

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**YÜKSEK ALAŞIMLI ÇELİKLERİN
NİTRÜRLENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Ozan AKÇAKESE**

Anabilim Dalı : Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Programı : Malzeme Mühendisliği

HAZİRAN 2011

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**YÜKSEK ALAŞIMLI ÇELİKLERİN
NİTRÜRLENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Ozan AKÇAKESE
(506091440)**

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 05 Mayıs 2011

Tezin Savunulduğu Tarih : 07 Haziran 2011

**Tez Danışmanı : Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. E.Sabri KAYALI (İTÜ)
Prof. Dr. Mehmet KOZ (MÜ)**

HAZİRAN 2011

ÖNSÖZ

Tez çalışmamda, yol gösteren, bilgi ve birikimlerini benden esirgemeyen başta danışmanım Sayın Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU olmak üzere Sayın Prof. Dr. E.Sabri KAYALI ve Sayın Doç. Dr. Murat BAYDOĞAN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmamın her noktasında emeği olan, bilgilerini ve zamanını paylaşan, birlikte çalışmaktan büyük zevk duyduğum Araş. Gör. Dr. Özgür ÇELİK'e sonsuz şükranlarımı sunarım.

Deneysel çalışmalarım sırasında kendi bünyelerinde bulunan laboratuvar olanaklarını kullanmamı sağlayan Sayın Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN'e, Sayın Prof. Dr. Servet TİMUR'a, Sayın Prof. Dr. M. Lütü ÖVEÇOĞLU'na ve Sayın Yrd. Doç. Dr. Erdem ATAR'a; XRD ve korozyon deneylerimi gerçekleştiren Sevgin TÜRKELİ ve Met. Müh. Utku VAROL'a teşekkür ederim.

Çalışma sırasında desteklerinden ötürü Araş. Gör. Onur MEYDANOĞLU'na, Araş. Gör. Mert GÜNYÜZ'e, Araş. Gör. Selim COŞKUN'a, Yük. Müh. Aziz GENÇ'e ve Met. Müh. Recep VATANSEVER'e teşekkür ederim.

Bu çalışmayı 107M409 projesi kapsamında destekleyen TÜBİTAK'a teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak beni yetiştiren, maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen aileme sonsuz saygı ve sevgilerimi sunarım.

Haziran 2011

Ozan AKÇAKESE
Metalurji ve Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	iii
İÇİNDEKİLER	v
KISALTMALAR	vii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	ix
ŞEKİL LİSTESİ.....	xi
ÖZET.....	xv
SUMMARY	xvii
1.GİRİŞ	1
2.YÜKSEK ALAŞIMLI ÇELİKLER	3
2.1 Paslanmaz Çelikler	3
2.1.1 Martenzitik paslanmaz çelikler.....	3
2.1.2 Ferritik paslanmaz çelikler	3
2.1.3 Ostenitik paslanmaz çelikler.....	4
2.1.4 Dupleks paslanmaz çelikler	4
2.1.5 Çökelti ile sertleşen paslanmaz çelikler.....	4
2.2 Takım Çelikleri.....	5
2.2.1 Suda sertleştirilmiş takım çelikleri	5
2.2.2 Şok dirençli takım çelikleri.....	6
2.2.3 Soğuk iş takım çelikleri	6
2.2.4 Sıcak iş takım çelikleri	6
2.2.4.1 Kromlu sıcak iş takım çelikleri	7
2.2.4.2 Tungstenli sıcak iş takım çelikleri	9
2.2.4.3 Molibdenli sıcak iş takım çelikleri.....	9
2.2.5 Plastik kalıp çelikleri	10
2.2.6 Özel amaçlar için geliştirilmiş takım çelikleri.....	12
2.2.7 Yüksek hız takım çelikleri	13
3. NİTRÜRLEME	15
3.1 Nitrürleme Yöntemleri	17
3.1.1 Gaz nitrürleme	17
3.1.1.1 Floe prosesi	22
3.1.1.2 Geliştirilmiş gaz nitrürleme prosesleri.....	22
3.1.2 Akışkan yataklı fırında nitrürleme.....	24
3.1.2.1 Akışkan yataklarda ısı transferi	25
3.1.2.2 Akışkan yataklı fırınlarda kullanılan ısıtma metotları	26
3.1.2.3 Akışkan yataklı fırınların avantajları	27
3.1.3 Tuz banyosunda nitrürleme	28
3.1.4 Plazma nitrürleme.....	28
3.2 Nitrürleme İşleminin Tarihsel Gelişimi	30
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	41
4.1 Nitrürleme İşlemi	41
4.2 Nitrürlenmiş Yüzeylerin Yapısal Karakterizasyonu	42

4.3 Yapışma Özelliklerinin Belirlenmesi	43
4.3.1 Daimler-Benz Rockwell yapışma testi	43
4.3.2 Çizik testi	43
4.4 Korozyon Deneyleri	43
4.5 Aşınma Deneyleri	44
5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	47
5.1 Nitrülendirilmiş Yüzeylerin Yapısal Karakterizasyonu.....	47
5.1.1 AISI H13 kalite takım çelikleri.....	47
5.1.1.1 Ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çelikleri..	47
5.1.1.2 Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çelikleri.....	52
5.1.3 AISI P20 kalite takım çelikleri	56
5.1.4 AISI L6 kalite takım çelikleri	59
5.2 Yapışma Deneyleri	62
5.2.1 Daimler-Benz Rockwell-C yapışma testleri	62
5.2.2 Çizik deneyleri	67
5.3 Korozyon Deneyleri	70
5.4 Aşınma Deneyleri	72
5.4.1 Takım çeliklerinin aşınma deneyleri.....	72
5.4.2 AISI 316L paslanmaz çeliğinin aşınma deneyleri	78
6.GENEL SONUÇLAR	83
KAYNAKLAR.....	85
EKLER.....	89
ÖZGEÇMİŞ.....	113

KISALTMALAR

AISI	: Amerikan Demir ve Çelik Enstitüsü
SBF	: Yapay vücut sıvısı
HRC	: Rockwell C sertlik değeri
HB	: Brinell sertlik değeri
HV	: Vickers sertlik değeri
HMK	: Hacim merkezli kübik kristal yapı
YMK	: Yüzey merkezli kübik kristal yapı
HSD	: Hekzagonal sıkı paket düzeni
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
XRD	: X-ışınları difraksiyonu
TEM	: Geçirmeli elektron mikroskobu
CMC	: Yük değerleri sürekli artan çok çevrimli yükleme metodu
ASTM	: Amerikan Malzeme Test Birliği
AFM	: Atomik kuvvet mikroskobu
GDOS	: Akkor boşaltımlı optik emisyon spektroskopisi

ÇİZELGE LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 4.1: Çalışmada kullanılan yüksek alaşımlı çeliklerin kompozisyonu	41
Çizelge 4.2: CMC metodu ile sertlik ölçümünde kullanılan parametreler.....	42
Çizelge 4.3: Yapay vücut sıvısı hazırlamada kullanılan bileşikler	45
Çizelge 5.1: Ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinin yüzey sertlikleri	49
Çizelge 5.2: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerinin yüzey sertlikleri.....	54
Çizelge 5.3: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliklerinin yüzey sertlikleri.....	58
Çizelge 5.4: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliklerinin yüzey sertlikleri.....	61
Çizelge 5.5: Nitrürlenmiş numunelere ait kritik yük değerleri	69
Çizelge 5.6: İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI 316L östenitik paslanmaz çelik numunelerin kuru ve SBF ortamında elde edilen kararlı durum sürtünme katsayıları	78

ŞEKİL LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1 : Takım çeliklerinin sınıflandırılması.....	5
Şekil 3.1 : Fe-N faz diyagramı	18
Şekil 3.2 : Azot atomunun arayer difüzyonunun şematik olarak gösterimi	19
Şekil 3.3 : Nitrürlenmiş çeliklerde oluşan bölgeler.....	21
Şekil 3.4 : γ' ve ϵ -nitrür fazlarının çelik yüzeyinde çekirdeklenmesinin gösterimi	21
Şekil 3.5 : Akışkanlaşma safhaları	25
Şekil 3.6 : Geldart diyagramı	26
Şekil 3.7 : Harici direnç ile ısıtılan akışkan yatak fırını.....	26
Şekil 3.8 : Dahili direnç ile ısıtılan akışkan yataklı fırın (1) kapak, (2) yalıtım malzemesi, (3) refrakter malzemesi, (4) akışkan yatak, (5) ısıtma elemanları (6) gaz girişi, (7) ısıtım işlem görececek numune.....	27
Şekil 3.9 : Gaz ısıtmalı (harici) akışkan yataklı fırın	27
Şekil 5.1 : Ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinin kesit mikroyapıları ve XRD paternleri; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune	48
Şekil 5.2 : Ön sertleştirme uygulanmamış AISI H13 numunelerinin sürekli artan yük altında çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune	50
Şekil 5.3 : 3 noktalı eğme deneyi sonucunda elde edilen fotoğraflar	51
Şekil 5.4 : Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 numunelerinin kesit mikroyapıları	53
Şekil 5.5 : Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerinin XRD paternleri, ; (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C ; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune.....	54
Şekil 5.6 : Nitrürlenmiş AISI H13 numunelerinin sürekli artan yük altında çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune	55
Şekil 5.7 : Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliklerinin kesit mikroyapıları ve XRD paternleri; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune	57
Şekil 5.8 : Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 numunelerinin sürekli artan yük altında çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune	58
Şekil 5.9 : Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliklerinin kesit mikroyapıları ve XRD paternleri; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune	59

Şekil 5.10	: Nitrürlenmiş AISI L6 numunelerinin sürekli artan yük altında çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune	61
Şekil 5.11	: Nitrürlen, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 çeliğine uygulanan Rockwell-C yapışma testi sonrası sertlik izi çevresinde oluşan hasarlar (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C	62
Şekil 5.12	: Rockwell C yapışma testindeki hasar modelleri	63
Şekil 5.13	: Radyal ve teğetsel gerilmelerin şematik olarak gösterimi	64
Şekil 5.14	: Nitrürlen, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 çeliğine uygulanan Rockwell-C yapışma testi sonrası sertlik izi çevresinde oluşan hasarlar (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C	65
Şekil 5.15	: Nitrürlen, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 çeliğine uygulanan Rockwell-C yapışma testi sonrası sertlik izi çevresinde oluşan hasarlar (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C	66
Şekil 5.16	: Nitrürlenmiş AISI L6 çeliğine uygulanan Rockwell-C yapışma testi sonrası sertlik izi çevresinde oluşan hasarlar (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C	67
Şekil 5.17	: Çizik deneyi sırasında oluşabilecek hasar çeşitleri	68
Şekil 5.18	: Anodik polarizasyon eğrileri, (a) ön sertleştirme uygulanmamış AISI H13, (b) ön sertleştirme uygulanmış AISI H13, (c) AISI P20, (d) AISI L6	71
Şekil 5.19	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş takım çeliği numunelerine ait ortalama sürtünme katsayısı değerleri	72
Şekil 5.20	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş takım çeliklerinin rölatif aşınma dirençleri	73
Şekil 5.21	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinde oluşan aşınma izlerinin detaylı SEM fotoğrafları; (a) işlemsiz, (b) 375°C, (c) 400°C, (d) 450°C, (e) 550°C	74
Şekil 5.22	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerinde oluşan aşınma izlerinin detaylı SEM fotoğrafları; (a) işlemsiz, (b) 375°C, (c) 400°C, (d) 450°C, (e) 550°C	75
Şekil 5.23	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 ve AISI L6 takım çeliklerinde oluşan aşınma izlerinin detaylı SEM fotoğrafları	77
Şekil 5.24	: Kuru ve SBF ortamlarında, vücut sıcaklığında yapılan aşınma deneyi sonucu elde edilen spesifik aşınma oranı-temas basıncı ilişkisi	79
Şekil 5.25	: Kuru ortamda yapılan aşınma deneyleri sonucu oluşan izlerin SEM fotoğrafları	80
Şekil 5.26	: SBF ortamında yapılan aşınma deneyleri sonucu oluşan izlerin SEM fotoğrafları	81
Şekil A.1	: Ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerine ait CMC sertlik deneyi eğrileri ve sertlik izleri	90
Şekil A.2	: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerine ait CMC sertlik deneyi eğrileri ve sertlik izleri	91

Şekil A.3	: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliklerine ait CMC sertlik deneyi eğrileri ve sertlik izleri	92
Şekil A.4	: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliklerine ait CMC sertlik deneyi eğrileri ve sertlik izleri	93
Şekil B.1	: Nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinde çizik hattı boyunca meydana gelen hasarlar, (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C	94
Şekil B.2	: Nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerinde çizik hattı boyunca meydana gelen hasarlar, (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C	95
Şekil B.3	: Nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliklerinde çizik hattı boyunca meydana gelen hasarlar, (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C	96
Şekil B.4	: Nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliklerinde çizik hattı boyunca meydana gelen hasarlar, (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C	97
Şekil C.1	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI H13* ve AISI H13 takım çeliklerinin sürtünme katsayısı grafikleri	98
Şekil C.2	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme uygulanmış AISI P20 ve AISI L6 takım çeliklerinin sürtünme katsayısı grafikleri	99
Şekil C.3	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliği numunelerinin aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları	100
Şekil C.4	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliği numunelerinin aşınma testi sonucu bilya üzerinde oluşan izler	101
Şekil C.5	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliği numunelerinin aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları	102
Şekil C.6	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliği numunelerinin aşınma testi sonucu bilya üzerinde oluşan izler	103
Şekil C.7	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliği numunelerinin aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları	104
Şekil C.8	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliği numunelerinin aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları	105
Şekil C.9	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliği numunelerinin aşınma testi sonucu bilya üzerinde oluşan izler	106
Şekil C.10	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliği numunelerinin aşınma testi sonucu bilya üzerinde oluşan izler	107
Şekil C.11	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI 316L paslanmaz çeliğinin kuru ve SBF ortamında sürtünme katsayısı grafikleri.....	108
Şekil C.12	: İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI 316L paslanmaz çelik numunelerinin kuru ortamda yapılan aşınma testi sonucu elde edilen aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları	109

Şekil C.13 : İşlemsiz ve nitrülenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI 316L ostenitik paslanmaz çelik numunelerinin kuru ortamlarda yapılan aşınma testi sonucu bilya üzerinde oluşan izler.....	110
Şekil C.14 : İşlemsiz ve nitrülenmiş AISI 316L paslanmaz çelik numunelerinin SBF ortamında yapılan aşınma testi sonucu elde edilen aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları	111

YÜKSEK ALAŞIMLI ÇELİKLERİN NİTRÜRLENMESİ

ÖZET

Yüksek alaşımlı çelikler, mukavemet, korozyon direnci, termal direnç gibi özelliklerin geliştirilmesi amacıyla krom, nikel, molibden gibi alaşım elementlerini yüksek oranlarda içeren çelik türüdür. Bu çeliklerin en temel iki grubu takım çelikleri ve paslanmaz çeliklerdir. Takım çelikleri, çeşitli malzemeleri kesme, delme ve şekillendirme gibi ağır çalışma koşullarında kullanılmaktadır. Diğer önemli bir yüksek alaşımlı çelik grubu olan paslanmaz çelikler ise özellikle korozyonun önemli olduğu uygulamalarda tercih edilmektedir. Gerek takım çeliklerin ve gerekse de paslanmaz çeliklerin aşınmaya maruz uygulamalardaki servis ömürleri yüzey sertlikleri ile yakından ilgilidir. Demir esaslı alaşımları için en cazip yüzey sertleştirme tekniği nitrürlemedir. Nitrürleme işlemi konvansiyonel olarak 500–550 °C 'de yapılmaktadır. Ancak konvansiyonel nitrürleme işlemi, özellikle paslanmaz çeliklerin korozyon özelliklerini kötüleştirmektedir. Bu nedenle bu çeliklere konvansiyonel nitrürleme yerine 1980'lerin ortalarında ilk defa uygulanan düşük sıcaklık nitrürleme işlemi ile ostenitik paslanmaz çeliklerin hem yüzey sertliği ve hem de korozyon direnci birlikte geliştirilmiştir. Ancak düşük sıcaklık nitrasyonu takım çelikleri için daha yeni bir araştırma konusu durumundadır.

Bu çalışmada, düşük sıcaklık ve konvansiyonel nitrürleme işlemlerinin, ön sertleşmesiz ve ön sertleştirme uygulanmış AISI H13 takım çelikleri ve ön sertleştirme uygulanmış AISI P20 ve AISI L6 takım çeliklerinin yüzey özellikleri, aşınma ve korozyon dirençleri üzerine etkileri incelenmiştir. Nitrürleme işlemleri gaz ve ısı taşıyıcı olarak Al_2O_3 partiküllerini içeren akışkan yatak tipi bir fırında %60 amonyak + %40 azot gaz karışımı atmosferinde 375, 400, 450 ve 550°C sıcaklıklarında 10 saat süre ile yapılmıştır. Nitrürlenmiş numunelerin yüzeylerinde oluşturulan tabakalar, optik mikroskop, taramalı elektron mikroskobu (SEM), X-ışınları difraksiyonu (XRD) analizi ve mikro sertlik deneyleri ile karakterize edilmiştir. Nitrürlenmiş tabakaların altlık ile yapışma kalitesi çizik testi ve Rockwell C yapışma deneyi ile belirlenmiştir. Daha sonra, nitrürlenmiş numunelerin aşınma ve korozyon davranışları belirlenmiş ve elde edilen sonuçlar işlemsiz durum ile karşılaştırılmıştır. Sonuç olarak, konvansiyonel nitrürleme işleminden daha düşük sıcaklıklarda yapılan işlemler ile yüzeyde oluşan tabakanın aşınma ve korozyon dirençlerini genellikle daha fazla arttırdığı görülmüştür.

