2 saniye) parçalar parlatıldı. Tekrar parlatma işleminden sonra yaptığımız yüzey pürüzlülüğü ölçümleri sonucu tablo 4.1'deki değerler elde edildi. Tekrar parlatma işleminden sonra numunelerin yüzey pürüzlülüklerinin, nitrürleme öncesi değerlere düştüğü görüldü.

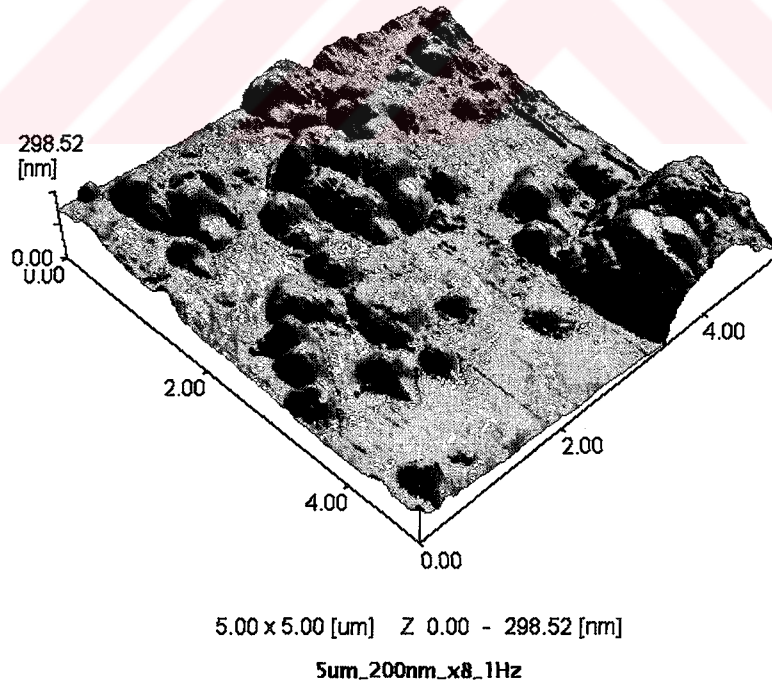
Tablo 4.1: %10 N₂ ve 450 C°'de nitrürlenmemiş numunelerin parlatıldıktan sonraki yüzey pürüzlülüğü

Nitrürleme süresi	Yüzey pürüzlülüğü (nanometre)
Nitrürlenmemiş	45
15 dakika	71
30 dakika	97
60 dakika	85
120 dakika	57
240 dakika	61

Yüzey pürüzlülüğündeki değişimi daha iyi anlayabilmek için AKM (Atomik Kuvvet Mikroskobu, Atomic Force Microscope) ile nitrürlenmemiş (şekil 4.3) ve 240 dakika nitrürlenmiş (şekil 4.4) numunelerden ölçümler alındı. Bu ölçümler sırasında, tekrar parlatma işlemi uygulanmamış parçalar kullanıldı ve parçaların yüzeyleri üzerindeki karartılara dikkat edilerek, yüzey üzeri mat ve parlak bölgeler olarak ayrılarak, her numune için iki yüzeyden ölçümler alındı. Farklı büyüklüklerdeki alanlar taranarak yapılan ölçümlerde, nitrürlemenin etkileri açık şekilde görülmekte. Oluşan tepecikler nitrürlemenin yüzey pürüzlülüğünü arttırdığını göstermektedir.



Şekil 4.3: Nitrülenmemiş numunenin AKM fotoğrafı



Şekil 4.4: 240 dakika %10 N₂ oranındaki ortamda 450 C°'de nitrülen numunenin AKM fotoğrafı

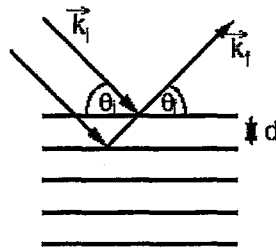
Gaz oranını %10 N₂, nitrürleme sıcaklığını 450 C° sabit alarak yapılan bu nitrürleme işlemleri dışında, farklı gaz ve sıcaklıklarda da nitrürleme işlemleri yapıldı. Tekrar parlatma işleminden sonra yüzey pürüzlülükleri ölçülen bu numunelerin yüzey pürüzlülük değerlerinin değiştiği görüldü. Yüzey pürüzlülüğündeki değişimin, 400 C° üzerindeki nitrürleme işlemlerinde, nitrür sıcaklığı veya gaz karışımındaki azot oranına bağlı olarak büyüdüğü görülmekte. Tablo 4.2'ye göre daha yüksek sıcaklıkta veya daha yüksek azot oranı ile yapılan nitrürleme işlemlerinin yüzey pürüzlülüğünü daha fazla arttırdığı görülmüyor.

Tablo 4.2: 1 saat nitrürleme yapılan numunelerin yüzey pürüzlülüğü

Nitrürleme sıcaklığı C°	Azot oranı		
	5%	10%	25%
400	72	71	
450	44	131	235
500	82	253	493

4.2 X-ray Işınları Ölçümleri

X-ray, foton adı verilen, bir miktar enerjiden oluşan, bir tür elektromanyetik yayınımdır. X-ray ışınları bir malzeme üzerine yönlendirildiğinde, malzemenin kristal yapısına bağlı olarak yansır. Bragg kanunu olarak bilinen bu ilişki yardımıyla kristal düzlemlerine karşılık gelen difraksiyon açısı arasında bağıntı kurulur. Malzemedeki bu düzlemler ayırteci bir özellik olup, büyük oranda, malzeme bileşimine göre değişir. Böylelikle X ışını ölçümüyle malzeme yapısındaki bileşenler belirlenebilir. Bragg kanunu



Şekil 4.5: X-ray ışını ölçümünde kullanılan açılar

$$\theta_i = \theta_r = \theta$$

(4.1)

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (4.2)$$

Şekil 4.5'ten anlaşılacağı üzere, malzemeye gönderilen x-ray ışınları birbirine paralel ve eş uzaklıktaki düzlemlerden yansır. Yansıma, ykm kafes yapılarında, (h k l) olarak gösterilen düzlemin h, k, l indislerinin hepsinin ya tek ya da çift sayı olduğu durumlarda bulunan düzlemlerde gerçekleşir. Gözlenen düzlemler arasındaki uzaklık denklem 4.3 kullanılarak hesaplanabilir.

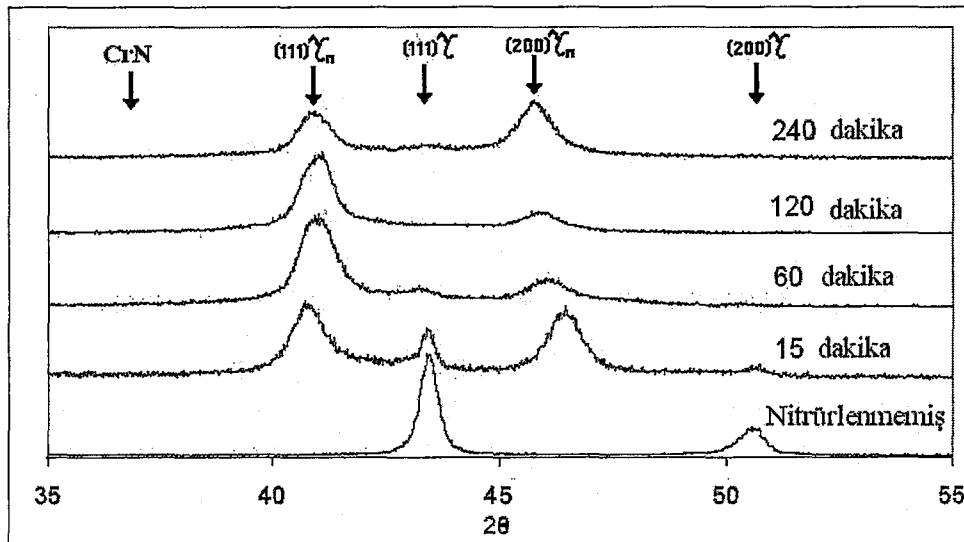
$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (4.3)$$

Denklem 4.3 ile x-ray ışını ölçümleri sonucu bulunacak d (düzlemler arası uzaklık) değerleri yardımıyla kristal yapının kafes sabiti hesaplanabilir.

Denklem 4.3, yüzey merkezli kübik (ykm) kristal düzenine sahip ostenitik yapılar için kullanılmakta olup, nitrürleme sonrasında kafesin geometrisindeki değişimin çok küçük değerlerde kalacağı kabul edilerek, nitrürleme sonrası durum içinde kullanıldı.

Nitrürleme süresinin kısa tutulmuş olması nedeniyle, oluşan nitrür tabakasının kalınlığının ince olması, yapılan x-ray ışını ölçümleri, ince filmlerin x-ray ışını ölçümlerindeki gibi x-ray ışınları yüzeyle 2° açı yapacak şekilde gönderildi, dolayısıyla sadece nitrürlenmiş filmin kristal özelliği incelendi.

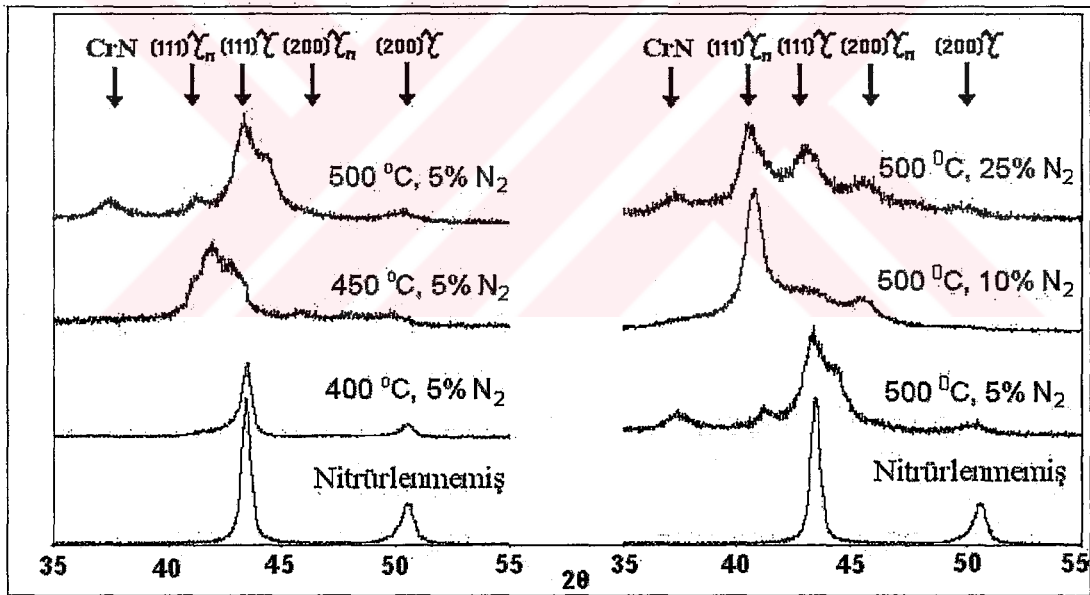
X-ray ışınları ile yapılan ölçümler sonucu hem nitrürleme ile yapıda oluşan farklı faz oluşumları belirlendi hem de kafes sabiti hesaplandı.



Şekil 4.6: %10 N₂ ve 450 C°'de nitrürlenmiş numunelerin 2° ile yapılan x-ray ışını ölçümü 2θ değerleri

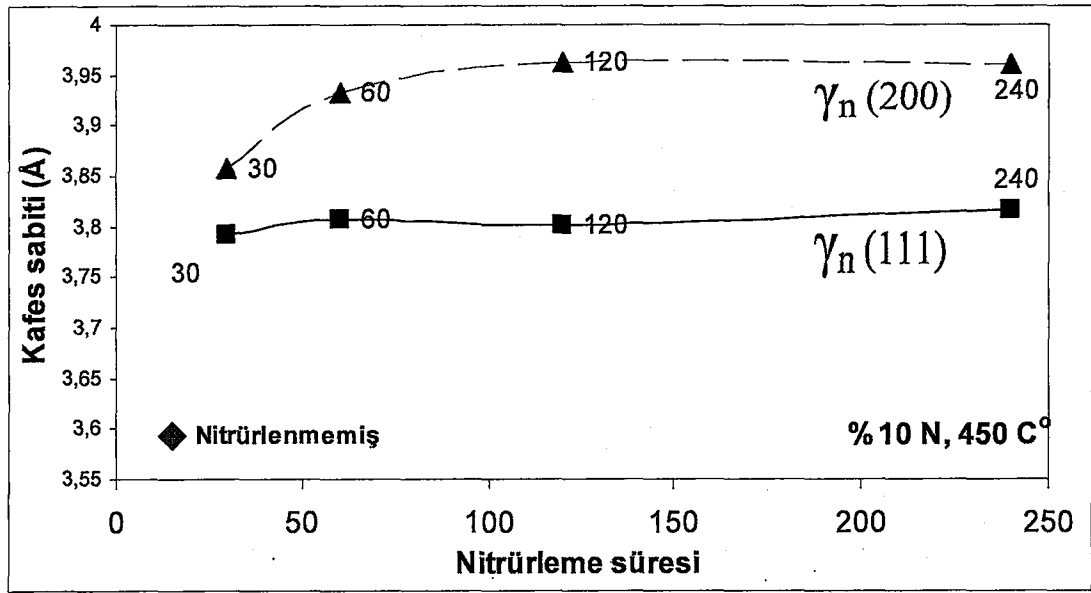
316 L ostenitik paslanmaz çelik malzemenin hacimce %10 N₂ gaz oranında 450 C°'de yapılan nitrürlemeleri sonucunda, x-ray ışını ölçümleri şekil 4.6'da görülmekte. Şekil 4.6'nın en altında nitrürlenmemiş malzemenin x-ray ışını ölçümü gözükmemekte. Buradan da anlaşılaçağı üzere nitrürlenmemiş malzemede karbid oluşumuna rastlanılmamakta. Bunun nedeni malzemedeki düşük C miktarıdır. Nitrürleme sonrasında da anlatılan koşullarda ne CrN ne de başka bir karbid oluşumu görülmemekte.

Nitrürlemeyle ostenit kristalleri yapısına giren N atomlarını, kristal kafesini genişlemeye zorlamaktadır. Grafiklerde görülen γ , nitrürlenmemiş malzemenin kristal yapısını temsil ederken, γ_n , nitrürleme sonrası şişmiş kristal yapısını göstermektedir. Azotun, kristal kafesini şişmeye zorlaması sonucu olarak (111) γ_n ve (200) γ_n düzlemlerinin, (111) γ ve (200) γ düzlemlerine göre daha küçük 2 θ değeri olduğu görülmekte. X-ray ışını ölçümlerinde 2 θ değerinin sola kayması (azalması) kafes sabitinin arttığını göstermektedir.



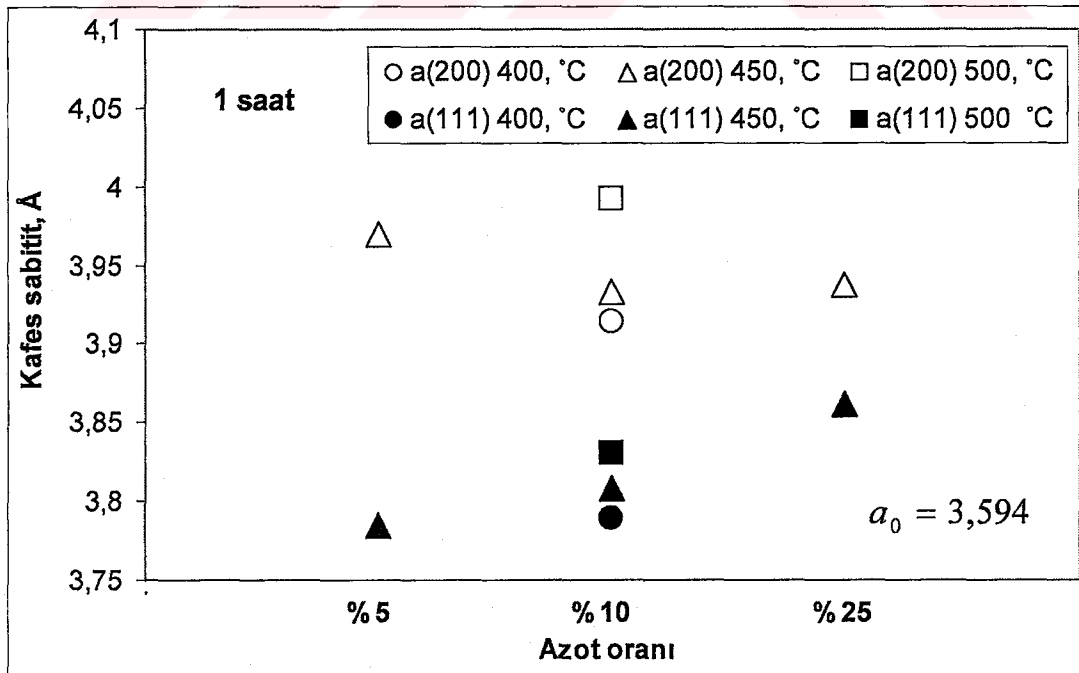
Şekil 4.7: 1 saat nitrürleme yapılan numunelerin 2° açı ile yapılan x-ray ölçümleri 2 θ değerleri

Şekil 4.7, 1 saatlik, %5, %10 ve %25 N oranına sahip, 400 C°, 450 C° ve 500 C° 'de yapılan nitrürlemelerin x-ray ışını ölçümleri görülmekte. 500 C° ve/veya %25 N içeren nitrürlemelerde CrN oluşmakta.



Şekil 4.8: %10 N₂ ve 450 C°'de nitrülenmiş numunelerin kafes sabiti

450 C° ve %10 N içeren ortamda farklı nitrüleme sürelerinde yapılmış deneyler sonucunda oluşan yapının, x-ray ışınları ölçümleri sonucu elde edilen bilgiler yardımıyla kafes sabitleri hesaplandı (şekil 4.8). Belirtilen şartlarda yapılan nitrülemeler sonucu kafes sabitinin, (111) γ_n düzleminde pek fazla değişmezken, (200) γ_n düzleminde 120 dakikalık nitrülemeye kadar artışı görüldü. Bu durum, kübik yapının, kenarlarının farklı miktarlarda değişmesi sonucu, tetragonal yapıya dönüştüğünü gösterdi.