Bu çalışma kapsamında ayrıca, 420°C'de 4 saat süre ile nitrürleme işlemi uygulanan AISI 316L ostenitik paslanmaz çeliğinin kuru ve korozif aşınma davranışları, karşı malzeme olarak Al_2O_3 kullanılarak incelenmiştir. Korozif aşınma deneyleri yapay vücut sıvısı (SBF) içerisinde gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar işlemsiz paslanmaz çelik ile karşılaştırıldığında, nitrürlenmiş çeliğin hem kuru ortamda hem de SBF ortamında aşınma dirençlerinin önemli oranda geliştiği görülmüştür.

NITRIDING OF HIGH ALLOY STEELS

SUMMARY

High alloy steels are type of steel containing high percent alloying elements including chromium, nickel, and molybdenum to improve properties such as strength, corrosion resistance and thermal resistance. The main two groups of these steels are tool steels and stainless steels. Tool steels are developed to be used under heavy working conditions such as cutting, drilling and forming operations. On the other hand, stainless steels are generally used in corrosion related applications. When used in wear dominated engineering applications their service life could only be enhanced by increasing their surface hardness. As the surface hardening technique nitriding is the most attractive process for many ferrous alloys. Conventionally nitriding process is mostly performed at 500-550°C. However, conventional nitriding temperatures deteriorate the corrosion resistance of stainless steels while enhancing the surface hardness. In this respect low temperature nitriding process has been proposed mainly for austenitic stainless steels in the mid-1980s to improve both the surface hardness and the corrosion resistance. However, low temperature nitriding process is a new research topic for tool steels.

In this study, the effect of low temperature and conventional nitriding on surface properties, wear and corrosion resistance of pre-hardened and annealed AISI H13 tool steels and pre-hardened AISI P20 and AISI L6 tool steels were investigated. Nitriding processes was performed in a fluidized bed furnace containing Al_2O_3 particles as the gas and heat carrier in a atmosphere of 60% ammonia and 40% nitrogen gas mixture at temperatures of 375, 400, 450 and 550°C for 10h. The layers that formed surface of the nitrided samples were characterized with optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD) analysis and microhardness tests. The adhesion qualities of nitrided layers with substrate were determined by scratch test and Rockwell-C adhesion test. Afterwards, wear and corrosion behaviors of nitrided samples were examined and compared with those of their as-received states. The result the surface layers formed at temperatures lower than conventional nitriding process generally leded an enhancement in both wear and corrosion resistances.

Within the context of the study, dry and corrosion wear behaviors of AISI 316L austenitic stainless steels nitrided at 420°C for 4h were examined against Al_2O_3 ball. Corrosion wear test were conducted in simulated body fluid (SBF). It is finally concluded that low temperature nitriding remarkably improved the both the dry and the corrosion wear resistances as compared to the as-received AISI 316L austenitic stainless steel.

1.GİRİŞ

Yüksek alaşımlı çelikler, takım çelikleri ve paslanmaz çelikler olmak üzere iki ana gruptan oluşur. Takım çelikleri, sıcak veya soğuk haldeki iş parçalarını kesme, delme, şekil verme gibi uygulamalarda kullanılan çeliklerdir. Yüksek oranlarda tungsten, molibden, vanadyum, manganez ve krom gibi alaşım elementleri içerirler. Kullanım amaçlarına göre farklı sınıflarda takım çelikleri geliştirilmiştir. Bunlar; suda sertleştirilmiş takım çelikleri (W), şok dirençli takım çelikleri (S), soğuk iş takım çelikleri (O, D, A), sıcak iş takım çelikleri (H), kalıp çelikleri (P), özel amaçlar için geliştirilmiş takım çelikleri (L) ve yüksek hız takım çelikleri (T, M) olmak üzere 7 çeşittir. Sıcak iş uygulamalarında en sık kullanılan kalite AISI H13 sıcak iş takım çeliğidir. AISI H13 sıcak iş takım çelikleri, alüminyum ekstrüzyon kalıplarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Uygulamalarda kullanılan alüminyum ekstrüzyon kalıpları; ekstrüze edilecek kütüğün sıcaklığından ve sürtünme ve deformasyon ile üretilen ısıdan dolayı yüksek sıcaklığa maruz kalır. Ayrıca ekstrüze edilecek metal yüzeyinde oluşan sert oksit filmleri, servis sırasında kalıpların şiddetli bir biçimde aşınmasına neden olur [1]. AISI H13 takım çelikleri, ayrıca, sıcak dövme kalıplarında da kullanılır. Sıcak dövme işlemlerinde kullanılan kalıplar yüksek sıcaklıklara ve çok yüksek yüklere maruz kalırlar. Sürekli bir şekilde mekanik ve termal yüklemelere maruz kaldıklarından dolayı aşınma, plastik deformasyon ve termal ve mekanik yorulmaya bağlı olarak kalıp yüzeyleri önemli oranda hasar görür. Hasar gören malzemeler yenisiyle değiştirilir. Bu ise, yeni takımların talaşlı imalat ile işlenmesi ve kurulum süreleri göz önüne alındığında verimliliği azaltır [2]. Bu tip alanlarda kullanılacak AISI H13 takım çeliklerine, yüzey özelliklerini geliştirmek amacıyla konvansiyonel sıcaklıklarda nitrürleme işlemi uygulanır.

AISI P20 kalıp çelikleri, plastik kalıplamada ve düşük ergime noktasına sahip alaşımların basınçlı döküm kalıplarında kullanılmak üzere geliştirilmiştir. Uygulamalarda aşınma özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla karbürleme işlemine tabi tutulurlar. PVC üretimi gibi yüksek korozyon direncinin istendiği uygulamalarda, AISI P20 takım çeliğinin korozyon özellikleri yetersiz kalır [3].

AISI L6 özel amaçlar için geliştirilmiş takım çelikleri, kaya matkapları, odun işleme takımları, dövme kalıpları, freze takımları gibi çeşitli uygulamalarda kullanılır [3].

Çeliklere, yüzey özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla karbürleme, nitrürleme, karbonitrürleme, borlama gibi termokimyasal işlemler uygulanır. Nitrürleme, genellikle 500-575°C sıcaklık aralığında çelik yüzeyine azot difuze ettirilerek yapılan yüzey sertleştirme işlemidir [4]. Nitrürleme işlemi sonucu, çeliklerin sertlikleri, aşınma ve korozyon dirençleri ve yorulma dayanımları gelişir. İşlem ile yüzeyde $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ ve $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ fazlarından oluşan beyaz tabaka ve bu tabakanın altında nitrür çökeltilerinden oluşan difüzyon tabakası oluşur [2]. Belirtilen sıcaklık aralığında gerçekleştirilen nitrürleme işlemi paslanmaz çeliklere uygulanamaz. Çünkü bu sıcaklık aralığında yapılan işlemlerde, paslanmazlık özelliğini kazandıran krom elementi, krom nitrür fazına dönüşür. Bu etkiyi ortadan kaldırmak için 1980'li yılların ortalarında düşük sıcaklıkta nitrürleme işlemi geliştirilmiştir. Düşük sıcaklıklarda nitrürleme işlemi genellikle ostenitik paslanmaz çeliklere uygulanır. Bu işlem ile ostenitik paslanmaz çelik yüzeyine azot difuze ettirilerek, yüzeyde S-fazı olarak bilinen katı eriyik tabaka oluşturup yüzey sertliği ve aşınma direnci önemli oranda geliştirilir. Ayrıca, düşük sıcaklıklarda krom nitrür fazı oluşmadığından ostenitik paslanmaz çeliklerin korozyon direnci azalmamakta, AISI 316L kalite çelikte olduğu gibi aksine artmaktadır [5].

Bu çalışmada, yukarıda söz edilen takım çelikleri, yüzey özellikleri, aşınma ve korozyon dayanımlarını geliştirmek amacıyla düşük sıcaklıklarda ve konvansiyonel nitrürleme sıcaklığında akışkan yatak tipi fırında nitrürleme işlemine tabi tutulmuştur. Çalışmada ayrıca, düşük sıcaklıkta nitrürleme işlemine tabi tutulup yüzey sertliği ve korozyon dayanımı artırılmış, medikal uygulamalarda kullanılan AISI 316L düşük karbonlu ostenitik paslanmaz çeliğinin, vücut sıcaklığında, kuru ve SBF (yapay vücut sıvısı) ortamlarında değişik yükler altında aşınma davranışları incelenmiştir.

2. YÜKSEK ALAŞIMLI ÇELİKLER

Yüksek alaşımlı çelikler temel olarak paslanmaz çelikler ve takım çelikleri olmak üzere iki ana gruba ayrılır.

2.1 Paslanmaz Çelikler

Paslanmaz çelikler, en az %10,5 oranında krom içeren demir esaslı alaşımlardır. Paslanmaz özelliklerini, gözle görülmeyen, yapışkan kromca zengin oksit yüzey filminin oluşumuna bağlı olarak kazanırlar. Bu oksit filmi oksijen varlığında oluşur ve zarar görse bile hemen kendini yeniler. Özelliklerini geliştirmek amacıyla nikel, molibden, bakır, titanyum, alüminyum, silisyum, niyobyum, azot, kükürt ve selenyum alaşım elementleri yapıya ilave edilebilir. Karbon içerikleri %0,03'den az oranlardan %1'e varan oranlarda değişebilir. Martenzitik paslanmaz çelikler, ferritik paslanmaz çelikler, ostenitik paslanmaz çelikler, dubleks paslanmaz çelikler ve çökeltme ile sertleştirilmiş paslanmaz çelikler olmak üzere 5 çeşidi vardır [6].

2.1.1 Martenzitik paslanmaz çelikler

Sertleştirilmiş halde, distorsiyona uğramış hacim merkezli kübik (HMK) kristal yapıya sahip temel olarak krom ve karbon alaşım elementleri içeren paslanmaz çeliklerdir. Isıl işlem ile sertleştirilebilen ve sadece yumuşak ortamlarda korozyon direnci gösteren martenzitik paslanmaz çelikleri ferromanyetik özellik gösterirler. Krom içerikleri %10,5–18 arasında, karbon içerikleri ise %1,2'ye varan oranlardadır [6].

2.1.2 Ferritik paslanmaz çelikler

%10,5-30 oranlarında krom içeren HMK kristal yapıya sahip paslanmaz çeliklerdir. Ferromanyetik özellik gösterirler. Süneklik ve biçimlendirilebilirlik özellikleri yüksek olmasına rağmen yüksek sıcaklık mukavemetleri, ostenitik paslanmaz çeliklere kıyasla düşüktür. Ayrıca, düşük sıcaklıklarda tokluk özellikleri sınırlıdır [6].

2.1.3 Ostenitik paslanmaz çelikler

Ostenitik paslanmaz çelikler, yüzey merkezli kübik (YMK) kristal yapıya sahiptir. Bu yapı, nikel, manganez ve azot elementleri gibi ostenit fazını kararlı hale getirebilen elementler ile elde edilir. Ostenitik paslanmaz çelikler, tavllanmış koşullarda manyetik özellik göstermezler ve sadece soğuk işlem ile sertleştirilebilirler. Genellikle mükemmel kriyojenik özelliklere sahiptirler ve yüksek sıcaklık mukavemetleri iyidir. %16 ile %26 arasında değişen krom, %35'e kadar nikel ve %15'e kadar manganez alaşım elementleri içerirler. Azot alaşım elementi içeren 2xx serisi ostenitik paslanmaz çelikler, %4–15,5 arası Mn ve %7'ye varan oranlarda Ni içerirler. 3xx serisi ostenitik paslanmaz çelikleri ise daha yüksek oranlarda Ni ve %2'ye kadar Mn içerirler. Molibden, bakır, silisyum, alüminyum, titanyum ve niyobyum, oyuklanma korozyon direnci, oksitlenme direnci gibi spesifik özellikleri kazandırmak amacıyla yapıya katılabilir. Talaşlı imalat özelliklerini geliştirmek için ise kükürt ve selenyum alaşım elementleri kullanılabilir [6].

Biyomedikal uygulamalarda yaygın olarak kullanılan ostenitik paslanmaz çelik sınıfı AISI 316L kalite paslanmaz çeliktir. İçerdiği %2-3 Mo alaşım elementi ilavesiyle oyuklanma korozyon dirençleri geliştirilmiştir. L simgesi bu tip çeliklerde karbon oranının %0,03'ün altına düşürüldüğünü göstermektedir. Bu sayede, korozyon direncini düşüren tane sınırlarında krom karbür oluşumu önlenmiş olur [5].

2.1.4 Dupleks paslanmaz çelikler

Dupleks paslanmaz çelikler, yapılarında kabaca eşit miktarda ferrit ve ostenit fazları içermesi için alaşımlandırılan paslanmaz çeliklerdir. %17-30 Cr ve %3-13 Ni alaşım elementleri içerirler [7]. Dupleks paslanmaz çelikler, ostenitik paslanmaz çeliklere benzer korozyon direnci gösterirler. Bunun yanı sıra, ostenitik paslanmaz çeliklerden daha yüksek çekme ve akma mukavemetine ve gerilmeli korozyon çatlama direnci gösterirler [6].

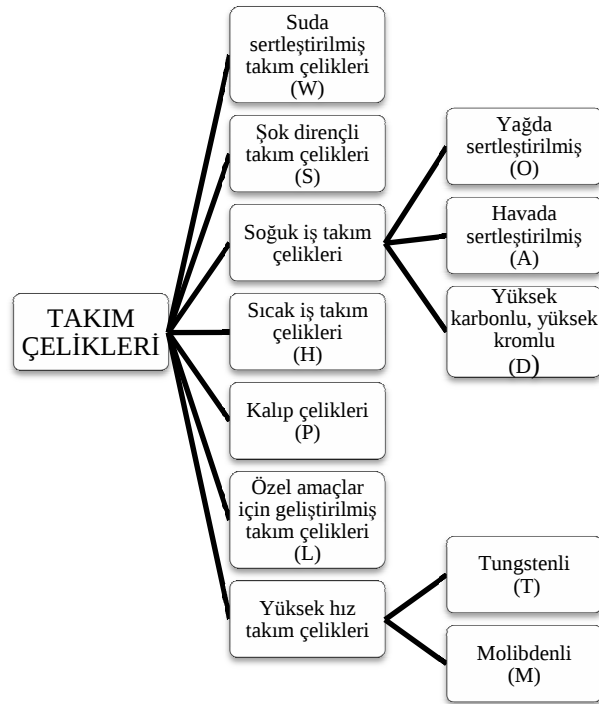
2.1.5 Çökelti ile sertleşen paslanmaz çelikler

Bakır, alüminyum ve titanyum gibi çökelti sertleşmesi sağlayan elementleri içeren krom-nikel alaşımlarıdır. Tavllanmış şartlarda, ostenitik veya martenzitik yapıda olabilirler. Tavllanmış şartlarda ostenitik yapıya sahip olan çökelti ile sertleşen paslanmaz çelikler uygun ısı işlem ile martenzit yapıya dönüştürülebilirler. Çoğu

durumda, martenzit yapıda çökelti partikülleri oluşturularak yüksek mukavemet kazandırılır [6].

2.2 Takım Çelikleri

Takım çelikleri, sıcak veya soğuk haldeki iş parçalarını kesme, delme, şekil verme gibi uygulamalarda kullanılan yüksek alaşımlı çeliklerdir. Yüksek oranlarda tungsten, molibden, vanadyum, manganez ve krom gibi alaşım elementleri içerirler. Çalışma koşullarında çok yüksek yüklere maruz kaldıklarından dolayı, takım çelikleri bu yüklere uzun süreler çatlamadan, aşırı aşınma ve deformasyon göstermeden dayanabilmelidir. Çoğu uygulamada, bu özellikleri yüksek sıcaklıklarda da gösterebilmelidir. Takım çeliklerinin sınıflandırılmasında yaygın olarak kullanılan Amerikan Demir ve Çelik Enstitüsü (AISI) tarafından geliştirilen yöntemle göre başlıca gruplar Şekil 2.1’de verilmiştir [3, 6].



Şekil 2.1: Takım çeliklerinin sınıflandırılması [3].

2.2.1 Suda sertleştirilmiş takım çelikleri

Suda sertleştirilmiş takım çeliklerinin ana alaşım elementi karbondur. Az miktarda krom ve vanadyum da içerirler. Krom, sertleştirilebilirlik ve aşınma direncini arttırırken, vanadyum tane boyutunun ince kalmasını sağlayarak tokluğunu arttırır. W

grubu takım çeliklerinin karbon içerikleri %0,6 ile %1,4 arasındadır [6]. Takım çelikleri içerisinde en az alaşım elementi içeriğine sahip olan W grubu takım çeliklerinin sertleştirilebilme kabiliyetleri düşüktür [7].

2.2.2 Şok dirençli takım çelikleri

Şok dirençli takım çeliklerinin ana alaşım elementleri manganez, silisyum, krom, tungsten ve molibdendir. Karbon içerikleri yaklaşık %0,5'dir. Yüksek mukavemet, yüksek tokluk ve makul aşınma direncine sahiptirler [6].

2.2.3 Soğuk iş takım çelikleri

Soğuk iş takım çelikleri, yüksek sıcaklıklarda yumuşamaya direnci arttıran alaşım elementleri içermediğinden dolayı, 205–260°C'nin üzerindeki sıcaklıklara maruz kalan uygulamalarda kullanılmazlar [6]. Soğuk iş takım çeliklerinin yağda sertleştirilmiş (O), havada sertleştirilmiş (A) ve yüksek karbonlu-yüksek kromlu (D) olmak üzere 3 sınıfı vardır. Soğuk iş takım çeliklerinin bütün sınıfları, yüksek sertlik ve aşınma direnci elde edilmesi amacıyla yüksek oranda karbon içerirler. A ve D sınıfları havada soğutma ile sertleştirilebilmesinden dolayı, sertleştirme işlemi sırasında distorsiyona ve çatlamaya olan eğilimleri daha azdır. Ayrıca, A ve D sınıfları soğuk iş takım çeliklerinin sahip oldukları yüksek krom ve molibden içeriği sayesinde daha iyi aşınma direnci gösterirler [7].

2.2.4 Sıcak iş takım çelikleri

AISI sınıflandırma sisteminde H grubu olarak tanımlanan, uzun ve tekrarlı olarak yüksek sıcaklığa maruz kalan sıcak iş takım çelikleri, bu sıcaklıklarda yumuşamaya karşı direnç gösteren takım çelikleridir. H grubu takım çelikleri %0,35–0,45 karbon, %6–25 krom, tungsten, molibden ve vanadyum içerirler. H grubu takım çelikleri içerdikleri alaşım elementlerine göre kromlu sıcak iş takım çelikleri (H10 ile H19 arası), tungstenli sıcak iş takım çelikleri (H21 ile H26 arası) ve molibdenli sıcak iş takım çelikleri (H42 ve H43) olmak üzere üç alt gruba ayrılırlar [3, 6]. Sıcak iş uygulamaları için kullanılan takım ve kalıp çeliklerinin şu özelliklere sahip olması gerekir [3]:

- Çalışma sıcaklıklarında deformasyona karşı direnç göstermelidir.

- Çatlamaları ve beklenmeyen hasarları önlemek için gerekli olan iyi mekanik ve termal şok direnci ve iyi çentikli tokluk özelliklerine sahip olması gerekir. Bu sebepten dolayı bu grupta yer alan takım çeliklerinin karbon oranı düşüktür.
- Yüksek sıcaklık aşınma direnci yüksek olmalıdır.
- Isıl işlem distorsiyonuna direnci yüksek olmalıdır.
- İyi işlenebilirlik özelliklerine sahip olmalıdır.
- Tekrarlı ısıtma ve gerilme çevrimlerine maruz kalan takım çeliklerinde ince ve sık çatlak ağları oluşur. Bu gruptaki takım çeliklerinin ısıl çatlama olarak bilinen bu olaya dirençlerinin yüksek olması gerekir.

2.2.4.1 Kromlu sıcak iş takım çelikleri

İçerdikleri krom ve molibden, tungsten ve vanadyum gibi karbür oluşturu elementlerden dolayı kromlu sıcak iş takım çelikleri, ısı etkisi altında yumuşamaya iyi direnç gösteren takım çelikleridir. Düşük oranda karbon ve alaşım elementleri içerdiklerinden dolayı 40-55HRC gibi normal çalışma sertliklerinde iyi tokluğa sahiplerdir. Daha yüksek oranda tungsten ve molibden içerdiklerinde sıcak sertlikleri artar ancak tokluklarında bir miktar azalma olur. Vanadyum, yüksek sıcaklıklarda erozif aşınma dirençlerini arttırmak için alaşım elementi olarak eklenir. Silisyum içeriğinin artması ise 800°C'ye kadar oksidasyon direncini geliştirir. En yaygın olarak kullanılan kromlu sıcak iş takım çelikleri H11, H12, H13 ve H19'dur [3, 6].

Kromlu sıcak iş takım çelikleri dövme ve basınçlı döküm uygulamalarında yaygın olarak kullanılan çeliklerdir. En önemli avantajları, tokluk ve şok direnci özelliklerinin yüksek olmasıdır. Sıcak sertlikleri diğer sıcak iş takım çeliklerine kıyasla düşük olmasına rağmen, yüksek şok dirençleri sayesinde özellikle su veya başka bir soğutucu ile soğutulan kalıplarda sıklıkla kullanılırlar. Kromlu sıcak iş takım çelikleri, alüminyum, çinko, magnezyum basınçlı dökümlerinde kullanılan kalıplarda, dövme kalıplarında, yüksek sıcaklıklarda kullanılan zımba, delici ve mandrellerde, sıcak ekstrüzyon takımlarında, yüksek sıcaklıklarda kullanılan kesme bıçakları ve her türlü kalıpta kullanılırlar. Kromlu sıcak iş takım çelikleri, düşük karbon ve alaşım elementleri içerdiğinden dolayı 1040-1205°C sıcaklık aralığında yüksek oranda dövülebilirlik özelliği gösterir. Yüksek sertleştirilebilirlik kabiliyetine sahiptir ve bundan dolayı dövme işleminden sonra fırın içerisinde soğutulabilir.

Dövmeye ve tavlama ısı işlemleri sırasında, karbürizasyon ve dekarbürizasyondan korunmalıdır. Sertleştirme sırasında distorsiyonu en aza indirmek için, talaşlı imalat ve sertleştirme işleminden önce gerilme giderme tavlama uygulanabilir. Kromlu sıcak iş takım çeliklerinin karbon oranı düşük olmasına rağmen, oluşan ötektoid öncesi faz alaşım karbürüdür. Bu alaşım karbürü, makul miktarda molibden, krom ve az fakat önemli miktarda silisyum ve demir içeren vanadyumca zengin MC tipi karbürdür. Perlit dönüşümü oldukça yavaş bir şekilde gerçekleşmesine rağmen, karbür oluşumu çok kısa zamanlarda veya hızlı soğutma şartlarında başlayabilir. Karbür partikülleri ostenit tane sınırlarında çekirdeklenir ve özellikle havada soğutma sırasında herhangi bir kalınlık artışı söz konusu olmaz. Yine de tane sınırlarındaki karbür ağları, kromlu sıcak iş takım çeliklerini gevrek taneler arası kırılmaya yatkın hale getirir ve bu nedenden dolayı bu takım çeliklerine normalleştirme ısı işlemi uygulanmaz. Bütün kromlu sıcak iş takım çelikleri yüksek sertleştirilebilirlik özelliği gösterirler. Özellikle molibdenin bu özellik üzerindeki etkisi çok güçlüdür. Vanadyum ve tungsten elementlerinin ise sertleştirilebilirlik üzerindeki etkisi azdır. Çünkü tavsiye edilen ostenitleme sıcaklıklarında bu elementlerin önemli bir kısmı kararlı alaşım karbürleri içindedir. Düşük ostenitleme sıcaklıklarında yapıda üç çeşit karbür mevcuttur. Bunlar; vanadyumca zengin MC, molibden ve demirce zengin M_6C ve krom ve demirce zengin M_7C_3 karbürleridir. 1100°C civarındaki sıcaklıklarda yapıda sadece MC tipi karbürler kalır; diğer karbürler yapıda çözünür. Kromlu sıcak iş takım çeliklerinin sertleştirilebilirlik özellikleri yüksek olmasına rağmen, bu özellik büyük parçalarda bütün yapının martenzit olması için yeterli olmayabilir. Bu tip parçalarda martenzit fazından ziyade beynit oluşumu gözlenir. Havada soğutulan daha küçük parçalarda mikroyapı tamamen iğnesel martenzitten oluşurken; daha yavaş hızla soğutulan numunelerde üst beynit ve alt beynit fazları oluşur. Mikroyapısı tamamen martenzit fazından oluşan yüksek sertliğe sahip küçük numunelerde, artan ostenitleme sıcaklığı ile birlikte sertlik artar. Çünkü artan ostenitleme sıcaklıklarında, ostenit fazında çözünen karbon oranı artar ve sonuç olarak soğutma sırasında martenzit fazında daha fazla karbon atomu kalır. Yüksek ostenitleme sıcaklıklarında artık ostenit miktarının arttığı düşünülse de; bu miktar sertliği düşürmek için yeterli değildir. Beynitik mikroyapıya sahip büyük numunelerin sertliği, martenzitik mikroyapıya sahip numunelerden daha düşüktür ve ostenitleme sıcaklığına bağlı değildir [3].

Kromlu sıcak iş takım çelikleri, temperleme sırasında yumuşamaya iyi direnç gösterirler. 540°C civarındaki temperleme sıcaklıklarında, ikincil sertleşmeye bağlı olarak küçük bir sertlik artışı görülür. İkincil sertleşme ve temperleme direncindeki anahtar element vanadyumdur. Vanadyum, ostenitleme sırasında çözünür ve temperleme sırasında iğnemsiz martenzit arasında çok ince partiküller halinde vanadyumca zengin MC karbürü olarak çökelerek sertliği artırır. Vanadyumca zengin MC karbürler haricindeki karbürlerde (sementit, kromca zengin M_7C_3 ve molibdenca zengin M_6C) hızlıca partikül büyümesi olduğundan mukavimleşmeye önemli katkıları yoktur. Kromlu sıcak iş takım çeliklerine genellikle 44-50HRC sertlik değerlerinin elde edileceği şekilde çift temperleme işlemi uygulanır. Yüksek şok direnci ve yüksek gerilmeler söz konusu olduğunda ise sertlik değeri 40-44HRC olacak şekilde temperlenir [3].

2.2.4.2 Tungstenli sıcak iş takım çelikleri

Tungstenli sıcak iş takım çeliklerinin temel alaşım elementleri karbon, tungsten (%9–19), krom ve vanadyumdur. Daha yüksek miktarda alaşım elementi içerdiğinden; yüksek sıcaklıklarda yumuşamaya ve erozif aşınmaya karşı direnci, kromlu sıcak iş takım çeliklerinden daha yüksektir. Bunun yanı sıra yüksek miktarda alaşım elementi içermesi nedeniyle; 45-55HRC gibi normal çalışma sertliklerinde gevrek davranış göstermeye daha yatkındır. Tungstenli sıcak iş takım çelikleri, havada soğutularak sertleştirilebilmesine rağmen genellikle tufal oluşumunu en aza indirmek için yağda veya sıcak tuz banyosunda su verilerek sertleştirilir. Tungstenli sıcak iş takım çelikleri, havada soğutulduğu zaman düşük miktarda distorsiyon meydana gelmektedir. Tungstenli sıcak iş takım çeliklerinin termal şok dirençleri kromlu sıcak iş takım çeliklerinden daha düşüktür. Bu sebeple çalışma ortamında çatlama tehlikesi olmaksızın su ile soğutma yapılamaz. Tungstenli sıcak iş takım çelikleri, pirinç, bronz ve çelik için ekstrüzyon kalıplarında, sıcak presleme kalıplarında, yüksek sıcaklıklarda kullanılan zımba ve kesme bıçaklarında, sıcak tel çekme kalıplarında kullanılırlar [3, 6].

2.2.4.3 Molibdenli sıcak iş takım çelikleri

Molibdenli sıcak iş takım çelikleri, molibden, krom, vanadyum, karbon ve değişen oranlarda tungsten içerirler. Kompozisyonları her ne kadar molibdenli yüksek hız takım çeliklerine benzese de, daha düşük karbon oranı ve daha yüksek tokluğa

sahiptirler. Tungstenli sıcak iş takım çeliklerine kıyasla başlıca avantajı daha düşük olan maliyetidir. Ayrıca, ısıl çatlamaya karşı direnci daha yüksektir. Molibdenli sıcak iş takım çelikleri, dekarbürizasyona oldukça yatkındır. Bu sebepten dolayı, tavlama ve sertleştirme ısıl işlemleri sırasında gerekli önlemler alınmalıdır [3, 6].

2.2.5 Plastik kalıp çelikleri

Plastik kalıplamada ve kalay, çinko ve kurşun alaşımları gibi düşük ergime noktasına sahip malzemelerin basınçlı döküm uygulamalarında kullanılan takım çelikleri AISI sınıflandırma sisteminde P grubu ile gösterilen plastik kalıp çelikleridir. Plastik kalıp çeliklerinde olması gereken özellikler şunlardır [3]:

- Plastik kalıp çeliklerine kalıp şekli kolayca verilebilmelidir. Bu özelliğin sağlanması için malzemenin tavllanmış halde sertliği düşük olmalıdır.
- Talaşlı imalat özellikleri iyi olmalıdır.
- Yüzeyleri iyi parlatılabilmelidir. Özellikle saydam plastiklerin kalıplanmasında kullanılan kalıplarda bu özellik çok önemlidir. İyi parlatılabilirlik için malzemenin kalıntılardan arındırılmış olması, kimyasal ve yapısal olarak homojen olması ve yüksek yüzey sertlikleri değerlerine sahip olması gerekir.
- Aşınma direnci yüksek olmalıdır.
- Yüksek yüzey sertliğine sahip olmalıdır.
- Yüksek basınçlara maruz kaldığında kalıp boşluğundaki çökmeleri önlemek için göbek mukavemetinin yüksek olması gerekir.
- Tokluğu yüksek olmalıdır.
- Sertleştirme sırasında boyutsal değişimi az olmalıdır.
- Korozyon dirençleri yüksek olmalıdır.
- Temperleme sırasında sertlik düşüşüne karşı dirençli olmalıdır.

P grubu kalıp çeliklerinin ana alaşım elementi krom ve nikeldir. P2 ve P6 tavllanmış halde çok düşük sertliğe sahiptir ve deformasyon sertleşmesine düşük direnç gösterir. Bu nedenle bu tip kalıp çeliklerine soğuk olarak kalıp oyuğu açılabilir. Kalıp oyuğu açıldıktan sonra kalıba yüzey sertliğini arttırmak için karbürleme işlemi uygulanır. Bu işlem ile yüzey sertliği 58 HRC değerine yükselir. P20 ve P21 kalıp çelikleri kitlesel sertleştirilmiş şekilde tedarik edilir. Sertlikleri 30–36 HRC değerlerindedir. Karmaşık kalıp şekilleri talaşlı imalat ile verilir. Bu tip çelikler ön sertleştirme

işlemine tabi tutulduğundan genellikle yüzey sertleştirme işlemi yapılmaz. Bunun yanı sıra bazı durumlarda P20 kalıp çelikleri kalıp boşluğunun verilmesinden sonra karbürleme işlemine tabi tutulabilir. Alüminyum içeren P21 kalıp çelikleri çökeltme sertleşmesi uygulanan çeliklerdir. Genellikle mükemmel parlatılabilirlik özelliği istenilen kalıplarda tercih edilir. P4 ve P21 kalıp çelikleri hariç bütün plastik kalıp çelikleri yüksek sıcaklıkta yumuşamaya karşı düşük direnç gösterirler [3, 6].

P1 kalıp çeliğinde kalıp boşluğu hemen oluşturulmasına rağmen uygulanan karbürleme işleminden sonra sertleşme kabiliyeti çok düşüktür. Bu sebeple P1 kalıp çeliği günümüzde kullanılmamaktadır. Düşük karbonlu kalıp çeliklerinde alaşım tasarımı kalıp boşluğu oluşturabilme özelliği ve karbürleme işleminden sonra sertleştirilebilme özellikleri arasında bir denge kurmaya bağlı olarak gerçekleştirilir. Nikel, krom ve manganez alaşım elementleri içeren P3 kalıp çelikleri düşük işlenebilirlik özelliği gösterirler. Daha düşük nikel içeriği, daha yüksek krom içeriği ve düşük olan sertleştirilebilme kabiliyetini telafi etmek için katılan molibden içeriğiyle P2 kalite kalıp çelikleri P3 kalıp çeliklerine nazaran daha iyi kalıp boşluğu oluşturabilme özelliğine sahiptir. Çünkü nikel alaşım elementi ferrit fazını mukavimleştirerek malzemenin tavlınmış haldeki sertliğini artırır. Karbürleme işlemi uygulanmış P2 kalite kalıp çelikleri genellikle yağda su verme ile sertleştirilir ve 65 HRC gibi yüksek yüzey sertliği değerleri elde edilir. P5 kalite kalıp çeliklerinde ana alaşım elementi kromdur. Bu tip çelikler iyi kalıp boşluğu verilebilme ve yüksek göbek mukavemeti özellikleri sergilerler. Ayrıca, iyi sertleştirilebilme özelliği gösterirler. Karbürleme işleminden sonra suda veya yağda su verme işlemi uygulanan P5 kalite kalıp çeliklerinde 65 HRC yüzey sertlik değeri elde edilebilir. %3,5 oranında nikel alaşım elementi içeren P6 kalite kalıp çelikleri düşük kalıp boşluğu verilebilme özelliği gösterirler. Ancak sertleştirilebilme kabiliyetleri yüksektir. Yüksek krom ve molibden alaşım elementi içeren P4 kalite kalıp çelikleri çok iyi sertleştirilebilme özelliği gösterirler. Bu çeliklerde sertleşme havada veya yağda soğutma ile sağlanabilir. P4 kalite kalıp çeliklerinin tavlınmış haldeki sertliği 125 HB değerindedir. Yani kalıp boşluğu verilebilme özelliği P3 kalite kalıp çeliği ile benzerdir. Karbürleme işlemi uygulandıktan sonra, düşük karbonlu kalıp çelikleri içersinde en yüksek aşınma direnci gösteren ve temperleme sırasında yumuşamaya en az yatkın kalıp çeliği P4 kalite kalıp çeliğidir [3, 6].