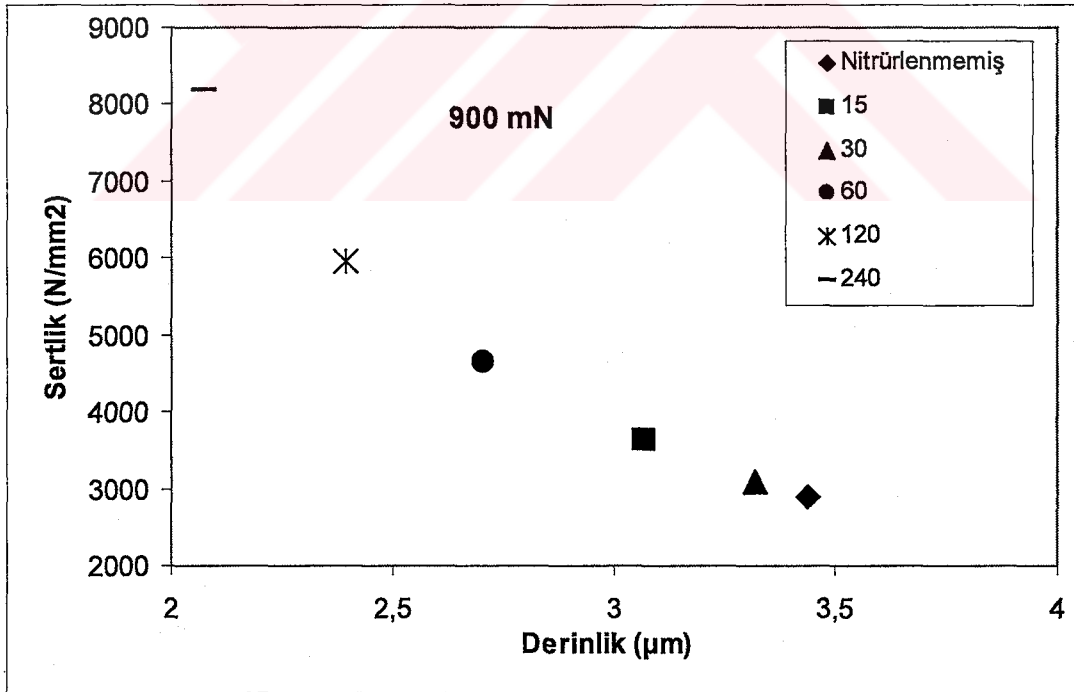
Şekil 4.9: 1 saat nitrülenmiş numunelerin kafes sabiti değerleri

Şekil 4.9'da görüleceği üzere, nitrürleme sıcaklığının artışının hem (111) hem de (200) düzlemlerindeki kafes sabiti değerlerinin artmasına neden olduğu anlaşıldı. Bunun yanı sıra (111) düzleminde kafes sabitinin nitrürleme sırasındaki azot oranının artışıyla birlikte arttığı görüldü. Bunun nedeni azot atomlarının sıcaklık ve gaz oranıyla doğru orantılı olarak ostenit kafes yapısına nüfuz etmesi ve kafes yapısını aynı oranda genişletmesidir.

4.3 Sertlik Ölçümleri

Sertlik ölçümleri hem Vickers hem de ultra mikro sertlik olarak iki şekilde yapıldı. Yapılan vickers sertlik ölçümleri, homojen yapıya sahip malzemelere uygulandığından, iki farklı tabakadan oluşan bir yapıya sahip durumdaki nitrürlenmiş 316L ostenitik paslanmaz çelik numunelerin, farklı yükler altındaki sertliklerine bakıldı.

Ultra mikro sertlik ölçümlerinde de nitrürlenmiş numunelerin, nitrülenmemiş 316L ostenitik çelik malzemeye göre, sertliklerinin arttığı açıkça görüldü (şekil 4.10).

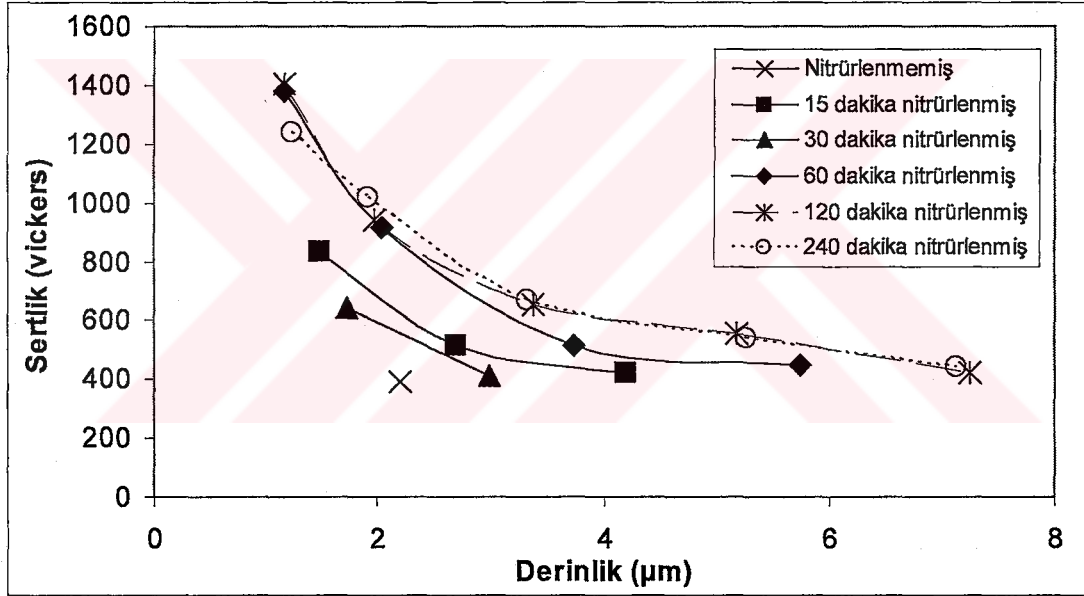


Şekil 4.10: Nitrülenmemiş ve %10 N₂ ve 450 C° de nitrülenmiş numunelerin Ultra mikro sertlik cihazıyla ölçülmüş sertlik değerleri

Nitrürleme süresinin sertlik artışıyla orantılı olarak arttığı, sertlik ölçümü sırasında ucun batma derinliğinde buna bağlı olarak düştüğü görüldü.

Ölçümler sonucunda, bir nitrür tabakasının oluştuğu, oluşan nitrür tabakası sonucu da sertliğin arttığı görüldü. Sertlik ölçme ucunun nitrürlenme süresiyle ters orantılı olarak, numuneye batma miktarı azalmaktadır. Nitrür süresinin artmasıyla, oluşan nitrür tabakasının kalınlığı artmaktadır. Nitrür tabakasının kalınlığının artması, ölçme sırasında, nitrürlenmiş tabakanın altında kalan, nitrülenmemiş kısmın sertlik ölçümüne etkisini azaltmaktadır. (şekil 4.10).

316L ostenitik paslanmaz çelik malzemenin nitrülenmiş numunelerinin vickers sertlik ölçümleri yapılırken, ölçüm kuvveti 25 gr'dan başlayarak, nitrülenmemiş 316L ostenitik çelik malzemenin sertliği olan 400 vicker değerlerine yakın ölçümler alınana kadar ölçüm kuvveti artırılarak sertlik değerleri ölçüldü. Sertlik ölçümleri sırasında, piramit ucun malzemede bıraktığı dörtgen izin köşegen uzunlukları yardımıyla, sertlik ölçüm derinlikleri bulundu.



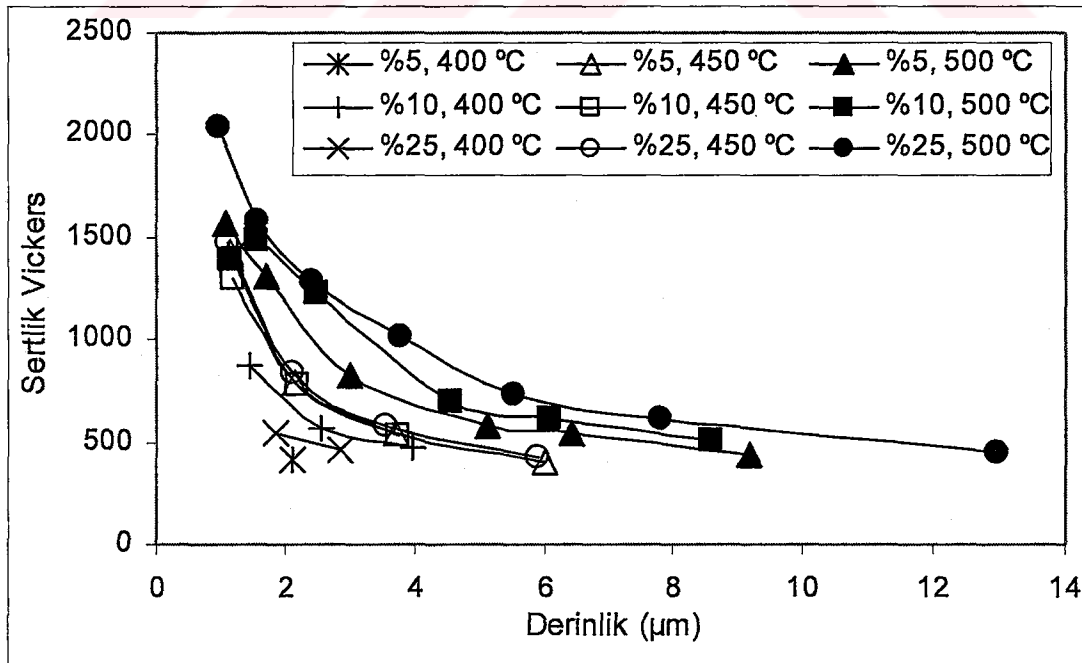
Şekil 4.11: Nitrülenmemiş ve %10 N₂ ve 450 C°'de nitrülenmiş numunelerin derinliğe bağlı vickers sertliği değerleri