P20 kalite kalıp çelikleri makul sertleştirilebilme özelliği gösterir. P20 kalite takım çeliklerine kalıp boşluğu verilebilmesi zor olmasına rağmen talaşlı imalat ile kolayca işlenebilirler. Plastik kalıplama uygulamalarında kullanılan P20 kalıp çelikleri genellikle karbürleme işlemine tabi tutulurlar. Karbürlenmiş kalıpların su verilmiş haldeki sertliği 65 HRC değerindedir. Ancak temperleme sırasında yumuşamaya direnci düşüktür. P21 kalite kalıp çeliklerinde nikel ve alüminyum alaşım elementi olarak bulunmaktadır. Çökelme sertleşmesi ile sertleştirilen P21 kalıp çeliklerinde sertleşmeyi sağlayan çökeltiçiler nikel-alüminyum intermetalik bileşikleridir. P21 kalite kalıp çeliklerine karbürleme işlemi uygulanmaz ancak nitritleme işlemi uygulanabilir. Tokluğu ve aşınma direnci özellikleri P20 kalite kalıp çeliğine benzer; talaşlı imalat özellikleri ise daha iyidir [3].

P grubu çeliklerin korozyon dayanımları sınırlıdır. Yüksek korozyon direncinin istendiği plastik kalıp uygulamalarında (PVC üretimi gibi) kalıp çeliği olarak martenzitik paslanmaz çelik kullanılır [3].

2.2.6 Özel amaçlar için geliştirilmiş takım çelikleri

Düşük alaşımlı özel amaçlar için geliştirilmiş olan AISI sınıflandırma sisteminde L grubu ile gösterilen takım çelikleri az miktarda krom, vanadyum, nikel ve molibden içerirler. Önceleri bu grupta yedi kalite çelik olmasına rağmen günümüzde sadece L2 ve L6 kalite özel amaçlar için geliştirilmiş takım çelikleri kullanılır. %0,5 ile %1,10 arasında değişen oranlarda karbon içeren L2 kalite çeliklerde ana alaşım elementleri krom ve vanadyumdur. L6 kalite takım çelikleri ise az miktarda krom, molibden ve tokluğu arttırmak için %1,5 oranında nikel içerirler. L grubu takım çelikleri dingil, kam, kavrama, freze çakısı pensi gibi makine parçalarında, dövme kalıplarında, kaya matkaplarında, odun işleme takımlarında ve iyi tokluk ve mukavemetin istendiği özel alanlarda kullanılır. L grubu takım çelikleri düşük alaşım elementi içermelerine bağlı olarak 980-1095°C sıcaklıklarda kolayca dövülebilirler [3, 6].

L2 kalite takım çeliklerinde ana alaşım elementi olan kromun içeriği arttırılırsa malzemenin sertleşme kabiliyeti ve temperleme sırasında yumuşamaya direnci artmaktadır. L2 kalite takım çeliklerine eklenen bir diğer alaşım elementi olan vanadyum ise eğer ostenitleme düşük sıcaklıklarda yapılırsa sertleşme kabiliyetini bir miktar azaltır. Bunun nedeni vanadyumun kuvvetli karbür oluşturunca element olması ve düşük ostenitleme sıcaklıklarında vanadyum karbürün çözünememesidir. Bunun

yanı sıra vanadyum karbür partiküllerin ostenit fazı içinde kalması malzemenin kırılma direncini ve aşırı ısıtma altında tane büyümesini engeller [3, 6].

L6 kalite takım çeliklerinde krom elementine ek olarak nikel alaşım elementi olarak kullanılır. Nikel elementi ostenit stabilizörü olduğundan A_1 ve A_3 kritik sıcaklıklarını düşürür. Yani ostenitin kararlı olduğu sıcaklık aralığını genişletir. Ayrıca nikel karbür oluşturu element olmadığından ostenit veya ferrit fazında kalarak katı eriyik sertleşmesi sağlar. L6 kalite takım çeliklerinin sertleştirilme kabiliyetleri iyidir. Dolayısıyla yağda su verme ile sertleştirilebilirler. Sıcak sertlikleri ve temperleme sırasında yumuşamaya dirençlerinin düşük olmasından dolayı yüksek sıcaklıklarda kullanılamazlar. Bunun yanı sıra düşük sıcaklıklarda aşınma dirençleri iyidir. Molibden içeren L6 kalite takım çelikleri daha iyi sertleşebilme kabiliyetine sahip olduğundan havada soğutma ile sertleştirilebilir [3, 6].

2.2.7 Yüksek hız takım çelikleri

Yüksek hız takım çelikleri, çok yüksek oranlarda tungsten (T sınıfı) ve molibden (M sınıfı) alaşım elementleri içerirler. Yapılarında bulunan tungsten, molibden, krom ve vanadyum çok yüksek yoğunlukta kararlı karbürler üreterek, bu çeliklerin 600°C gibi yüksek sıcaklıklarda sertlik kaybı olmadan kullanılabilmesini sağlarlar [7].

3. NİTRÜRLEME

Nitrürleme işlemi, malzemelerin yüzey sertliklerinin artırılması için uygulanan termokimyasal işlemlerden biridir. Nitrürleme işlemi diğer termokimyasal yüzey sertleştirme metotlarına kıyasla düşük sıcaklıklarda yapılır. Seçilen sıcaklık nitrürlenecek çeliğe bağlı olarak değişmesine rağmen yaklaşık olarak 500°C civarındadır. İşlem sıcaklığı seçiminde, çeliğin ön sertleştirme işleminde kullanılan temperleme sıcaklığı göz önünde bulundurulmalıdır. Nitrürleme işlem sıcaklığı, temperleme sıcaklığından yüksek seçildiği takdirde çeliğin göbek sertliği süre ve sıcaklığa bağlı olarak azalacaktır. Azot difuze edilmiş tabakaya uygun desteğin sağlanması için çeliğin göbek sertliğinin korunması önemlidir. Aksi takdirde sertleştirilmiş tabaka hasara uğrayabilir. Diğer bir termokimyasal yüzey sertleştirme işlemi olan karbürleme işleminde sıcaklık 970°C civarında iken karbonitrürleme işleminde ise 870°C civarındadır. Karbürleme işlemiyle elde edilen sertleştirilmiş tabaka derinliği, nitrürleme işlemiyle elde edilene kıyasla önemli ölçüde daha büyüktür. Bazı karbürlenmiş malzemelerde yaklaşık olarak 6,35 mm sertleştirilmiş tabaka derinliği elde edilebilir. Karbürleme işleminde malzemelerin yüksek sıcaklıklarda uzun süreler tutulmasına bağlı olarak tane büyümesinin meydana gelmesi ise kaçınılmaz bir durumdur. Nitrürleme işlemi ise demir-karbon diyagramındaki ferrit bölgesinde meydana geldiğinden dolayı (ferritik çelikler için) çeliğin yüzeyinde ve iç bölgelerinde tane boyutu değişmez. Yüksek sıcaklıklarda atomik azotun demir ve çeliğe ilgisi çok fazla olduğundan, azot atomları yapı içerisine hızlı bir şekilde difuze olur. Çelik daha yüksek sıcaklıklara ısıtıldığında, daha hızlı ve derin azot difüzyonu meydana gelir. Bunu yanı sıra; sıcaklık seçimi, gaz ayrışması, işlem görecekt parçanın yüzey alanı, çeliğin kimyasal kompozisyonu ve istenilen sertleştirilmiş tabakanın çeşidi ve kalitesi parametrelerine bağlı olarak gerekli tedbirler alınmalıdır. İşlem sıcaklığının çok yüksek seçilmesi durumunda azotun demir içerisindeki doymuş çözeltisi meydana gelir. Bu ise nitür ağı olarak bilinen probleme neden olabilir. Bu durumda keskin köşeler gevrekleşir ve çelik yüzeyinde kabarmalar ve hatta dökülmeler meydana gelebilir [8].

Karbürleme ve karbonitrürleme gibi yüzey sertleştirme işlemlerinde, çelik uygun ostenitleme sıcaklığına ısıtıldıktan sonra su verilerek çeliğin yapısı ostenit fazından (yüzey merkezli kübik) martenzit fazına (hacim merkezli tetragonal) dönüştürülür. Bu dönüşüm ancak hızlı soğutma ile sağlanabilir. Ayrıca, martenzit fazının oluşturulması için çelik hızlı bir şekilde soğutulduğu zaman yeterli miktarda karbonun yapıda mevcut olması gerekir. Nitrürleme işleminde ise hızlı soğumaya gerek yoktur [8].

Distorsiyon, ısıtma işlemcilerin ve mühendislerin en çok karşılaştığı problemlerden biridir. Isıl işlem sırasında distorsiyon, şekil distorsiyonu (eğilme, kıvrılma gibi geometriksel değişimler) ve boyut distorsiyonu (iş parçasının hacmindeki azalma veya artma) olmak üzere iki şekilde oluşur. Nitrürleme işlemi düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilir ve su verme uygulanmaz. Nitrürlenmiş çelik, ya doğal atmosfer altında ya da azot altında soğutulur. Uygulamalarda genellikle doğal atmosfer altında soğutulmuş termal gradyan oluşma riski azaltılır. Yani nitrürleme işleminin azalan distorsiyon, azalan talaşlı imalat süreleri, iyi parça temizliği, iyi boyutsal kararlılık gibi avantajları vardır [8].

Nitrürleme işlemi sadece azota ilgisi yüksek olan ve kararlı nitrürler oluşturan özel alaşım elementi içeren çeliklere uygulanabilir. Yüzey sertleştirme işlemi uygulanan birçok malzemede bu tip alaşım elementleri bulunmadığından dolayı yüksek sertlik değerleri elde edilemez. Saf demir ve düşük alaşımlı çeliklerde nitrürlenebilir ancak elde edilebilecek sertlik değerleri gaz nitrürleme ile 35 HRC'dir. Nitrürleme prosesinin ortaya çıktığı ilk zamanlarda Fry tarafından geliştirilen nitrürlenebilir çeliklerde, nitrürleme işleminden sonra yüksek sertlik değerleri elde edilmiştir. Bu çelikler krom, molibden, vanadyum, tungsten ve alüminyum gibi alaşım elementleri içermektedirler. Nitrürleme işlemi ile yüksek sertlik değerlerinin elde edildiği bu çeliklerde alaşım elementleri kararlı nitrürler oluştururlar [8].

Geleneksel yüzey sertleştirme işlemlerine kıyasla nitrürlenmiş çeliklerin korozyon ve oksidasyona karşı dirençleri artmaktadır. Alaşımlı çelikler ve takım çeliklerinin nitrürlenmiş yüzeyleri, deniz suyu korozyonuna, nem ve suya karşı yüksek direnç gösterirler. Bunun yanı sıra, nitrürleme işlemi uygulanmamış çelik kadar hızlı olmasa da oyuklanma korozyonu meydana gelir [8].

Nitrürleme işlemi genel olarak çeliğe kitlesel sertleştirme işleminde uygulanan temperleme sıcaklığından daha düşük sıcaklıkta yapıldığından dolayı çeliğin göbek özelliklerinde bir değişime yol açmaz [8].

3.1 Nitrürleme Yöntemleri

3.1.1 Gaz nitrürleme

Gaz nitrürleme işlemi çeliği uygun sıcaklıkta (ferritik çelikler için ostenit oluşum sıcaklığının altında), azot verici ortamda tutarak çelik yüzeyine azot difuze ettirme işlemidir. Azot kaynağı olarak genellikle amonyak gazı kullanılır. Sert bir tabaka elde etmek için su vermeye gereksinim duyulmaz.

Nitrürleme işleminin uygulanma nedenleri şunlardır [4]:

- Yüksek yüzey sertliği elde edilmesi
- Aşınma direncini artırması
- Yorulma ömrünü geliştirilmesi
- Korozyon direncini artırması
- Nitrürleme sıcaklığına kadar olan sıcaklıklarda yüzeyin ısı etkisi ile yumuşamasına karşı direnç kazandırması
- Düşük işlem sıcaklıkları nedeniyle düşük distorsiyon ve deformasyon göstermesi

Nitrürleme işleminin başarılı bir şekilde uygulanması aşağıdaki parametreler göz önünde bulundurulmalıdır [8];

- Azot kaynağı
- Isı
- Zaman
- Çelik kompozisyonu

Gaz nitrürleme işleminde, gerekli azot amonyak gazının, fırındaki ısıtma elemanı tarafından sağlanan ısı ile ayrıştırılmasından elde edilir. Konvansiyonel olarak seçilen nitrürleme sıcaklıklarında (500-570°C); amonyak termodinamiksel olarak kararsızdır ve aşağıda verilen reaksiyon şeklinde ayrışır [8].

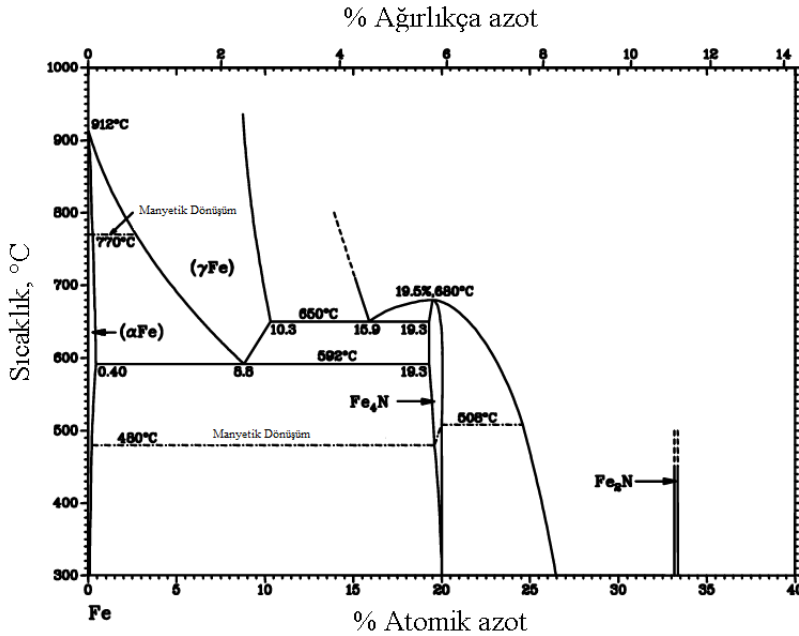


Çelik işlem sıcaklığında iken çelik yüzeyinde meydana gelen üç reaksiyon şu şekildedir [8]:



(3.2)'deki atomik azot ve hidrojen kararlı değildir ve benzer atomlar ile birleşerek (3.3) ve (3.4)'de görüldüğü gibi moleküller oluştururlar. Atomik azotun çeliğe olan ilgisinden dolayı, yüksek sıcaklıklarda azot atomları çeliğin içerisine difuze olur. Sıcaklık yükseltildikçe daha hızlı ve derin azot difüzyonu sağlanır [8].

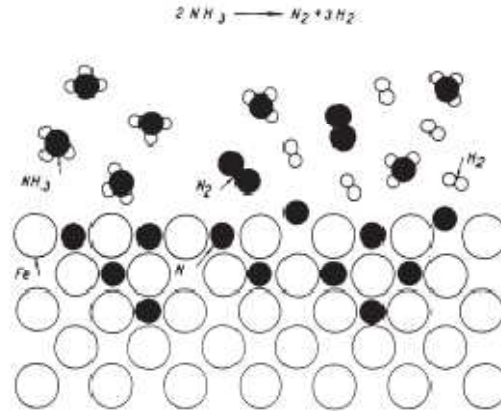
Amonyak gazının (3.1)'e göre ayrışması ile elde edilen atomik azot kolaylıkla çelik içerisine difuze olabilir. 0,142 nm atomik çapa sahip azot atomları hacim merkezli kübik yapıya sahip α -Fe ve yüzey merkezli kübik yapıya sahip γ -Fe kafes yapısındaki oktahedral arayer boşluklarına yerleşirler. Arayer boşlukları α -Fe için maksimum 0,038 nm; γ -Fe için maksimum 0,104 nm çapındadır. Şekil 3.1'de gösterilen Fe-N faz diyagramına göre saf demirin 590°C'ye kadar nitrürlenmesi şu fazların oluşmasına neden olur [8]:



Şekil 3.1: Fe-N faz diyagramı [9].

- Hacim merkezli kübik α -Fe (içerisinde oda sıcaklığında ağırlıkça %0,001 oranında azot çözünürken; 590°C'de ağırlıkça %0,115 oranında azot çözünür.)
- Yüzey merkezli kübik γ -Fe₄N (ağırlıkça %5,7–6,1 arasında azot içeriği)
- Hekzagonal ϵ -Fe₂3N (ağırlıkça %8–11 arasında azot içeriği)
- Ortorombik ζ -Fe₂N fazı 500°C'nin altında ve azot içeriği ağırlıkça %11'i geçtiğinde oluşmaktadır. Ancak bu şartlar nitrürleme proseslerinde kullanılmamaktadır.

Azot atomlarının uygulanan ısı ile demir esaslı kristaller arasında hareket etmesine arayer difüzyonu denir ve bu durum Şekil 3.2'de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.2: Azot atomunun arayer difüzyonunun şematik olarak gösterimi [8].

500°C civarındaki sıcaklıklarda amonyak gazının kararlılığı düşüktür. Bundan dolayı %98'den daha yüksek oranlarda ayrışma söz konusudur. Bunun yanı sıra amonyağın ayrışması oldukça yavaş bir süreçtir. Çeliklerin yüzey sertleştirmesinde kullanılan amonyak bazlı nitrürleme ortamları nadiren %20'den az; genellikle %50'ye varan oranlarda amonyak içerirler. Bu nedenle ayrışma derecesi denge durumundan oldukça azdır. Çelik içerisine (3.5)'e göre azot difüzyonu sırasında geri kalan amonyak içeriği nitrürleme etkisi için belirleyicidir [8].



Kütle transferinin itici gücü olan azot aktivitesi (3.6)'ya göre hesaplanabilir [8].

$$a_N = K_N \frac{P_{\text{NH}_3}}{P_H^{3/2}} \quad (3.6)$$

(3.6)'daki K_N azotun denge sabiti, P_{NH_3} ve $P_H^{3/2}$ ise sırasıyla amonyak ve hidrojenin kısmi basınçlarını gösterir. Azot transferi düşük olduğundan dolayı amonyak gazından açığa çıkan hidrojen proses hızını belirler. Bundan dolayı nitrürleme zamanları 120 saate kadar olan zaman dilimlerinde seçilir [8].

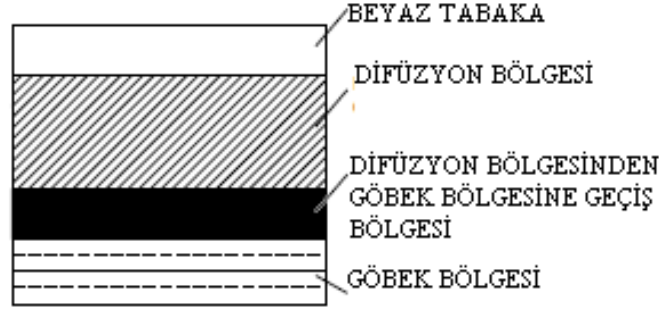
Nitrürleme etkisi daha kolay bir şekilde (3.7)'de gösterilen nitrürleme potansiyeli yardımıyla belirlenebilir [8].

$$N_P = \frac{P_{NH_3}}{P_H^{3/2}} \quad (3.7)$$

Nitrürleme potansiyeli genellikle amonyak atmosferinin nitrürleme kabiliyetini tarif etmede kullanılır. Nitrürleme potansiyelinin kontrol edilmesi ile oluşan tabakanın faz yapısı ve sertleştirilmiş tabaka derinliği tahmin edilebilir. Yüksek nitrürleme potansiyeli değerlerinde, azotun yüzeydeki konsantrasyonu artar ve daha dik bir konsantrasyon gradyanı elde edilir; daha düşük nitrürleme potansiyellerinde ise beyaz tabakasız sertleştirilmiş tabakalar oluşabilir [8].

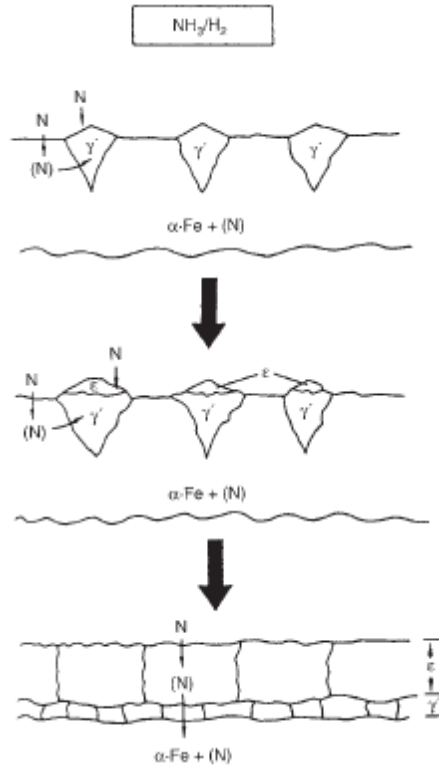
Nitrürleme prosesi sırasında çelik, α -ferrit fazında olduğundan çelik içerisinde çözünebilecek azot oranı 590°C 'de ağırlıkça %0,115'dir. Bu değer 500°C 'de yaklaşık %0,099'dur. Ferrit fazı içerisinde azotun düşük çözünebilirlik değerleri söz konusu olduğundan gaz nitrürlemede, azot absorpsiyonu için yüksek kısmi basınç değerleri gereklidir. Gaz haldeki moleküler azot işlem sıcaklıklarında atomik azota ayrılmaz yani çelik içerisine azot difüzyonu meydana gelmez. Isınan çelik yüzeyinin amonyakın ayrışmasında hızlandırıcı etkisi vardır. Böylece atomik azot oluşur ve bu atomlar çelik içerisine kolaylıkla difuze olabilirler [8].

Nitrürlenmiş tabaka oluşumu, çelik yüzeyindeki birçok noktada nitrür bileşiklerinin çekirdeklenmesi ile başlar. Daha sonra bu çekirdeklenen fazlar büyüyerek beyaz tabaka olarak bilinen çok sert ve gevrek bölgeyi oluştururlar. Bunun yanı sıra azot malzemenin iç bölgelerine difuze olarak nitrür oluşturu elementler ile reaksiyona girer. Kararlı nitrürlerden oluşan bu bölgeye difüzyon bölgesi denir. Difüzyon bölgesinin altında ise malzemenin orijinal özelliklerini taşıyan göbek bölgesi vardır. Nitrürlenmiş çeliklerde oluşan bölgeler Şekil 3.3'de şematik olarak gösterilmiştir [8].



Şekil 3.3: Nitrürlenmiş çeliklerde oluşan bölgeler [8].

Nitrürlerin oluşumu, çelik yüzeyi ile nitrürleyici atmosfer arasındaki arayüzeyde γ' fazının çekirdeklenmesiyle başlar. Bu çekirdeklenme süreci beyaz tabakayı oluşturan fazlardan bir diğeri olan ϵ fazı çekirdeklenene kadar devam eder (Şekil 3.4). Karbon, yüzeyde oluşan γ' ve ϵ fazlarının miktarını etkiler. Nitrürlenme işlemi uygulanan çeliklerdeki karbon oranı yaklaşık %0,4 civarındadır. Bu miktarda karbon içeren çeliklerin nitrürlenmesi sonucu oluşan beyaz tabakada γ' ve ϵ fazlarının miktarı yaklaşık olarak birbirine eşittir. Çelikteki karbon içeriği yükseldikçe, beyaz tabakadaki ϵ fazı miktarı artar. Daha düşük karbon içeriğinde ise, γ' fazı beyaz tabakada baskın olur [8].



Şekil 3.4: γ' ve ϵ -nitrür fazlarının çelik yüzeyinde çekirdeklenmesinin gösterimi [8].

Çeliklerde yaygın olarak kullanılan alaşım elementleri olan alüminyum, krom, vanadyum, tungsten ve molibden nitrürleme işlemi için faydalıdır. Çünkü bu alaşım elementleri nitrürleme sıcaklıklarında kararlı nitrürler oluştururlar. Nikel, bakır ve manganez gibi diğer alaşım elementlerinin ise nitrürleme özellikleri üzerindeki etkisi çok azdır. Karbon çelikleri gaz nitrülemeye uygun değildir. Çünkü bu çeliklerde oluşan gevrek tabaka hemen parçalanır ve difüzyon bölgesindeki sertlik artışı azdır. Tüm sertleştirilebilir çelikler, nitrürleme işleminden önce kitlesel olarak sertleştirilip temperlenmelidir. Temperleme sıcaklığı, nitrürleme sıcaklıklarında yapısal kararlılığı koruyacak kadar yüksek seçilmelidir. Minimum temperleme sıcaklığı, nitrürlemede seçilecek maksimum sıcaklıktan genellikle 30°C daha yüksek seçilir [4].

Çok sert ve gevrek olan beyaz tabakanın çok kalın olması durumunda tabaka parçanın kullanımı sırasında parçalanabilir. Bundan dolayı nitrürleme işlemini takiben beyaz tabaka ince taşlama ile kaldırılabilir [4]. Beyaz tabakanın kalınlığı zaman, sıcaklık ve basıncın (genellikle atmosferik basınç altında) fonksiyonudur. Çeliğin içerdiği karbon miktarının beyaz tabaka kalınlığı üzerindeki etkisi çok azdır. Beyaz tabakanın kalınlığı proses tekniğini yönlendirerek önemli oranda kontrol edilebilir. Beyaz tabakanın kalınlığını kontrol etmek ve konvansiyonel nitrürleme işlemlerinde karşılaşılan problemleri gidermek için geliştirilmiş metotlar aşağıda açıklanmıştır [8].

3.1.1.1 Floe prosesi

İki aşamalı Floe prosesinde ise birinci aşama, 500°C’de %15–30 amonyak ayrışması (atmosferin içerdiği amonyak %70–85) ile gerçekleşir. Bu aşamada yüzeyde azotça zengin bileşikler üretilir. Birinci aşama tamamlandıktan sonra 560°C’de %75–85 amonyak ayrışması (atmosferin içerdiği amonyak %15–25) ile ikinci aşama uygulanır. Bu iki kademeli işlem sonucu daha ince beyaz tabaka elde edilir [8].

3.1.1.2 Geliştirilmiş gaz nitrürleme prosesleri

Gaz nitrürleme prosesinde, işlem gazı olarak amonyak kullanılır. Isıtılan çelik yüzeyi ile temas eden amonyak ayrışarak işlem için gerekli azot atomunu açığa çıkarır. Amonyağın ayrışma oranı, sıcaklığa ve gaz akış hızına bağlıdır. Bunun yanı sıra sadece amonyak gazı içeren nitrürleme atmosferleri işlem için yeterli esnekliği sağlamaz. Bazı durumlarda nitrürlenmiş çelik yüzeyi, aşırı doymuş azot içerir ve bunun sonucu olarak işlem sonrası kaldırılması gerekebilecek gevrek bir tabaka

oluşur. Son yıllarda nitrürleme işleminde karışık gaz atmosferleri kullanılmaktadır. Bunlara örnek olarak, amonyak ve hidrojen gaz karışımını içeren (seyreltme metodu) veya amonyakın dikkatlice çeşitli gaz bileşenleri ile karıştırıldığı atmosferler (kontrollü nitrürleme) verilebilir. Seyreltme metodu ve kontrollü gaz nitrürleme, geleneksel gaz nitrürleme işleminin neden olduğu problemleri azaltmaktadır [4].

Amonyak akışına hidrojen ilave edildiğinde, amonyakın azot bileşeni seyreltilir. Beyaz tabaka ve onun çelik yüzeyindeki kalitesi çelikteki karbon ile kontrol edilir. Eğer karbon miktarı yeteri kadar yüksek ise, beyaz tabakada ϵ -nitrür fazı çekirdeklenmeye başlar. Bu durumu ayrıca azot da etkiler. Yeteri kadar yüksek azot konsantrasyonları γ -nitrür fazının çekirdeklenmesini kolaylaştırır. Görüldüğü gibi, gaz kimyasının kontrollü çok büyük bir öneme sahiptir. Nitrürlemede seyreltilmiş atmosfer kullanımı, aktif ve mevcut azot miktarını azaltarak prosese esneklik kazandırır ve oluşan beyaz tabaka daha fazla sünek özellik gösterir [4].

Kontrollü gaz nitrürlemede tüm işlem parametreleri bilgisayar kontrollüdür. İşlem gören malzemelerin yüzey bölgelerindeki azot konsantrasyonu bu işlem ile etkin şekilde kontrol edilebilir. Kontrollü gaz nitrürleme teknolojisi, nitrürleme potansiyeli (N_p) ismi verilen parametrenin ayarlanması ve ölçülmesini kapsar. Nitrürleme potansiyeli (3.8)'deki formülle ifade edilir [4];

$$N_p = \frac{P_{NH_3}}{\sqrt{P_{H_2}}} \quad (3.8)$$

Formülde gösterilen P_{NH_3} fırın atmosferindeki amonyak gazının, P_{H_2} ise fırın atmosferindeki hidrojenin kısmi basıncını gösterir. Yüksek nitrürleme potansiyeli değerlerinde, yüzeyde yüksek azot konsantrasyonu ve dik konsantrasyon gradyanı elde edilir. Düşük nitrürleme potansiyelleri, yüksek alaşımlı çeliklerde gevrek beyaz tabaka oluşumu gerçekleşmeden nitrürlenmiş tabaka oluşumuna olanak tanır. Kontrollü gaz nitrürleme işleminde, konvansiyonel gaz nitrürleme işleminden farklı olarak saf amonyak kullanılmaz. Azot, önceden ayrıştırılmış amonyak, hidrojen, argon ve oksijen gibi gazlar amonyak gazının nitrürleme etkisini kontrol etmek amacı ile sisteme ilave edilir. Argon gazı hariç ilave edilen diğer gazlar, atmosferin nitrürleme potansiyelini düşürücü etki yaparken; argon gazının nitrürleme potansiyeli üzerinde etkisi yoktur. Kontrollü gaz nitrürlemenin, beyaz tabakanın çatlama ve parçalanma riskinin azaltılması, korozyon direncinin artırılması, düşük distorsiyon,

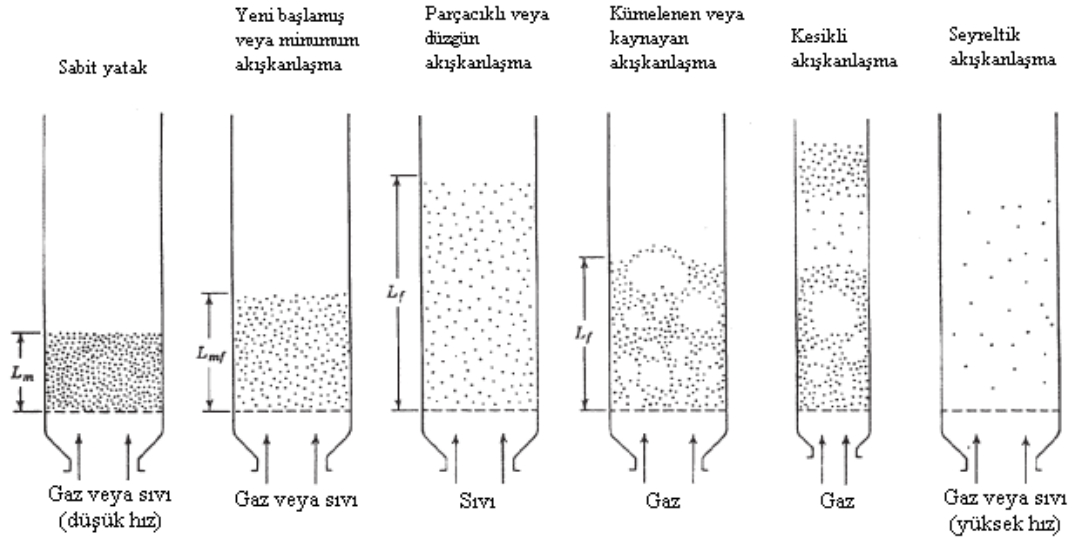
düşük sıcaklıklarda işlem yapılabilmesi ve nitrürleme işlemine uygun metal sınıflarını genişletmek gibi avantajlara sahiptir [4].

3.1.2 Akışkan yataklı fırında nitrürleme

Akışkan yataklı fırınlar ısıl işlemde kullanılan yeni tekniklerden birisidir. Akışkan yataklı fırınlar ilk önce petrol krizinin patlak verdiği 1970'li yılların başında, tasarımcıların ısıl işlem süreçlerinde enerji bakımından daha verimli teknikler araştırmalarının sonucu geliştirilmiştir [10].