Grafiklerden nitrürlenme şartlarının nitrür tabakasının kalınlığı üzerine etkileri görülmekte. Şekil 4.11, %10 N içeren ortamda, 450 C°'de yapılan nitrürlenmelerin grafiğini göstermekte. Nitrürlenme süresinin artması ile oluşan nitrür tabakası kalınlığı artmakta ve daha yüksek sertlik değerleri görülmekte. Şekil 4.11'de, nitrürlenme süresi arttıkça yapılan ölçüm sayısının arttığı görülmekte. Bu da, nitrür tabakasının büyümesi sonucu, nitrülenmemiş tabakanın sertlik ölçümüne etkisinin ancak daha büyük yüklerle yapılan sertlik ölçümlerinde ortaya çıktığını göstermekte.

Nitrürleme sıcaklığının artması sertlik artışını etkilemekte. Bunun nedeni, sıcaklıkla birlikte oluşan nitrür tabakası kalınlığı artmakta bu da nitrülenmemiş alt tabakanın sertlik ölçümüne etkisinin azalmasına neden olmakta. Bunun sonucu olarakta yüzeyden yapılan sertlik ölçümlerinde, yüksek sıcaklıklarda nitrürlenmiş numunelerin daha büyük sertlik değerlerine sahip olduğu görüldü. %10 N, 1 saatlik nitrürlenmeler sonucu, 400 C°'de nitrülenmiş numune 25 gram ile yapılan ölçümlerde 848 Vickers sertlik değerine sahipken, 450 C°'deki numune 1296 Vickers, 500 C°'deki numune 1741 Vickers sertliğe sahiptir. Nitrülenmemiş numunenin sertliği ise 358 Vickers civarındadır (şekil 4.12).

316L ostenitik paslanmaz çelik malzemeden yapılmış numunelerden eşit nitrürlenme süresinde nitrülenmiş parçaların incelenmesi sonucu, nitrürlenmenin yapıldığı gaz karışımındaki azot (N) oranının artışının, sertlik değerinin değişimini arttırdığı görüldü.

Nitrürlenmenin yapıldığı ortamdaki azot oranının sertlik artışında etkili olduğu görüldü. Azot oranı yüksek nitrürlenme yapılmış numunelerin sertliklerinin de yüksek olduğu ölçüldü. 1 saatlik ve 450 C°'de %5, %10, %25 N oranlarıyla yapılmış nitrürlenmeler sonucunda, 25 gram ile yapılan Vickers ölçümleri %5 N içeren numunenin 1022 Vickers, %10 N içeren numunenin 1296 Vickers, %25 N içeren numunenin 1815 Vickers sertliğe sahip olduğu görüldü (şekil 4.12).

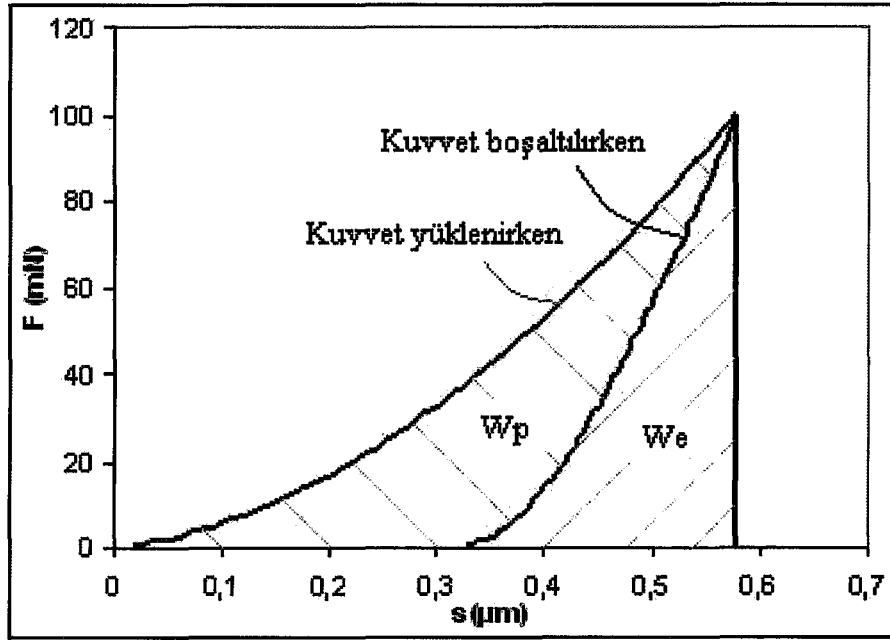


Şekil 4.12: 1 saat nitrülenmiş numunelerin derinliğe bağlı Vickers sertlik değerleri

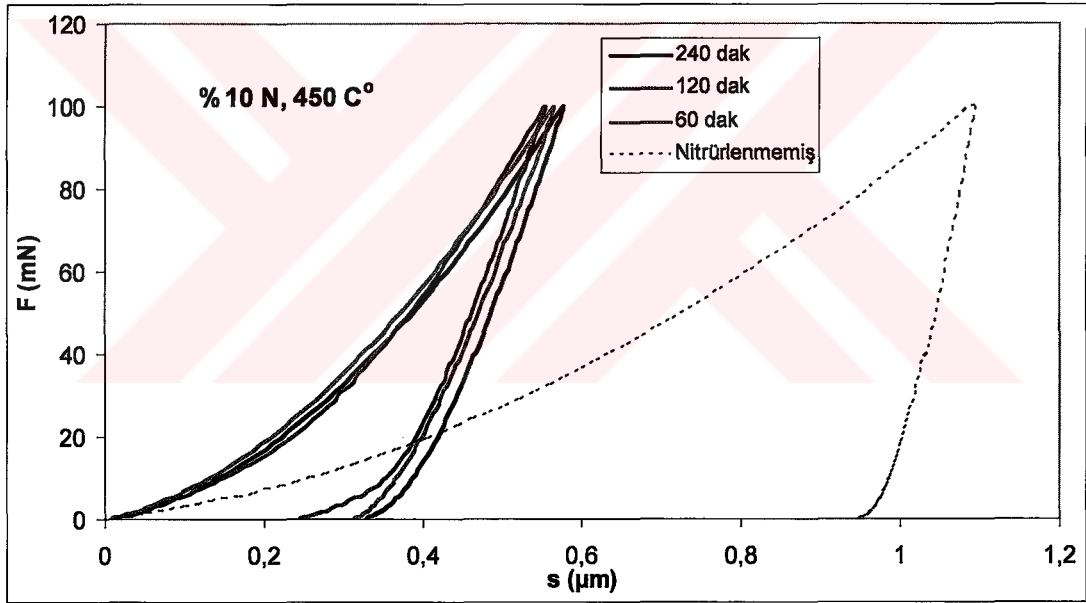
Şekil 4.12 farklı nitrürleme sıcaklıkları ve gaz oranlarının, sertlik – derinlik karşılaştırmasının ilişkisini gösteriyor. Grafik, azot oranı ile sertlik değerleri arasında doğru orantılı bir bağıntı olduğunu göstermekte. Aynı şekilde bir durum, sertlik değerleri ile nitrürleme sıcaklığı arasında bulunduğu gözükmemekte. Her iki durumda da sertlik değerinin artışı oluşan nitrür tabakası kalınlığındaki büyümenin bir etkisi.

Vickers sertlik ölçümleri sonrasında, hem %10 N, 450 C°'de farklı sürelerde hem de 1 saatlik, farklı gaz oranları ve sürelerde nitrürlenmiş 316L austenitik paslanmaz çelik numuneler, ultra mikro sertlik testlerine tabi tutuldu. Ultra mikro sertlik ölçümleri sırasında kullanılan kuvvetin Vickers sertlik ölçümlerinde kullanılanlardan daha düşük olması, ölçüm cihazının daha hassas olması ve ölçüm sonuçları kullanarak farklı analizlerin yapılabilmesi, malzeme hakkında daha detaylı bilgilere ulaşılabilmesini sağladı. Ultra mikro sertlik ölçümlerinde kullanılan kuvvetin Vickers sertlik ölçümüne göre düşük olması, nitrürlenmiş tabakanın altında kalan nitrürsüz bölgenin, ölçümlere etkisini azaltmakta, hatta hiç etki göstermemekte. Ultra mikro sertlik ölçümleri sırasında, ucun malzemeye batışı ve çıkışı esnasında ucun malzemeye batma miktarı ve kuvveti sürekli olarak kaydedilmekte. Bu sayede malzemenin çeşitli özellikleri hakkında bilgi elde edilebilmekte.