Akışkan yataklı fırınlarda azot kaynağı olarak amonyak gazı kullanılır. Akışkan yataklı fırında nitrürleme, proses tekniği olarak gaz nitrürlemeye; ısı transfer metodu olarak ise tuz banyosunda nitrürlemeye benzer. Akışkan oluşturma tekniği sıvı gibi davranabilen çok ince partiküllerin kaynamasını kapsar [8]. Bu olay, alüminyum oksit ve silika kumu gibi katı partiküller arasından genellikle hava veya azot gibi gazlar geçirilerek oluşturulur. Bu durumda partiküller mikroskobik olarak birbirlerinden ayrılırlar ve kaynayan sıvı gibi davranırlar [10]. İnce partiküllerin mikroskobik olarak ayrılması sistemden yeterli hacimde ve basınçta gaz geçirilmesi ile sağlanır. Gazın basıncı ve hacmi çok yüksek seçilirse, ince partiküller gaz akışı içerisinde taşınırlar ve yataktan ayrılırlar. Dolayısıyla kullanılan gazın basıncı ve hacmi kritik öneme sahiptir. Isıtılan ortamdan ince partiküllere transfer olan ısı daha sonra numuneye transfer olur [8]. Yüksek ergime noktasına sahip partiküller inerttir ve metal parçalarla reaksiyona girmezler, fakat ısıl işlem uygulanacak parça ile akışkan yatak oluşturan gaz arasında ısı transferini geliştirici rol oynarlar [10].

Akışkanlaşma, kuru ve ince partiküllerin (genellikle alüminyum oksit) fırına beslenen gaz yardımıyla sıvı gibi davranması olayıdır. Yeteri kadar yüksek gaz akış hızlarında, yatak hareket eder ve yatağın en üst yüzeyi ortadan kaybolur. Genel akışkanlaşma safhaları Şekil 3.5'de verilmiştir. Isıl işlem proseslerinde genellikle kümelenen veya kaynayan akışkanlaşma safhası kullanılır [11].

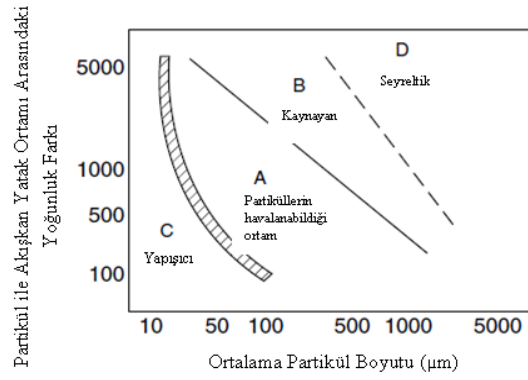


Şekil 3.5: Akışkanlaşma safhaları [8].

3.1.2.1 Akışkan yataklarda ısı transferi

Akışkan yatakların en önemli özelliklerinden biri ısı transfer veriminin yüksek olmasıdır. Akışkan yatak fırınındaki partiküllerin türbülanslı hareketi ve hızlı dolaşımı ısı transferinin verimliliğinin konvansiyonel tuz banyosunda nitrürleme işlemindeki ile karşılaştırılabilir olmasını sağlar. Akışkan yatakların ısı transfer katsayısı 120 ile 1200 $W/m^2.^{\circ}C$ değerleri arasındadır. Partikül boyutu, yatak malzemesi, akışkan oluşturucu gazın hızı ve ısıtma hızı gibi faktörler ısı transferini etkiler [11]. Akışkan yatak ortamının karakteristik özellikleri Geldart diyagramındaki (Şekil 3.6) pozisyonuna bağlıdır [10]. En yüksek ısı transfer hızı alüminyum oksidinde dâhil olduğu çeşit B ortamında meydana gelir. Bu ortamda alüminyum oksit en iyi ısı transfer kapasitesini, termal kararlılığı ve uniformluğu sağlar. Genelde ısıtma ve soğutmada optimum ısı transferi, 100–125 μm aralığında değişen partikül boyutuyla elde edilir. Eğer partikül boyutu 100 μm ' den az ise uniformluk özelliği bozulur. Eğer partikül boyutu 250 μm ' den fazla olur ise gaz kullanımı ekonomik olmaktan çıkar [8].

Kullanılan yatak malzemesinin en önemli fiziksel özelliği yoğunluğudur. Yatak malzemeleri için optimum yoğunluk 1280 ile 1600 kg/m^3 arasındadır. Daha yoğun malzemeler daha düşük ısı transfer katsayısı üretmeye eğilimlidir ve akışkanlaşma için daha fazla enerjiye ihtiyaç duyarlar. Yatak malzemesinin termal iletkenliği ve özgül ısı gibi diğer fiziksel özellikleri, yoğunluğa nazaran daha az önemlidir [11].

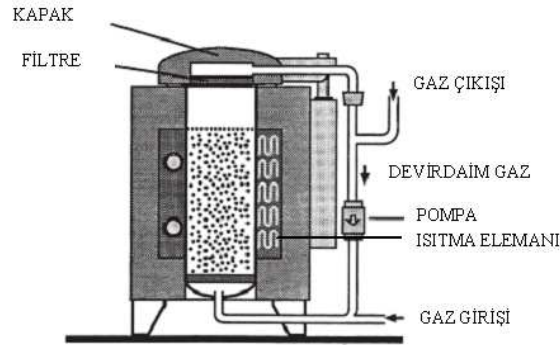


Şekil 3.6: Geldart diyagramı [10].

Akışkan oluşturuucu gazın hızı, genellikle minimum akışkanlaşma hızının iki veya üç katı arasında seçilir. Çok yüksek hızlar, partiküllerin ortamdan uzaklaşmasına, fazla gaz tüketimine ve zayıf ısı transferine neden olur. Hızın çok yavaş seçilmesi halinde de zayıf ısı transferi gerçekleşir ve işlemin eş dağılımlılığı bozulur [11].

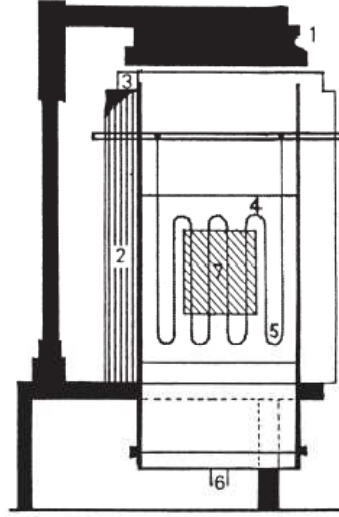
3.1.2.2 Akışkan yataklı fırınlarda kullanılan ısıtma metotları

Akışkan yataklı fırınlardaki ısıtma, dâhili ve harici olarak elektriksel sistemler ile veya gaz ısıtma sistemleri ile sağlanır. Harici direnç ile ısıtma, Şekil 3.7’de görüldüğü gibi fırın donanımına monte edilen ısıtma elemanları tarafından ısıtılır [8, 10].



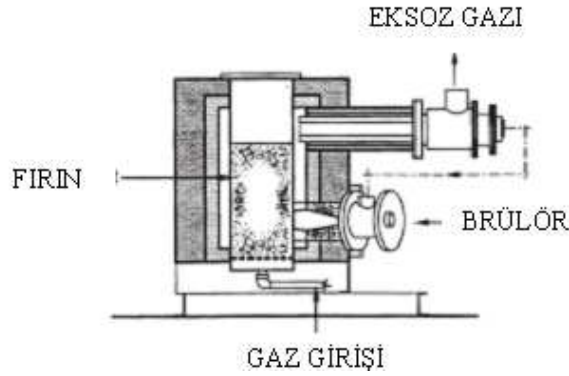
Şekil 3.7: Harici direnç ile ısıtılan akışkan yataklı fırını [8].

Dâhili direnç ile ısıtma metodunda, Şekil 3.8’de gösterildiği gibi ısıtma elemanının alüminyum oksit partikülleri içeren bölüme daldırılması söz konusudur. Akışkan yataklı fırınları ısıtmada kullanılan çok basit bir yöntemdir ve ısıtma elemanları ve alüminyum oksit partikülleri arasında iyi ısı transferi sağlar [8].



Şekil 3.8: Dahili direnç ile ısıtılan akışkan yataklı fırın (1) kapak, (2) yalıtım malzemesi, (3) refrakter malzemesi, (4) akışkan yatak, (5) ısıtma elemanları, (6) gaz girişi, (7) ısı işlem görececek numune [8].

Gaz ile ısıtma genellikle elektriksel ısıtma yöntemlerine göre ekonomik olarak daha uygundur. Bu ısıtma yönteminde de sistem dâhili veya harici olabilir. Harici sistemlerde, fırın yalıtım malzemesinin etrafını kapladığı yanma odaları bulunur. Isıtma için çeşitli yanma brülörlerinden faydalanılabilir [8]. Şekil 3.9’da reküperatör tipi ısıtma sistemi içeren akışkan yataklı fırının şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 3.9: Gaz ısıtmalı (harici) akışkan yataklı fırın [8].

3.1.2.3 Akışkan yataklı fırınların avantajları

Malzemelere uygulanacak ısı işlemlerde akışkan yataklı fırınların kullanılmasının çeşitli avantajları vardır. Bunlar [8, 10-13];

- Akışkan yataklı fırınlar, işlem gören parça fırından çıkarılıp işlem göreceği parça fırına koyulduktan sonra işlem sıcaklığına hızlıca yeniden ulaşabilir.

- İşlem atmosferi değiştirildiğinde fırının temizlenmesine veya havalandırılmasına gerek duyulmaz.
- Akışkan yataklı fırınlarda proses değişimi kolaylıkla yapılabilir. Yani, nitrürleme işleminden ferritik nitrokarbürleme işlemine veya karbürleme işleminden karbonitrürleme işlemine geçiş kolaylıkla yapılabilir.
- Akışkan yataklı fırınlar, geleneksel fırınlara göre enerji yönünden daha verimlidir.
- Alüminyum oksit partikülleri malzemenin her noktasına gazı taşıyabildiğinden dolayı homojen ısı transferi sağlanır.
- Akışkan yataklı fırın teknolojisi basit bir yöntemdir ve herhangi bir zararlı gaz içermediğinden çevre dostudur.

3.1.3 Tuz banyosunda nitrürleme

Araştırmacıların gaz nitrürleme işleminde oluşturulan tabakaya göre daha uniform ve daha iyi metalurjik özellikleri sağlayacak alternatif yollar aramaları sonucu tuz banyosunda nitrürleme işlemi geliştirilmiştir. Tuz banyosunda nitrürleme işleminde, zengin azot kaynağı içeren tuzların ergitilmesinden yararlanılır. Dâhili veya harici ısıtma elemanından sağlanan ısı, tuzu eriterek işlem için gerekli azotu açığa çıkarır. Çelik numune tuz ortamına daldırılıp işlem sıcaklığına ısıtıldığında gaz nitrürlemeye benzer reaksiyonlar meydana gelmeye başlar. İşleminde genel olarak kullanılan tuz karışımı %30 NaCN, %39 KCl, %25 Na₂CO₃ veya K₂CO₃ ve %2 nem içerir. Tuz banyosunda nitrürleme işleminin düşük çalışma maliyeti, düşük bakım maliyeti, kolay kullanılabilir olması, fazla yer kaplamayan küçük yığın tipi fırınlara ihtiyaç duyması gibi avantajları vardır [8].

3.1.4 Plazma nitrürleme

Plazma nitrürleme akkor boşaltımlı teknoloji kullanılarak yapılan bir çeşit yüzey sertleştirme işlemidir. Bu işlemde, vakum ortamında ve yüksek voltaj altında oluşturulan plazma ortamından yararlanılır. Plazma içerisinden geçen azot iyonları hızlanarak iş parçasına çarpar. Bu iyon bombardımanı iş parçasını ısıtır, yüzeyini temizler ve işlem için gerekli aktif azot sağlar. Plazma nitrürleme işlemine, ayrıca akkor boşaltımlı nitrürleme ve plazma iyon nitrürleme de denir. Bu üç prosesin türetilmiş şekilleri olarak sürekli doğru akım plazma nitrürleme, atımlı doğru akım

plazma nitrürleme, sıcak duvar fırın sistemleri ve soğuk duvar fırın sistemleri gibi çeşitleri vardır [8].

Plazma nitrürleme işlemi, kapalı gaz atmosferinde bulunan iki elektrot arasından akım geçirme olayına dayanır. Gaz, elektriksel iletken gibi davranarak akımı bir taraftan diğer tarafa taşır. Gaz halindeki atomlar uyarılmış hale gelerek “ortalama serbest yolu” boyunca sürüklenirler ve birbirleriyle çarpışırlar. Bu olay meydana geldiğinde, enerji açığa çıkar ve akkor oluşur. Normal atmosferik basınçta ve sıcaklıkta açığa çıkan enerji, ısı sağlayacak enerji kaynağı olarak kullanmak için çok düşüktür. Basınç yaklaşık 0,1Pa değerine indirildiğinde moleküler ortalama serbest yolu artar. Çarpışmadan dolayı açığa çıkan enerji yüksek olmasına rağmen, uzun moleküler ortalama serbest yolundan dolayı çarpışmalar seyrek olur. Yani plazma ısı üretir ancak miktarı iş parçasını ısıtmak için yetersizdir. Yüksek basınçlarda (1,3-13Pa gibi) ise gaz molekülleri serbestçe hareket ederek sıklıkla birbirleriyle çarpışırlar. Bu sayede kullanılabilir plazma enerjisi açığa çıkar. İşlem için ideal bir basınç değeri yoktur ancak malzemeye ve malzemenin geometrisine bağlı olarak ayarlanabilecek basınç aralığı (50-500Pa) vardır. İşlem haznesindeki basıncın kontrolü, çelik yüzeyinde oluşan akkorun alanını belirler. Eğer basınç çok yüksek olursa (başka bir ifadeyle atmosferik basınca yakın olursa) parça etrafındaki akkor kesintili oluşur. Bundan dolayı akkorun meydana gelmediği bölgelerde nitrürleme işlemi gerçekleşmez. Basınç çok düşük olduğu takdirde ise parça etrafındaki akkor çok belirsiz olur. Bunun sonucu olarak da deliklerin iç yüzey alanlarında nitrürleme yetersiz olur [8].

Plazma nitrürleme işleminde, akım yoğunluğu, güç, işlem haznesinin basıncı ve gaz kompozisyonu iyi bir şekilde kontrol edilmelidir. Bu parametrelerin kontrolü bilgisayar destekli sistemler ile sağlanır [8].

Plazma nitrürleme işlemi, temel olarak 4 aşamadan oluşur. İlk olarak işlem haznesi vakum altına alınır. Bu sayede haznede bulunan hava ve diğer kirlilikler ortamdaki uzaklaştırılır. Daha sonra ortam nitrürleme sıcaklığına ısıtılır. Isıtma işlemi, çarpışmalardan kaynaklanan plazma enerjisi ile yapılabildiği gibi dirençli ısıtıcılar veya özel katot kaplamaları ile de yapılabilmektedir. İş parçaları istenilen sıcaklığa ulaştıktan sonra, işlem gazı sisteme verilir. İşlem gazı genellikle azot, hidrojen ve az miktar metandan oluşur. Voltaj etkisi altında azot gazı ayrılarak iyonize olur ve iş parçasına doğru hızlanarak çarpar. Çarpışma sonucu kinetik enerji ısı enerjisine

dönüşür. Bu ısı, parçayı nitrürleme sıcaklığına getirmek için ya doğrudan kullanılır veya ısıtma elemanlarına ilaveten yardımcı ısıtma kaynağı olarak kullanılır. Eğer ısı uygulandığında, kullanılan işlem gazı çelik içerisine yayınabilirse, nitrürleme işlemi gerçekleşir. Nitrürleme işlemi bittiğinde işlem gören parçalar inert atmosfer altında soğutulurlar [8].

Soğuk duvar fırın sistemleri ve sürekli doğru akım plazma nitrürleme sistemlerinde fırın içerisinde ısıtma elemanı yoktur. Isıtma iyon bombardımanı ile üretilir. Bazı sistemlerde ise sıcaklık homojenliğinin sağlanması amacıyla dâhili ısıtma elemanları kullanılır. Bu sistemler kullanıldığında yerel aşırı ısınmaları önlemek için işlem haznesi içerisindeki pozisyonu dikkatli bir şekilde ayarlanmalıdır [8].

Azot kaynağı olarak amonyak gazının kullanıldığı gaz nitrürleme işleminden farklı olarak, plazma nitrürleme işleminde azot ve hidrojen gazları kullanılır. Bu gazlar birleşmiş formda olmadıklarından, metalürjistler gazların oranlarını değiştirerek nitrürleme potansiyellerini istedikleri şekilde değiştirebilirler. Bu sayede beyaz tabaka oluşumu kontrol edilebilir [8].

Plazma nitrürleme sırasında çelik yüzeyinde dört reaksiyon oluşur. 1.reaksiyonda; enerjili elektronlar tarafından iyonize ve nötr azot atomları üretilir. 2.reaksiyonda; püskürtme olarak bilinen etki ile çelik yüzeyinden demir ve pislikler kaldırılır. Pislikler vakum pompa sistemini sayesinde ortamdan uzaklaştırılır. 3.reaksiyonda; püskürtülmüş demir atomları ile azot atomları tepkimeye girerek demir nitrür (FeN) oluştururlar. 4.reaksiyonda; sürekli plazma bombardımanın etkisi altında FeN bozulmaya başlar. Plazma, FeN fazının karasız olmasına neden olur ve sırasıyla ϵ , γ' ve demir/azot bileşik bölgesi oluşur [8].

Plazma nitrürleme işleminin, çevre dostu gaz kullanımı, yangın riskinin olmaması, sürekli üretimde fırından daha iyi yararlanılması, çok düşük çalışma maliyetleri, operatöre minimum bağlılık, düşük proses gazı tüketimi, tekrarlanabilir sonuçlar elde edilmesi, seçici nitrürleme kolaylığı gibi avantajları bulunmaktadır [8].

3.2 Nitrürleme İşleminin Tarihsel Gelişimi

20. yüzyılın ilk yıllarında Amerikan Gaz Şirketinde (American Gas Company) metalurji mühendisi olarak çalışan Adolph Machlet, yüzey sertleştirme tekniği olan karbürlemede, malzemelerin yüksek sıcaklıklarda uzun süreler tutulması ve

sonrasında suda veya yağda su verilmesi nedeniyle çarpılma problemleri oluştuğunu tespit etmiştir. Machlet yaptığı deneylerde azotun demir içerisindeki çözünürlüğünün yüksek olduğunu keşfetmiştir. Düşük alaşımlı çelik içerisine azot difüzyonu oldukça sert bir yüzey oluşturmuş ve korozyon direnci de önemli oranda gelişmiştir. Üstelik bu özellikler çeliği yüksek sıcaklıklara çıkarmadan ve daha önemlisi hızlı soğutma uygulamadan elde edilmiştir. Böylece malzemede çarpılma riski de azalmıştır. İşlem için gerekli azot, amonyağın ısı ile ayrıştırılmasından elde edilir. Çok zaman geçmeden Machlet, amonyağın ayrışmasının kesin bir şekilde kontrol edilmesi gerektiğini anlamıştır ve bu sebeple ayrışmadan elde edilen mevcut azot miktarını azaltmak için hidrojen gazını seyreltici olarak kullanmıştır. Nitrürleme işleminde ilk patent başvurusu 1908 yılının mart ayında ABD'nin New Jersey eyaletinde yapılmıştır. Patent 1913 yılının haziran ayında onaylanmıştır. Machlet'in geliştirdiği yöntem ve patentinin teknolojik olarak önemli olmasının yanında çalışmaları büyük oranda kabul görmemiştir. Günümüzde nitrürleme işlemi ile çalışan birçok metalurjist, "nitrürlemenin babası" olarak tanınan Alman araştırmacı Adolph Fry'nin çalışmaları hakkında bilgi sahibidirler [8].

Dr. Adolph Fry, Almanya'nın Essen şehrindeki Krupp Çelik Fabrikasında (Krupp Steel Works) 1906 yılında nitrürleme işlemi ile ilgili araştırma programı başlatmıştır. Fry, Machlet'in çalışmasında olduğu gibi, yüksek sıcaklıklarda azotun demir içerisindeki çözünürlüğünün yüksek olduğunu görmüştür. Ayrıca alaşım elementlerinin, metalurjik sonuçları ve performansı kuvvetli bir şekilde etkilediğini tespit etmiştir. Fry ilk patent başvurusunu 1921 yılında yapmış ve patenti 1924 yılının mart ayında onaylanmıştır. Fry, Machlet'in yönteminde olduğu gibi, amonyağı azot kaynağı olarak kullanmış fakat seyreltici gaz kullanmamıştır. Böylece tek safhalı gaz nitrürleme prosesi geliştirilmiştir. Daha sonra alaşım elementlerinin yüzey sertliği üzerindeki etkilerini incelemiş ve sadece krom, molibden, alüminyum, vanadyum ve tungsten içeren çeliklerde yüksek yüzey sertliği elde edilebileceği sonucuna ulaşmıştır [8].

Machlet'in prosesi ABD'de geniş bir çevrede kabul görmemiştir. Alman prosesi ise Avrupa'da hava taşıtları, tekstil, otomotiv ve makine endüstrisinde kullanılmaya başlamıştır. 1920'li yıllarda Amerikan endüstrisinin önde gelen kişileri Fry'nin başarılı sonuçlar elde ettiğini görmüş ve Üretim Mühendisleri Topluluğu (Society of Manufacturing Engineers), Almanya'daki gelişmelerle yakından ilgilenmeye

başlamıştır. Bu amaçla Üretim Mühendisleri Topluluğu, Cleveland'dan Dr. Zay Jeffries'i 1926 yılında Krupp Çelik Fabrikasını ziyaret etmesi için Almanya'ya göndermiştir. Yapılan görüşmelerden sonra Jeffries, Fry'ı Chicago'da gerçekleştirilecek Üretim Mühendisleri Topluluğunun yıllık konferansına katılmasını önermiştir. Fry bu davete katılamamış yerine çalışma arkadaşı olan Pierre Aubert konferansa katılarak Fry'ın nitrürleme işlemi ile ilgili görüşlerini katılımcılara aktarmıştır. Bu sunum ABD'de nitrürleme işleminin ticarileşmesine yardımcı olmuştur [8].

1927 yılında Üretim Mühendisleri Topluluğu konferansında Fry'ın çalışmalarının anlatılmasını takiben, Amerikalı metalurjistler nitrürleme prosesi parametrelerini ve alaşım elementlerinin çeliklerin nitrürleme davranışları üzerindeki etkilerini araştırmaya başlamışlardır. Detroit'teki Timken Detroit Mil Şirketinde (Timken Detroit Axle Company) çalışan H.W. McQuaid ve W.J. Ketcham yeni nitrürleme proseslerini değerlendiren araştırmalar yapmışlardır. Bu çalışmalar iki yıl süren zaman diliminde tamamlanmış ve sonuçlar 1928 yılında açıklanmıştır. Yapılan çalışmalarda genellikle işlem sıcaklığı üzerinde durulmuştur. İşlem sıcaklıklarının 540°C ile 650°C arasında olması uygun bulunmuştur. Bu çalışmada en yüksek sıcaklık olan 650°C, Machlet'in çalışmaları ile karşılaştırıldığında oldukça düşük seviyededir (Machlet çalışmalarını 480°C ile 980°C arasında değişen sıcaklıklarda yapmıştır). McQuaid ve Ketcham yaptıkları çalışmalar sonunda; yüksek sıcaklıklarda yapılan işlemlerde, çeliğin göbek sertliğinin işleminden etkilendiğini, buna karşın yüksek sıcaklıkların çeliğin nitrürlenebilme kabiliyetlerini çok az etkilediğini tespit etmişlerdir. Ayrıca, yüksek sıcaklıklarda yapılan işlemlerin, demir içerisinde azotun artan çözünürlüğüne bağlı olarak, özellikle malzemenin kenarlarında, nitrür ağlarının oluşma riskini artırdığını gözlemlemişlerdir. Nitrür ağlarının mevcudiyeti çelik yüzeyinde çatlama veya dökülme yolu ile hasara sebebiyet vermektedir. İlk çalışmalardan sonra McQuaid ve Ketcham daha kapsamlı araştırmalar yapmaya başlamışlardır. Bunlar [8];

- Sıcaklığın tabaka oluşumu ve sertleşme derinliği üzerindeki etkisi
- Sıcaklığın çarpılma ve tabakanın büyümesi üzerindeki etkisi
- Sürenin çarpılma ve büyüme üzerindeki etkisi
- Amonyak/Hidrojen ilişkisinin ve hidrojen ile seyreltmenin etkisi
- Yavaş ve hızlı soğutmanın etkisidir.

Yapılan alıřmalar sonunda, nitr rlemenin karb rlemeye g re ok daha kolay kontrol edilebildiđini g zlemlemiřlerdir. Ayrıca d ř k alařımlı veya alařımlı eliklerin korozyon  zelliklerinin ok fazla geliřtiđini g rm řlerdir. McQuaid ve Ketcham beyaz tabaka ile ilgili alıřan ilk metalurjistlerdendir. Beyaz tabakanın demir nitr r veya kompleks nitr r katmanlarından (demir ve alařım elementlerini ierir) olduđu sonucuna varmıřlardır. alıřmalardan ıkardıkları diđer bir sonu beyaz tabakanın olduka sert ancak olduka gevrek bir tabaka olduđudur [8].

ABD'nin Ohio eyaletindeki Merkezi Alařımlı elik řirketi (Central Alloy Steel Corporation) arařtırma laboratuvarlarında alıřan Robert Sergeson 1929 yılının temmuz ayında krom, al minyum, molibden, vanadyum ve tungsten ieren elikler  zerinde Dr. Fry'ın alıřmalarını yeniden g zden geirmiřtir. McQuaid ve Ketcham gibi Sergeson da nitr rleme iřleminde proses kontrol  ve proses kimyasının karb rlemeye oranla ok daha basit olduđu sonucuna ulařmıřtır. Sergeson, nitr rleme iřleminin sonra yeniden ısıtmanın sertleřtirilmiř tabakaya etkilerini incelemiř ve artan sıcaklıkla beraber tabaka sertliđi kararlılıđının karb rlenmiř ve su verilmiř alařımlı eliđe g re ok daha iyi olduđu sonucuna varmıřtır. Krom-al minyum eliklerinin y zey sertliđi deđerlerinin 525 C'de azalmaya bařladıđı ve bu azalmanın ok az olduđunu g zlemlemiřtir. Sergeson, ayrıca sıcaklık ve gaz akıřının alařımlı eliklerinin nitr rleme iřlemi  zerindeki etkilerini incelemiřtir. Bu alıřmalar sonucunda, 510 C'de amonyak gazının akıř hızı arttırıldıđında y zey sertliđi ve sertleřtirilmiř tabaka kalınlıđındaki deđiřimlerin ok az olduđunu; iřlem sıcaklıđı arttırıldıđında ise sertleřmiř tabaka derinliđinin arttıđını ancak y zey sertliđinin d řt đ n  g rm řtir. Sergeson alıřmalarını, krom ve al minyum ieren alařım eliklerinde, deđerien al minyum ve nikel miktarlarının etkisini inceleyerek tamamlamıřtır. Nikelin nitr r oluřturucu element olmadıđı ancak y ksek miktarda ise serbest azot dif zyonunu yavařlatıcı etkisi olduđunu g zlemlemiřtir [8].

MIT (Massachusetts Institute of Technology)'de metalurji profes r  V.O. Homerberg ve arařtırmacı Mr. Walsted yaptıkları alıřmada 750 C'ye kadar nitr rleme sıcaklıđının etkisini incelemiřler ve sıcaklık arttıka sertleřmiř tabaka derinliđinin arttıđını ancak y zey sertliđinin d řt đ n  g zlemlemiřlerdir [8].

1930'lu yılların ortalarında yani gaz nitr rlemenin geliřtirilmesinden kısa bir s re sonra, alternatif nitr rleme metotları arařtırılmaya bařlanmıřtır. Bu y ntemlerden biri; ergimiř tuzu azot kaynađı olarak kullanan tuz banyosunda nitr rleme iřlemidir.

Bu işlemde siyanürün siyanata dönüşmesi ile açığa çıkan azotun çelik yüzeyine difüzyonu ile nitrürleme işlemi gerçekleşir [8].

1942 yılında geliştirilen Floe prosesinde iki farklı aşamada işlem gerçekleştirilir. Birinci aşama, 500°C'de %15-30 amonyak ayrışması (atmosferin içerdiği amonyak %70-85) ile gerçekleşir. Bu aşamada yüzeyde azotça zengin bileşikler üretilir. Birinci aşama tamamlandıktan sonra 560°C'de %75-85 amonyak ayrışması (atmosferin içerdiği amonyak %15-25) ile ikinci aşama uygulanır. MIT'de çalışan Dr. Carl F. Floe tarafından geliştirilmiş bu prosese Floe prosesi veya iki aşamalı proses adı verilir. Bu proses yalnızca beyaz tabakanın oluşumunu azaltmak için kullanılır [8].

İyon (plazma) nitrürleme prosesinde, reaksiyon gazlarının plazma boşalımı ile hem çelik yüzeyi ısıtılır hem de nitrürleme işlemi için gerekli azot iyonu temin edilir. 1932 yılında Wehneldt tarafından tasarlanan yöntem, akkor boşalımının kontrol edilememesi nedeniyle iyi sonuçlar vermemiştir. Daha sonra Wehndelt ve Berghaus tarafından ticari olarak geliştirilmiştir. II. Dünya Savaşı süresince Almanya'da başarılı bir şekilde uygulanmasına rağmen, prosesin karmaşık, pahalı ve tekrarlanabilir sonuçlar elde etmenin garantisi olmaması gibi özelliklerinden dolayı geniş bir uygulama alanı olmamıştır. İyon nitrürleme prosesi özellikle Avrupa'da, 1970'li yıllara kadar endüstriyel anlamda kabul görmemiştir [8].

Petrol krizinin patlak verdiği 1970'li yılların başında akışkan yataklı fırın prosesi, tasarımcıların ısı işlem süreçlerinde enerji bakımından daha verimli teknikler araştırmalarının sonucu geliştirilmiştir [10].

Konvansiyonel nitrürleme işlemlerine ek olarak son yıllarda geliştirilen diğer yöntemler; oksinitrür prosesi, azot ve karbon kullanarak yapılan kontrollü proses olan ferritik nitrokarbürleme, gaz nitrürleme işleminin gelişmiş hali olan ve işlem parametrelerinin bilgisayar ile kontrol edildiği kontrollü gaz nitrürlemedir. Nitrürleme proseslerindeki birçok gelişmede çevresel duyarlılıklar ve kanunlar etkili olmaktadır. Bunların sonucunda daha etkili, verimli ve ekonomik yöntemler ve donanımların geliştirilmesine uğraşılmakta ve gaz nitrürleme, tuz banyosunda nitrürleme, plazma nitrürleme işlemlerine iyileştirmeler uygulanmaktadır [8].

1980'li yılların ortalarında konvansiyonel nitrürleme sıcaklıklarının düşürülmesi ile ilgili çalışmalar yapılmaya başlanmıştır. Bu alanda yapılan ilk çalışmalar ostenitik

paslanmaz çelikler üzerinedir. Paslanmaz çeliklere, yüksek sıcaklıklarda yapıda çökmesi beklenen krom nitrür fazının korozyon dirençlerini kötüleştirilmesi nedeniyle, konvansiyonel sıcaklıklarda nitrürleme işlemi uygulanamaz. Zhang ve Bell, 1985 yılında AISI 316 ostenitik paslanmaz çeliğe uyguladıkları 400°C sıcaklıkta plazma nitrürleme işlemi ile çelik yüzeyinde korozyona dirençli S-fazı oluşturmuşlardır. Bu çalışmaya benzer olarak, Ichii ve diğ., düşük nitrürleme sıcaklıkları kullanarak paslanmaz çelik yüzeyinde S-fazı oluşumunu gözlemlemişlerdir [14]. Günümüzde, çeşitli paslanmaz çeliklerinin düşük sıcaklıkta nitrürlenmesi üzerine ve bazı takım çeliklerinin konvansiyonel ve düşük sıcaklıkta nitrürleme işlemleri üzerine çalışmalar devam etmektedir.

Sun ve Bell [15] 1998 yılında yaptıkları çalışmada, AISI 316 ostenitik paslanmaz çelik numunelerini, 450, 500 ve 550°C'de %25N₂-%75H₂ gaz karışımı ve 5 saat süre ile plazma nitrürleme işlemine tabi tutmuşlardır. Düşük sıcaklıkta yapılan nitrürleme işlemi (450°C) ile en iyi aşınma özelliklerinin kazanıldığını tespit etmişlerdir.

Devi ve diğ. [16] 1998 yılında yaptıkları çalışmada; su verilmiş ve temperlenmiş haldeki AISI H13 numuneleri, 530°C'de 12 ve 24 saat süre ile plazma nitrürleme işlemine tabi tutulmuştur. Yapılan SEM incelemesiyle 12 saat süre ile nitrürleme işleminde tabi tutulan numunede beyaz tabaka kalınlığının 2–3 µm, sertleştirilmiş tabaka derinliğinin ise 165 µm olduğu; 24 saat süre nitrürlenmiş numunelerde ise beyaz tabaka kalınlığının 10–20 µm, sertleştirilmiş tabaka derinliğinin ise 215 µm olduğu gözlenmiştir. Ayrıca 12 ve 24 saat süre ile nitrürlenmiş numunelerin sertlikleri sırasıyla 1225HV_{0,1} ve 1402HV_{0,1}'dir. Bunun yanı sıra beyaz tabakada süresiz porozitelerin mevcut olduğu ve bunun azotun yapı içerisinde moleküler hale gelmesinden kaynaklandığı sonucuna varılmıştır. Nitrürleme zamanı arttıkça ε fazının azot içeriği azalmakta ve ε fazından ayrılan azot atomları birleşip moleküler hale gelerek yapıda poroziteler oluşturmaktadır. XRD incelemesiyle 12 saat nitrürlenmiş numunede yapının ε-Fe₂₋₃N fazından oluştuğu; 24 saat nitrürlenmiş numunede ise ε ve γ' fazlarının olduğu ancak γ' fazının baskın olduğu bulunmuştur.