Yapılan ultra mikro sertlik deneyleri sırasında en büyüğü 900 mN olan yükler kullanıldı. Her yük 60 eşit adımda uygulanacak şekilde ayarlamalar yapıldı. Her adımın uygulanma süresi 1 saniye seçildi. Mikro sertlik deneyleri sonrasında elde edilen datalarla, kuvvet - derinlik grafikleri bulundu.



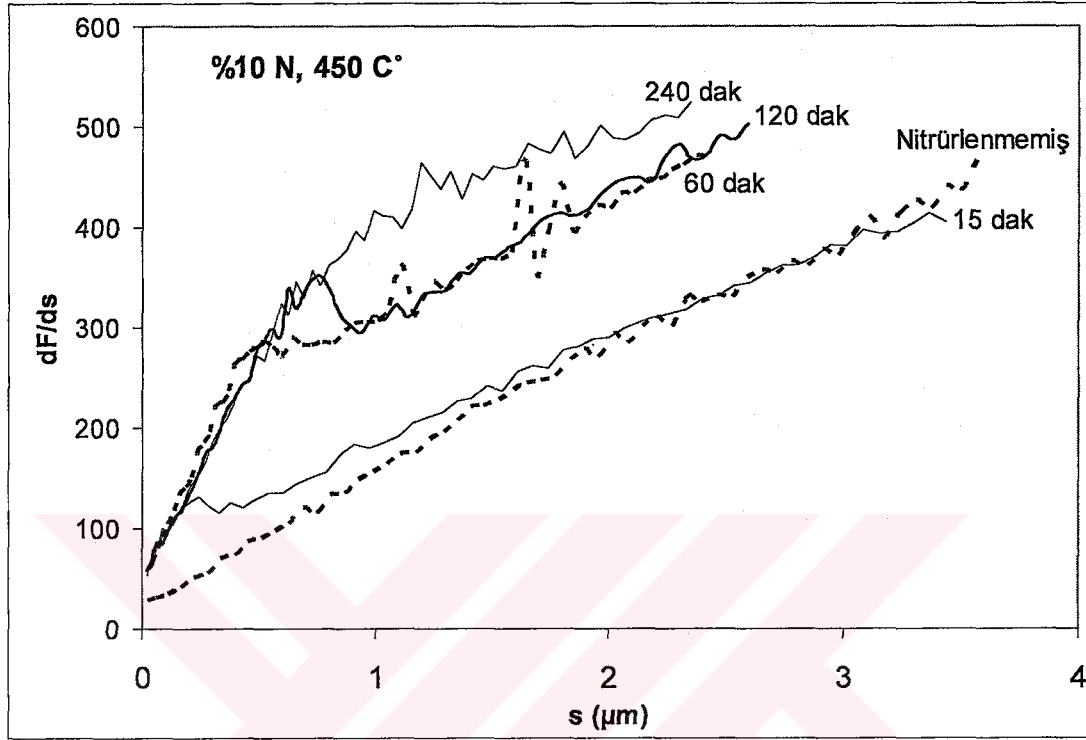
Şekil 4.13.a: Kuvvet - derinlik (F-s) grafiği



Şekil 4.13.b: Nitrülenmemiş ve %10 N₂ ve 450 C°'de 60, 120 ve 240 dakika nitrülenmiş numunelerin ultra mikro sertlik ölçümleri ile elde edilmiş kuvvet derinlik (F-s) grafiği

Kuvvet - derinlik (F-s) grafiği (şekil 4.13.a), sertlik ölçümü sırasında numuneye kuvvet yüklenirken ve boşaltılırkenki sertlik ölçme ucunun numuneye dalma derinliğini göstermekte. Kuvvetin yüklenirken ve boşaltılırkenki iki durumunu gösteren çizgi arasındaki alan, numunenin uğradığı plastik deformasyonun enerjisini (W_p) göstermektedir. Nitrülenmiş numunelerde bu enerjinin düştüğü görülmekte (şekil 4.13.b). Grafiğin tepe noktasından ucun basma derinliği eksenine inilen dik

çizgi ile yükün kaldırılmasını gösteren çizgi arasında kalan alan ise numunelerin uğradığı elastik deformasyonun enerjisini (W_e) göstermekte (şekil 4.13.a). Elastik deformasyona harcanan enerjinin, nitrürlenmiş numunelerde, nitrülenmemişe göre daha düşük olduğu da görülmekte (şekil 4.13.b).



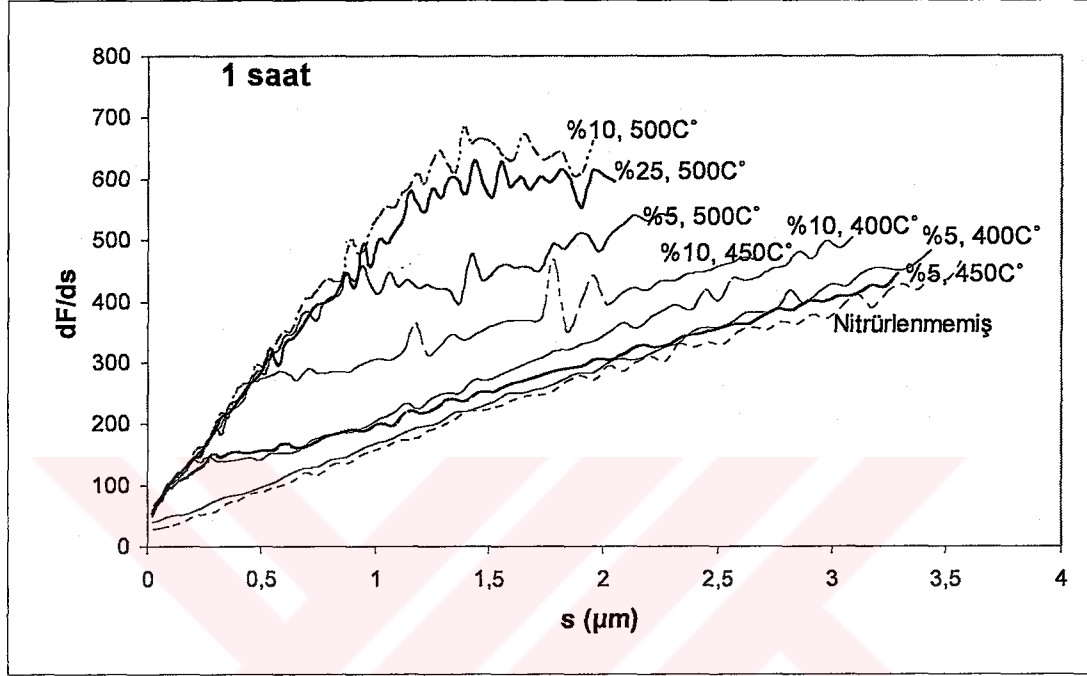
Şekil 4.14: Nitrülenmemiş ve %10 N_2 ve 450 C° de nitrülenmiş numunelerin ultra mikro sertlik ölçümleri ile elde edilmiş $dF/ds - s$ grafiği

Şekil 4.14'te %10 N_2 ve 450 C° de yapılan nitrürlenmelerin ultra mikro sertlik ölçümleri sonucu elde edilmiş $dF/ds - s$ grafiği görülmekte. Eğrilerin eğimi o noktadaki sertlik değerini vermekte. Eğrilerin yatay eksenle yaptığı açı arttıkça, sertliğin arttığı anlaşılmakta. Nitrülenmiş malzemenin setleştiği ultra mikro sertlik ölçümlerinde de görülmekte.

Nitrülenmemiş numune hariç, eğriler belirli bir yere kadar aynı eğimi göstermekte. Kırılma noktası olarak tanımlayabileceğimiz bu nokta, nitrülenmemiş malzemenin ölçümü etkilemeye başladığı nokta olarak kabul ediliyor. Bu noktanın, nitrür tabaka kalınlığının $1/7 - 1/10$ 'u arasında bir değere sahip olduğu düşünülmekte.

%10 N_2 , 450 C° de 15 dakika nitrülen numunenin Vickers sertlik ölçümlerinde, sertliğinin nitrülenmemiş numuneye göre pek değişmediği görülmesine karşın, 15 dakika nitrülen numunenin ultra mikro sertlik ölçümleriyle elde edilen datalar sonrası çizilen $dF/ds-s$ grafiği, başarılı bir nitrürlenme yapıldığını göstermekte (şekil

4.14). Ayrıca, aynı grafikte kırılma noktasına kadar olan eğrinin eğiminin diğer nitrürlenmiş numunelerinkilerle aynı değerde olduğu görülüyor. Bu da, altta kalan nitrülenmemiş tabakanın sertlik ölçümüne olan etkisinin ortadan kaldırılabilmesi durumunda, daha uzun süre nitrülenmiş diğer numunelerle aynı sertlik değerinin ölçülebileceğini göstermekte.

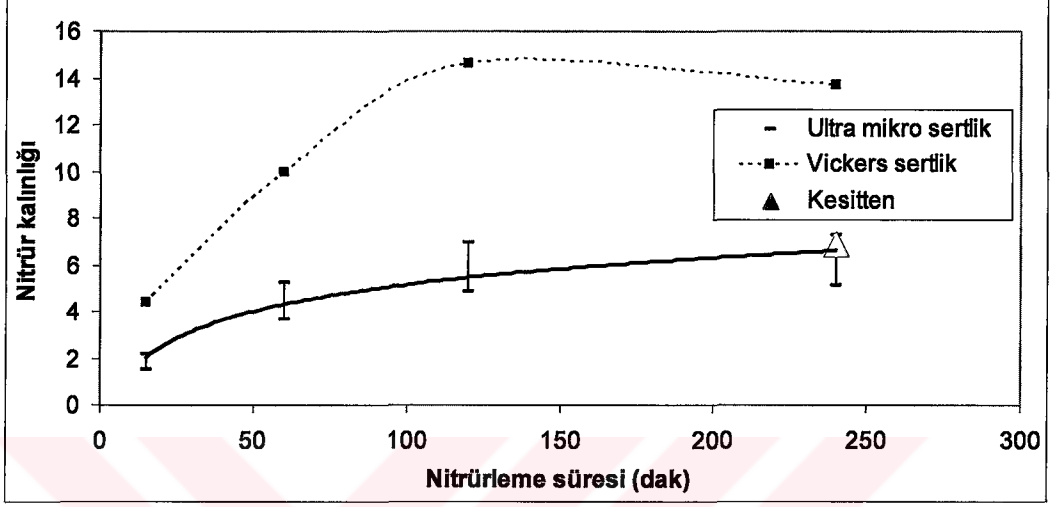


Şekil 4.15: Nitrülenmemiş ve 1 saat nitrülenmiş numunelerin ultra mikro sertlik ölçümü ile elde edilmiş $dF/ds - s$ grafiği

Farklı gaz oranları ve sıcaklıklarda yapılan 1 saatlik nitrürlenmelerin $dF/ds - s$ sonuçları görülen şekil 4.15'te, %5 N ve 400 C°'de yapılmış nitrülenmede, N atomlarının ostenit kafesine pek giriş yapmadığı görülmekte. Diğer numuneler dikkate alındığında, numunelerin yüzeye yakın kısımlarında yani alttaki nitrülenmemiş tabakanın etkisinin görülmediği, sadece nitrülenmiş tabakanın sertliğinin ölçülmesi durumunda, sertlik değerlerinin eşit olduğu anlaşılmakta. Bu numunelerin x-ray ışını grafikleri (şekil 4.7) incelendiğinde, numunelerin bazılarında CrN oluşumuna rastlandığı görülmekte. Bunlar göz önüne alındığında CrN oluşumunun sertlik değerini etkilemediği görülmektedir. Buradan, CrN oluşturmada da yüksek sertlikte nitrür tabakasına sahip numuneler oluşturulabildiği anlaşıldı.

$dF/ds - s$ grafiklerindeki eğrilerin kırılma noktalarının s (ucun batma derinliği) değeri yardımıyla nitrür tabakasının kalınlığı hakkında bilgi edinilmesini sağlamakta. Nitrür tabakası kalınlığı, kırılmanın görüldüğü noktanın s değerinin 7 ila 10 katı arasındaki

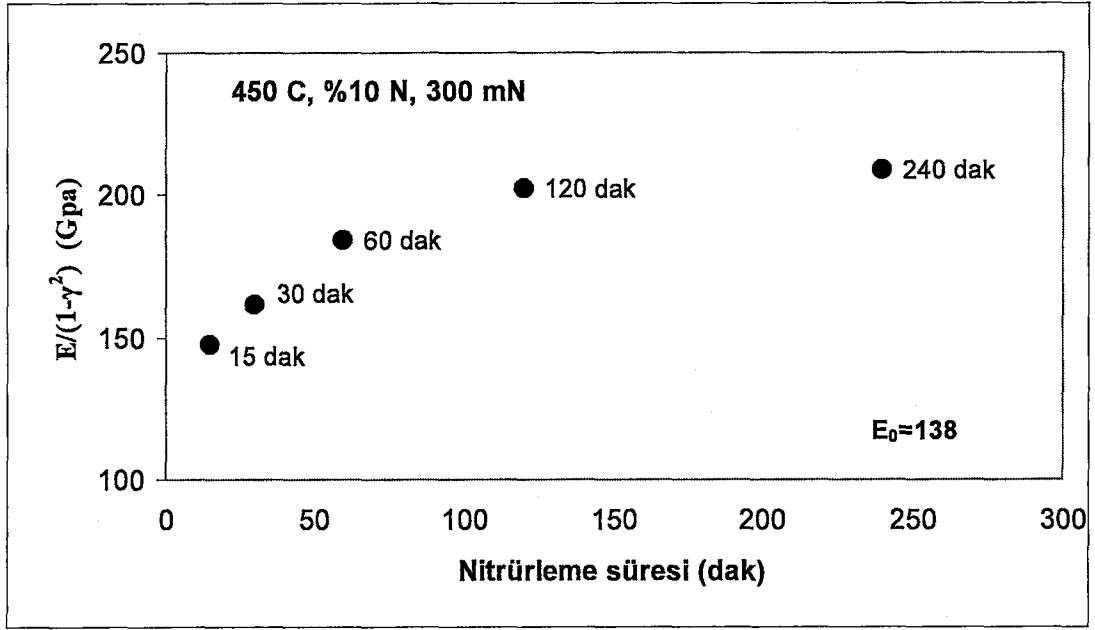
bir değere sahiptir. Ultra mikro sertlik ölçümüyle bulunmuş nitrür tabaka kalınlığı, Vickers sertlik ölçümleri kullanılarak tahmin edilen nitrür tabaka kalınlığına göre çok daha küçük değerlerde bulunmaktadır. Bu, Vickers sertlik ölçümleri ile yapılan nitrür tabaka kalınlığı tahminlerinin olandan büyük kabul edildiğini göstermektedir (şekil 4.16).



Şekil 4.16: %10 N₂ ve 450 C°'de nitrürlenmiş numunelerin hem ultra mikro sertlik ölçümüyle hem de vickers sertlik ölçümü ile elde edilmiş nitrür kalınlığı değerleri

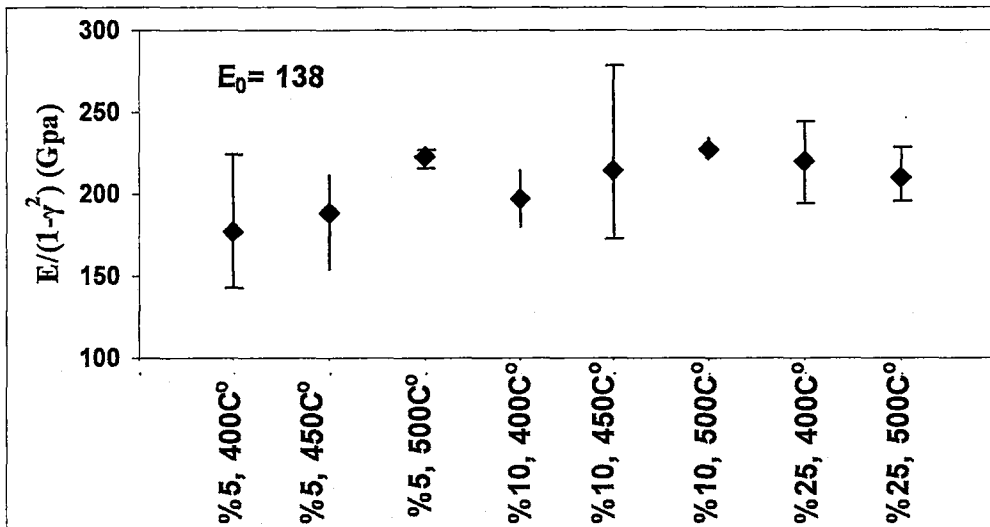
Şekil 4.16'da, %10 N₂, 450 C°'de 240 dakika nitrürlenmiş numunenin kesitten alınan ultra mikro sertlik ölçümü sonucu, nitrür kalınlığını gösteren kırmızı üçgen, yüzeyden yapılan ultra mikro sertlik ölçümlerinin, nitrür kalınlığını bulmada daha doğru bir yaklaşım olduğunu göstermekte.

Ultra mikro sertlik ölçümü sırasında malzemenin elastisite modülü de bulunabilir. Elastisite modülünün ($E/(1-\gamma^2)$) 316L ostenitik malzemenin çeşitli nitrürleme şartlarına göre değişimlerini şekiller 4.17 ve 4.18 göstermektedir.



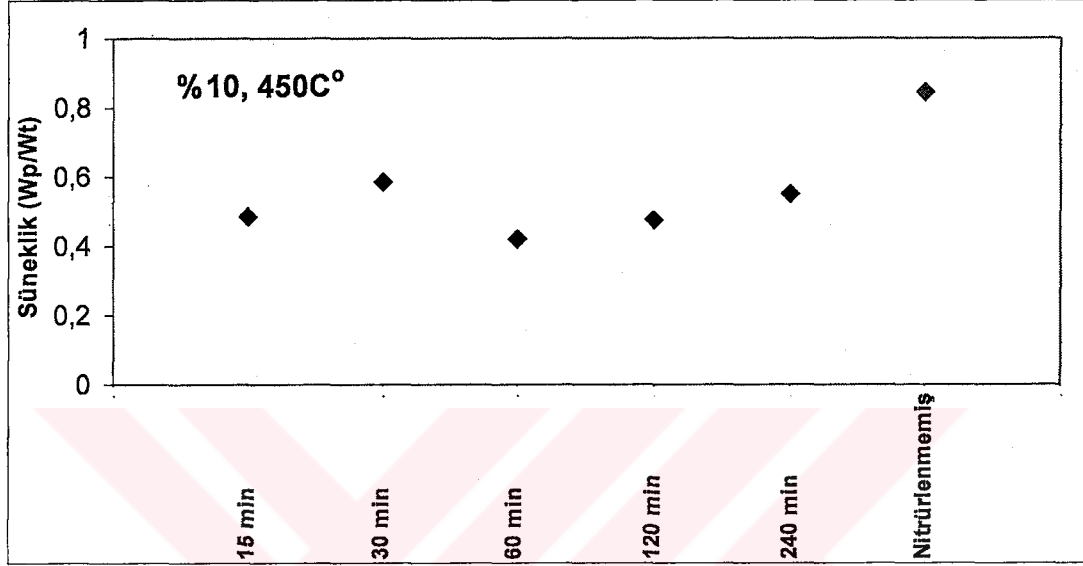
Şekil 4.17: %10 N₂ ve 450 C°'de nitrülenmiş numunelerin elastisite modülü değerleri

%10 N₂ gaz oranına sahip 450 C°'de değişik sürelerde yapılmış nitrülemeler sonucu 316L ostenitik çelik malzemenin elastisite modülünde meydana gelen değişim şekil 4.17'de görülmekte. Elastisite modülünün nitrüleme zamanının artmasıyla azalan bir artım gerçekleştirdiği görülmekte. Bu, nitrüleme tabaka kalınlığının, nitrüleme süresine bağlı olarak değişimiyle benzerlik göstermektedir. Nitrüleme sonucu %33 mertebelerinde artış gözlenmiştir. Şekil 4.17'de görülen zamana bağlı artış, aslında nitrür tabakasının kalınlığının artması ile alttaki nitrülenmemiş kısmın etkisinin azalması sonucudur.



Şekil 4.18: 1 saat nitrüleme yapılmış numunelerin elastisite modülü değerleri

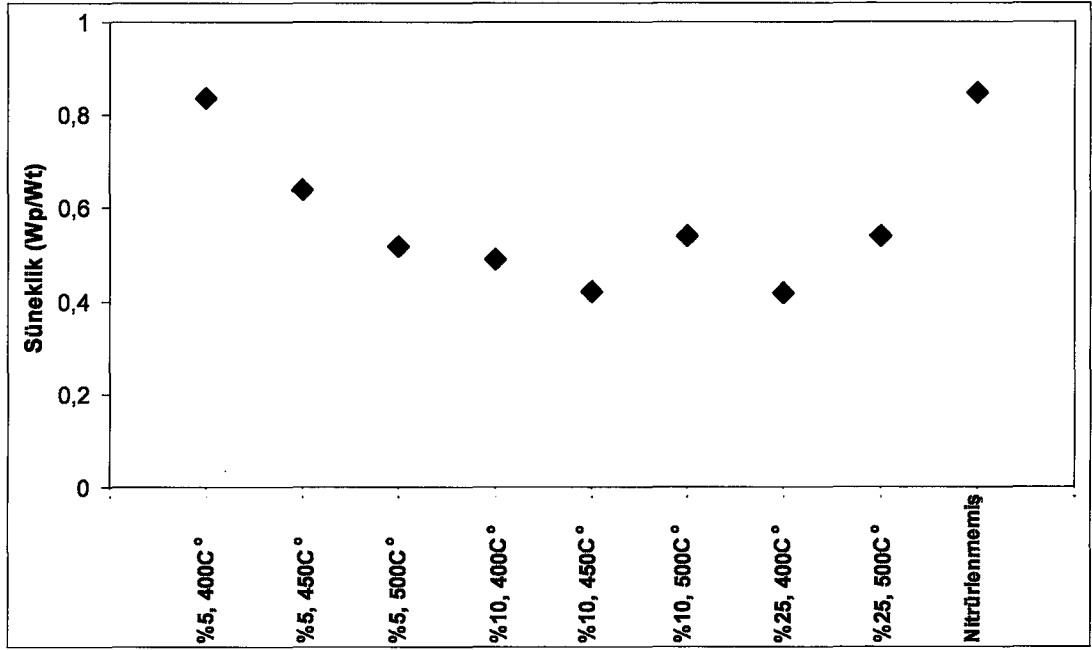
Şekil 4.18’de görülen grafik, 1 saat nitrürleme sonucu 316L ostenitik paslanmaz çeliğin elastisite modülündeki değişimi göstermektedir. Bu değerler sadece nitrür tabakasını içeren ölçümler sonucu (altlık malzeme etkisi olmadan) elde edilmiştir. Plazma nitrürleme şartlarının elastisite modülünün değerini değiştirmedığı görülmektedir (şekil 4.7). Fakat CrN oluşumuna rastlanmış numunelerin elastisite modülünün diğerlerine göre daha yüksek olduğu da dikkat çekicidir.



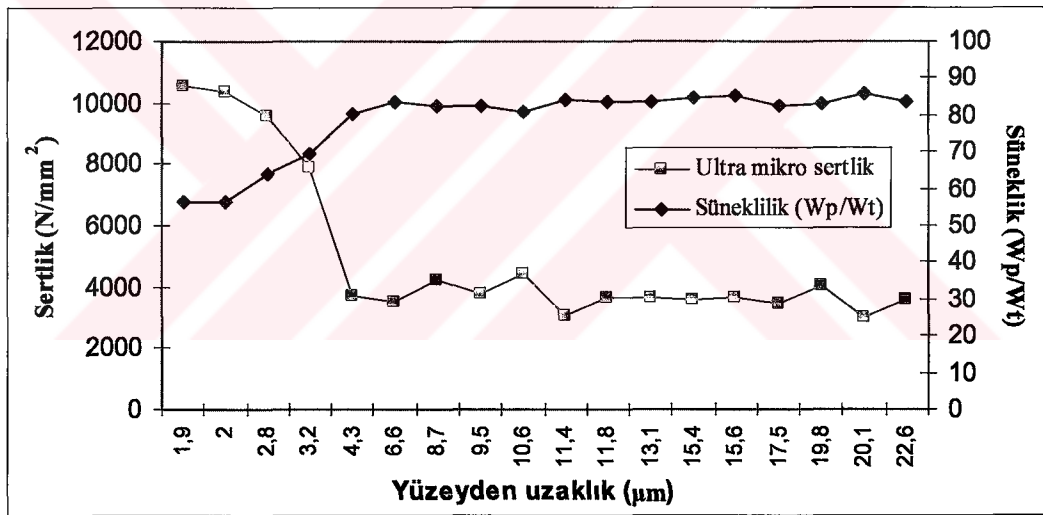
Şekil 4.19: %10 N₂ ve 450 C°’de yapılan nitrürlemeler sonucu elde edilen süneklik değerleri

Şekil 4.19’da, %10 N₂ ve 450 C°’de çeşitli sürelerde nitrürlenmiş numunelerin ultra mikro sertlik ölçümlerinden elde edilmiş datalar aracılığıyla elde edilmiş süneklik değerleri görülmekte. Nitrürlemeyle sünekliğin değiştiği görüldü. Nitrürleme süresiyle sünekliğin pek değişmediği görüldü.

1 saat süre ile %5, %10 ve %25 azot oranlarında 400, 450, 500 C°’lerde yapılan nitrürlemeler sonucunda, sünekliğin, nitrürleme sırasında kullanılan gazın azot oranı ve nitrürleme sıcaklığıyla değişmediği görüldü (şekil 4.20). %5 N₂, 400 C°’de 1 saat nitrürlenen numunenin sünekliğinin pek değişmediği görüldü. Bunun nedeni olarak, numunenin diğer dataları incelendiğinde, bu şartlarda nitrürlemenin pek gerçekleşmemesinden olduğu sonucuna varıldı.



Şekil 4.20: 1 saat süre çeşitli gaz oranları ve sıcaklıklarda yapılmış nitrürlemeler sonucu elde edilen süneklik değerleri



Şekil 4.21: %10 N₂, 450 C°de 240 dakika nitrürlenen numunenin kesitinden yapılan ölçümler sonrası elde edilen sertlik ve süneklik değerleri

Şekil 4.21'de, %10 N₂, 450 C°de 240 dakika nitrürlenmiş numunenin kesitten yapılan ultra mikro sertlik deneyleri sonucu elde edilen sertlik ve süneklik değerleri görülmektedir. %10 N₂, 450 C°de 240 dakika nitrürlenmiş numunenin tahmini nitrür kalınlığı değerine uygun olarak (şekil 4.16), hem sertlik hem de süneklik değerlerinin yüzeyden 6,9 µm içeride bir değişime uğradığı görüldü. Bu değer süneklik değerlerinin interpolasyonu ile bulunmuştur.

5. SONUÇLAR

316L ostenitik paslanmaz çeliğin düşük plazma nitrülenmesiyle elde edilen sonuçların dikkat çekici olanlarını şöyle sıralamak mümkündür.

Nitrürlenmenin, yüzey pürüzlülüğünü kötüleştirici yönde etki yaptığı görüldü. Bu etki nitrürlenme süresinin artmasıyla yüzey pürüzlülüğünde arttığı ancak belirli bir değerden yukarıya çıkmadığı şekilde görüldü. Nitrürlenme süresinin uzamasının yüzey pürüzlülüğü üzerindeki olumsuz etkisi gibi nitrürlenme sıcaklığının ve nitrürlenmede kullanılan azot gazı oranının da yüzey geometrisini bozucu etkide bulunduğu anlaşıldı. Nitrürlenme süresi ve azot oranı arttıkça numunelerin yüzey pürüzlülükleri de arttı. Yüzey pürüzlülüğündeki bu artışın nitrürlenmiş parçaların üzerinde oluşan karartıların giderilmesi durumunda eski değerine düştüğü görüldü.

Nitrürlenmenin, %10 N₂ ve 450 C°'de yapılması durumunda, denenen en uzun süre olan 240 dakikalık nitrürlenme süresinde bile CrN oluşmadığı görüldü. CrN fazının oluşumunun, 1 saat nitrürlenme yapılan numunelerden % 25 N₂ oranına sahip nitrürlenmeler ile 500 C°'de nitrürlenme yapılan numunelerde meydana geldiği görüldü.

450 C° ve %10 N içeren ortamda farklı nitrürlenme sürelerinde yapılmış deneyler sonucunda kafes sabitinin, (111) γ_n düzleminde pek fazla değişmezken, (200) γ_n düzleminde 120 dakikalık nitrürlenmeye kadar artışı görüldü. Bu da nitrürlenme süresinin artmasıyla, kübik yapının, kenarlarının farklı miktarlarda genişlemesi sonucu, tetragonal yapıya dönüştüğünü gösterdi. Kafes sabitindeki artış, bir başka deyişle kübik yapıdaki genişlemenin, daha yüksek nitrürlenme sıcaklıklarında veya ortamdaki azot oranının yükselmesiyle arttığı görüldü. Bu da nitrürlenme sonucu kafes yapıya giren azotun kafesi genişlemeye zorladığını gösterdi.

Yüzeyden yapılan sertlik ölçümlerinde sertliğin, nitrürlenme süresi, nitrürlenme sıcaklığı ve azot oranlarının her birine ayrı ayrı bağlı olarak doğru orantılı değiştiği görüldü. Fakat, gerek bu dataların dikkatle incelenmesi, gerekse kesitten yapılan sertlik ölçümleri, sertlikteki bu değişimlerin, nitrürlenme kalınlığının artışıyla,

nitrlenen tabaka altındaki nitrlenenmemiş kısmın sertlik ölçümüne etkisinin azalmasından kaynaklandığı anlaşıldı. Oluşan nitrlene tabakasının sertliğinin sabit kaldığı, nitrlene parametrelerine bağı olmadığı görüldü. Bu, düşük sıcaklıklarda, kısa nitrlene sürelerinde ve düşük azot oranlarında da yüksek sertlikte nitrlene tabakası oluşturulabildiğini gösterdi.

Yüzeyden sertlik ölçümü yapılması gereken durumlarda, Vickers sertlik ölçümleri ile tahmin edilebilecek nitrlene kalınlığının, mevcut olandan çok daha yüksek olacağı görüldü. Nitrlene tabakası kalınlığı tahminin, kademeli kuvvet uygulanarak, kuvvetin, sertlik ölçme ucunun batma deriliğine göre türevinin, batma miktarına bağı değişiminin incelenmesiyle daha doğru sonuçlar vereceği görüldü.

İlk yapılan deneylerin sonuçlarına bakarak elastik modülünün nitrlene süresine bağı olarak değiştiği düşünölmüş olsa da, daha sonradan görüldüki bunun, sertlik ölçümlerinde rastlanılan durum gibi, nitrlene tabakasının kalınlığının artmasıyla, nitrlenenmemiş malzemenin ölçümlere etkisinin azalmasından kaynaklandığı anlaşıldı. Nitrlenenin elastiklik modülünü arttırdığı ama nitrlene parametrelerinin direk bir etkisinin olmadığı görüldü. Burada dikkat çeken bir nokta ise CrN oluşumuna rastlanılmış numunelerin elastiklik modüllerinin nitrlenenmiş diğere numunelere göre biraz daha yüksek olduğudur.

Nitrlenmeyle malzemenin sünekliğinin düştüğü ama değişimin nitrlene koşullarıyla bağılantılı olmadığı görüldü.

KAYNAKLAR

- [1] Genel, K., 2000, İyon nitrürleşmiş AISI 4140 çeliğin yorulma ve korozyonlu yorulma davranışı, *Doktora Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [2] Baycık, H., 1999, İyon nitrürleşmiş H13 sıcak iş çeliğinin sıcaklık ve zaman ile sertlik değerlerinin değişimi, *Doktora Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [3] Bakkal M., 1999, İyon nitrürleşmenin östemperlenmiş AISI 8660 çeliğinin mekanik özelliklerine etkisi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [4] Randal N. X., Renevier N., Michel H. ve Collignon P., 1997, Correlation between processing parameters and mechanical properties as a function of substrate polarisation and depth in a nitrided 316L stainless steel using nanoindentation and scanning force microscopy, *Vacuum*, **48**, 849-855.
- [5] Gülmez T., 1998, Östenitik paslanmaz çelik ortopedik implantların iyon nitrürleşmeyle yorulma dayanımlarının artırılması, *Doktora Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [6] Marot L., Le Bourhis E., Straboni A., 2002, Improved nitridation efficiency and mechanical property of stainless steel surface after N₂-H₂ plasma nitridation at low temperature, *Materials letters*, **56**, 76-79.
- [7] Menthe E., Rie K.-T., Schultze J. W., Simson S., 1995, Structure and properties of plasma-nitrided stainless steel, *Surface & Coatings Technology*, **74-75**, 412-416.
- [8] Shackelford J. F., 1996, Introduction to Materials Science for Engineers, Prentice hall int. Inc. Upper Saddle River, N.J.
- [9] Collins G. A., Hutchings R., Short K. T., Tendys J., Li X., Samandi M., 1995, Nitriding of austenitic stainless steels by plasma immersion ion implantation, *Surface & Coatings Technology*, **74-75**, 417-424.
- [10] Cho K. S., Lee C. O., 1980, The effects of carbon on ion nitriding, *Journal of Engineering Materials and Technology*, **102**, 229-233.
- [11] Bordji K., Jouzeau J.-Y., Mainard D., Payan E., Delagoutte J.-P., Netter P., 1996, Evaluation of the effect of three surface treatments on the biocompatibility of 316L stainless steel using human differentiated cells, *Biomaterials*, 491-500.
- [12] Menthe E., Rie K.-T., 1999, Further investigation of the structure and properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding, *Surface & Coatings Technology*, **116-119**, 199-204.

- [13] Liang W., Bin X., Zhiewei Y., Yaqin S., 2000, The wear and corrosion properties of stainless steel nitrided by low-pressure plasma-arc source ion nitriding at low temperatures, *Surface & Coatings Technology*, **130**, 304-308.
- [14] Öztürk O., Williamson D. L., 1995, Phase and composition depth distribution analyses of low energy, high flux N implanted stainless steel, *J. Appl. Phys.*, **77** (8), 3839-3850.
- [15] Tomann U. I., Uggowitzer P. J., 2000, Wear-corrosion behavior of biocompatible austenitic stainless steels, *Wear*, **239**, 48-58.
- [16] Genel K., Demirkol M., Gülmez T., 2000, Corosion fatigue behaviour of ion nitrided AISI 4140 steel, *Materials Science & Engineering A*, **288**, 91-100.
- [17] Dyet J. F., Watts W. G., Ettles D. F., Nicholson A. A., 2000, Mechanical properties of metallic stents: How do these properties influence the choice of stent for specific lesions?, *Cardiovascular and International Radiology*, **23**, 47-54.
- [18] Weissavach W., Anık S., Anık, E. S., Vural M., 1996, Malzeme bilgisi ve muayenesi muayenesi, Birsen yayınevi, İstanbul.
- [19] Kazmanli M.K., Rother B., Ürgen M., Mitterer C., 1998, Indentification of cracks generated by indentation experiments in hard-coating systems, *Surface & Coatings Technology*, **107**, 65-75.
- [20] Trabzon L., İğdil M. C., 2004, On the materials properties of thin film plasma-nitrided austenitic stainless steel, *Surface & Coatings Technology*, artical in press.
- [21] Trabzon L., İğdil M. C., 2005, Mechanical Properties Of Austenitic Stainless Steel After Low Temperature N₂-H₂ Plasma Nitridation, *Proceedings of The 1st International Conference on Diffusion in Solids and Liquids*, July 6-8, 2005, University of Aveiro, Aveiro, Portugal

ÖZGEÇMİŞ

Mustafa Cem İĞDİL, 1978 yılında İstanbul'da doğdu. Gaziantep Vehbi Dinçerler Fen Lisesinden mezun oldu. Yıldız Teknik Üniversitesi Makina Mühendisliği lisans programını tamamladıktan sonra İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makina Mühendisliği Fakültesi, Malzeme ve İmalat programında yüksek lisans yapmaya hak kazandı.