Menthe ve diğ. [17], 2000 yılında yaptıkları çalışmada, AISI 304L ostenitik paslanmaz çeliğe 375–475 °C sıcaklık aralığında farklı N₂-H₂ gaz atmosferlerinde plazma nitrürleme işlemi uygulamışlardır. Nitrürlenmiş numunelerde S-fazı oluşumuna bağlı olarak sertlik, aşınma direnci ve yorulma dayanımında önemli artışlar olduğunu tespit etmişlerdir.

Salas ve diğ. [18] 2001 yılında yaptıkları çalışmada; ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliği numuneleri, 500, 550 ve 600°C sıcaklıklarda 5 ile 10 saat arasında değişen sürelerde çift evreli plazma reaktörde nitrürlenmişler. Çift evreli plazma reaktöründe iki çeşit plazma kaynağı kullanılmaktadır. Plazma kaynaklarından biri temizleme ve ısıtma aşamalarında kullanılan zayıf iyonize olmuş plazma, diğeri ise; nitrürleme aşamasında kullanılan boşaltım sonrası plazma kaynağıdır. Deneyler sonucu elde edilen en yüksek sertliğin 500°C'de 8 ve 9 saat süre ile yapılan nitrürleme işlemlerinde elde edildiği (yaklaşık 1300HV) gözlenmiştir. Ayrıca düşük işlem sıcaklıklarında en yüksek sertliğe ulaşmak için daha uzun zaman gerektiği sonucuna ulaşılmıştır. Yapılan XRD analizi sonucunda; yapıdaki fazların ϵ ve γ^1 olduğu; beyaz tabaka kaldırıldıktan sonra ise yapıda CrN ve α -Fe fazlarının olduğu saptanmış, CrN fazının varlığı yapılan geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) incelemesi ile kanıtlanmıştır.

Noesi ve diğ. [19] 2004 yılında yaptıkları çalışmada; AISI 316L kalite ostenitik paslanmaz çelik numuneleri, 400°C'de %25 N₂-%75H₂ gaz karışımı ile 30 dakika, 1, 6 ve 12 saat süre ile plazma nitrürlemeye tabi tutulmuştur. Yarım saatlik işlem sonucu, S-fazından oluşan tabaka gözlenmiş, süre arttıkça S-fazının azaldığı, CrN oluşumu başladığı, 12 saatlik işlemde ise S-fazının ihmal edilebilecek kadar az olduğu tespit edilmiştir. 30 dakikalık işlem sonucu elde edilen tabakanın yüksek sıcaklıklarda kararlılığını incelemişler ve bu numunenin 300°C'de 40 saat süre ile ısıtılması sonucu yapıda herhangi bir değişiklik olmadığını belirtmişlerdir.

Corengia ve diğ. [20] 2004 yılında yaptıkları çalışmada, AISI 410 martenzitik paslanmaz çelikleri, 350, 400 ve 500°C'de 20 saat süre ile plazma nitrürleme sistemi ile nitrürlenmiştir. 350°C'de yapılan işlem ile yüzey bölgesinde genişlemiş ferrit fazı ve Fe₄N çökeltilerinin oluştuğunu tespit etmişlerdir. Korozyon deneyleri sonucu, 400 ve 500°C'de nitrürlenmiş numunelerin korozyon dirençlerinin işlemsiz numuneden düşük olduğu, 350°C'de yapılan işlem ile ise en iyi korozyon özelliklerinin kazanıldığı görülmüştür.

Ueda ve diğ. [21] 2005 yılında yaptıkları çalışmada; AISI H13 sıcak iş takım çeliği numunelerine, 300, 330 ve 450°C sıcaklıklarında 3 ile 12 saat arası değişen sürelerde plazma daldırma iyon implantasyon işlemi uygulanmıştır. Yapılan GDOS analizi sonucu, 450°C'de 3 saat süre ile yapılan işlemlerde azotun difüzyon derinliğinin (20µm'den fazla) 300°C'de 12 saat süre ile yapılanlara göre (2,5µm'den az) daha

fazla olduğu belirlenmiştir. 450°C’de 9 saatlik işlem sonucu azotun difüzyon derinliğinin aynı sıcaklıkta 3 saatlik işlem sonucu elde edilen sonuca benzer olduğu ancak 9 saatlik işlemde yüzeydeki azot konsantrasyonunun daha fazla olduğu sonucuna varılmıştır. Yapılan sertlik deneyleri sonucunda, 450°C’de 9 saat süren işlemde 18,8GPa, 450°C’de 3 saat süren işlemde 16,1GPa, 330°C’de 6 saat süren işlemde 14,7GPa, 300°C’de 9 saat süren işlemde ise 9,8GPa sertlik değerlerinin elde edildiğini tespit edilmiştir.

Zagonel ve diğ. [22] 2006 yılında yaptıkları çalışmada; AISI H13 sıcak iş takım çeliği numunelerine, %70 H₂-%30 N₂ gaz karışımı ile 260, 330, 370, 420, 490, 510°C sıcaklıklarında 5 saat süre ile plazma nitrürleme işlemi uygulanmıştır. Nanoindentasyon sertlik deneyi sonucunda artan işlem sıcaklıklarında sertliğin arttığı, 330°C’den yüksek sıcaklıklarda yapılan işlemlerde sertleştirilmiş tabaka derinliğinin yaklaşık 100µm olduğu sonucuna varılmıştır. Yapılan XRD analizleri sonucunda, 260°C’de yapılan işlemde yapının sadece α fazından oluştuğu, 330°C’de yeni belirlemeye başlayan ϵ -nitrür fazı, 370 ve 420°C’de ϵ -nitrür fazının yoğunlaştığı, 490 ve 510°C’de ise ϵ -nitrür fazının yanında γ' -nitrür fazının ortaya çıktığı görülmüştür. Düşük işlem sıcaklıklarında en üst tabaka ϵ -nitrür fazından oluşmaktadır. SEM incelemeleri sonucunda bu tabakanın altında tane sınırlarında dağılmış azot bölgelerinin olduğu gözlenmiştir. 420°C’den az olan orta sıcaklıklarda ise tane sınırlarında metalik nitrür çökeltilerinin oluştuğu ve bu çökeltilerin malzeme sertliğini bir miktar arttığı tespit edilmiştir. Daha yüksek işlem sıcaklıklarında ise azot atomlarının tane içerisinde difuze olduğu ve tane içerisinde oluşan metalik nitrürlerin malzeme sertliğini önemli ölçüde artırdığı sonucuna varılmıştır.

Mingola ve diğ. [23] 2006 yılında yaptıkları çalışmada, AISI 316L ostenitik paslanmaz çelik numunelerine, 400 ve 550°C sıcaklıklarında değişen gaz karışımları ile plazma nitrürleme işlemi uygulamışlardır. 400°C’de yapılan işlemlerde yapının az miktar krom ve demir nitrür çökeltileri içermesine rağmen baskın olarak genişlemiş ostenit fazından oluştuğunu ve ostenit yapısında yüksek oranda azot atomu çözündüğünden dolayı yüksek basma kalıntı gerilmeleri oluştuğunu; 550°C’de yapılan işlemlerde ise artan nitrür çökeltileri dolayısıyla matris içersindeki azot içeriğinin azaldığı, dolayısıyla ostenit kristal yapısının distorsiyonunun azaldığını belirtmişlerdir.

Silva ve diğ. [24] 2007 yılında yaptıkları çalışmada; AISI H13 sıcak iş takım çeliği numunelerine, 300°C'de 12 saat ve 450°C'de 9 saat süre ile plazma daldırmalı iyon implantasyon yöntemi ile nitrürleme işlemi uygulanmıştır. Korozyon testleri sonucu, numunelerin yüzeyleri SEM ile incelenmiş ve yapıda gözenekler tespit edilmiş, gözeneklerin nitrürlenmiş numunelerde işlemsiz numuneye göre daha az olduğu gözlenmiştir. Korozyon ortamında en kararlı davranışı 450°C'de 9 saat süre ile nitrürleme işlemi uygulanan numune gösterirken en kötü davranışı ise işlemsiz AISI H13 sıcak iş takım çeliği göstermiştir.

Saklakoğlu [25] 2007 yılında yaptığı çalışmada; ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 sıcak iş takım çeliği numuneleri, 320 ve 380°C sıcaklıklarında 5 saat süre ile plazma daldırma iyon implantasyon prosesi ile nitrürlenmiştir. Yapılan atomik kuvvet mikroskobu (AFM) incelemesi sonucunda, plazma daldırma iyon implantasyon işleminin yüzey pürüzlülüğünü artırdığı görülmüştür. Yapılan aşınma deneyleri sonucunda, işlem sıcaklığı arttıkça aşınma direncinin arttığı sonucuna varılmıştır. 320°C'de işlem gören numunenin Al₂O₃ bilya üzerinde bıraktığı izlerin abrasif aşınma özellikleri taşıdığı gözlenirken; 380°C sıcaklıkta işlem gören numunelerin Al₂O₃ üzerinde bıraktığı izler ise genellikle adeziv aşınma karakteri göstermektedir. XRD analizi sonucunda her iki sıcaklıktada genişlemiş ferrit ve FeN fazları tespit edilmiştir.

Castro ve diğ. [2] 2007 yılında yaptıkları çalışmada; ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerine, sülfür ile aktive edilmiş tuz banyosunda 250°C'ye ön ısıtma, 580°C'de 1-24 saat arasında değişen sürelerde sıvı nitrürleme işlemi uygulamışlardır. Nitrürlenmiş numuneler havada soğutulmuştur. Yapılan deneyler sonucunda, 24 saat nitrürlenmiş numunede ϵ , γ' ve Fe₂O₃ fazları; 1 saat süre ile nitrürlenmiş numunede ise α -Fe fazının mevcut olduğunu sonucuna varmışlardır. 7 saat ve daha uzun süreli nitrürleme işlemlerinde beyaz tabaka oluştuğu; 7 saatten daha kısa süren işlemlerde ise sadece difüzyon bölgesinin oluştuğunu gözlemlemişlerdir. En yüksek yüzey sertliği, 15 saatlik nitrürleme işlemi sonucu elde edilmiş olup sertlik değeri 1150HV'dir. Aşınma testleri sonucu, spesifik aşınma oranının kayma mesafesine bağlı olduğunu ispatlamışlar ve kısa kayma mesafelerinde artan nitrürleme süresiyle aşınma oranının arttığını; uzun kayma mesafelerinde ise, sertlik profilindeki artışa bağlı olarak, artan nitrürleme süresiyle aşınma oranının azaldığı sonucuna varmışlardır.

Li ve diğ. [26] 2007 yılında yaptıkları çalışmada, AISI 316L paslanmaz çelik numunelerine, 350–480°C arası değişen sıcaklıklarda 4 saat süre ile plazma nitrürleme işlemi uygulanmıştır. 420°C'nin altındaki sıcaklıklarda sadece S-fazından oluşan tabaka oluştuğunu ve bu numunelerin kuru kayma koşulları altında diğer sıcaklıklara nazaran daha yüksek aşınma direnci gösterdiğini tespit etmişlerdir.

Silva ve diğ. [27] 2008 yılında yaptıkları çalışmada, AISI H13 sıcak iş takım çeliği numuneleri, 300, 470, 620 ve 720°C sıcaklıklarında 3 saat süre ile plazma daldırma iyon implantasyon prosesi ile nitrürleme işlemine tabi tutulmuşlardır. GDOS analizleri sonucunda, düşük sıcaklıklarda nitrürleme işlemi uygulanan numunelerde (300°C ve 470°C) azotun penetrasyon derinliği 1,2 ile 8,0 µm arasında; yüksek sıcaklıklarda nitrürleme işlemi uygulanan numunelerde (620°C ve 720°C) ise yaklaşık 12µm olarak ölçülmüştür. Numunelerde azotça zengin tabaka olmasına rağmen XRD analizlerinde demir nitrür bileşikler tespit edilmemiştir. Nanoindentasyon ve mikroindentasyon sertlik ölçümleri sonucunda 720°C'ye kadar olan işlem sıcaklıklarında, proses sıcaklığı arttıkça sertliğin azaldığı ve en yüksek sertliğin (592HV) 470°C'de yapılan nitrürleme işlemi ile sağlandığı belirlenmiştir. Elde edilen en yüksek sertlik değerinin (592HV), bu alanda yapılan diğer çalışmalarda elde edilen sertlik değerlerinden (1300HV) çok düşük olmasını, seçilen implantasyon voltajının düşük olmasından kaynaklandığı belirtilmiştir. Yapılan aşınma ve korozyon testleri sonucunda, sertlikteki değişimin aksine aşınma ve korozyon direncinin artan nitrürleme sıcaklığı ile arttığı görülmüştür.

Akhtar ve diğ. [1] 2009 yılında yaptıkları çalışmada; ön sertleştirme işlemi uyguladıkları AISI H13 takım çeliği numunelerini iki aşamalı otomatik kontrollü gaz nitrürleme prosesi ile nitrürlemişlerdir. 1.aşama 490°C'de $K_n=6,4 (atm)^{-1/2}$ nitrürleme potansiyeli, 2.aşama ise 530°C'de $K_n=0,323 (atm)^{-1/2}$ nitrürleme potansiyeli parametreleriyle yapılmıştır. Toplam nitrürleme zamanı 15 saat olup bu sürenin 6,8 saatlik bölümü gerçek nitrürleme zamanıdır. Optik mikroskop ile kesit incelemesi sonucu sertleşmiş tabaka derinliğinin 70-80µm, SEM incelemesiyle ise beyaz tabakanın kalınlığının 4-8µm olduğu görülmüştür. XRD analizi ile yapıda mevcut fazların ϵ -Fe₂₋₃N, γ' -Fe₄N ve CrN olduğu fakat ϵ fazının γ' fazından oldukça fazla miktarda bulunduğu tespit edilmiştir. Bu tespitten hareket ile yazarlar, büyük bir oranda beyaz tabakadaki yapının tek fazdan (ϵ) oluştuğu sonucuna varmışlardır. Homojenlik ve artan mekanik özellikler dolayısıyla beyaz tabakanın tek fazdan

oluşması istenmektedir. İki fazın varlığında, farklı yapılar nedeniyle (YMK ve HSD), daha yüksek artık gerilmeler oluşur ve uygulanan gerilmeler altında mikro çatlaklar oluşabilir. Bunun yanı sıra ϵ fazının aşınma direnci γ^1 fazına göre daha yüksektir. Yani, XRD sonuçlarına göre nitrürlenmiş numunelerin daha iyi performans göstermesi beklenmektedir. Numunelerin yüzey sertliği ise 1160 HV olarak ölçülmüştür.

Basso ve diğ. [28] 2010 yılında yaptıkları çalışmada; AISI H13 takım çeliği numuneleri, 360, 400, 440, 480, 520°C'de 4 saat süre ile ve 400°C'de 1, 4, 9, 16, 36 saat süre ile atımlı plazma sisteminde nitrülenmiştir. Daha sonra vakum altında yaklaşık 6 saat süren bir zaman diliminde soğutulmuştur. Yapılan deneyler sonucunda; 480°C'nin altındaki sıcaklıklarda kompakt olmayan tabakanın oluştuğu, buna karşın 480°C ve 520°C'de yapılan nitrüleme işleminde ϵ ve γ^1 -nitrürlere oluşan kompakt tabakanın oluştuğu yapılan SEM incelemesiyle gösterilmiştir. XRD sonuçlarından 440°C üzerindeki sıcaklıklarda γ^1 -nitrür varlığı ve CrN oluşumu kanıtlanmıştır. Ayrıca bütün sıcaklıklarda Cr₂N çökmesi olmadığı sonucuna varılmıştır. 400°C'den daha düşük sıcaklıklarda yapılan işlemlerde ϵ fazının baskın olduğu ve azot difüzyonunun düşük olmasından dolayı kompakt olmayan tabaka oluştuğu gözlemlenmiştir. Korozyon deneyleri sonucunda; 360, 400, 440, 480, 520°C'de 4 saat süre ile nitrüleme yapılan numunelerde, 440°C'ye kadar oyuklanma korozyonunun potansiyelinin (E_{pit}) sıcaklık arttıkça artma eğiliminde olduğu, 480°C'de CrN oluşumu nedeniyle oyuklanma korozyonu potansiyelinin düştüğü ve 520°C'de ise kompakt beyaz tabaka dolayısıyla en yüksek korozyon direncinin elde edildiği görülmüştür. 400°C'de 1, 4, 9, 16, 36 saat süre ile yapılan nitrüleme işlemi sonucunda ise 9 saate kadar oyuklanma korozyon direncinde artış olduğu, 9 saatten daha uzun sürelerde ise değişimin önemsiz olduğu sonucuna varılmıştır.

Leite ve diğ. [29] 2010 yılında yaptıkları çalışmada, ön sertleştirme işlemi uyguladıkları AISI H13 takım çeliği numunelerini, 400°C'de 4, 9, 16, 36 saat süre ile atımlı plazma nitrüleme sisteminde nitrüleyerek numunelerin aşınma davranışlarını incelemişlerdir. Yapılan değerlendirmeler sonucunda, numuneden kaldırılan malzeme hacminin kayma mesafesiyle arttığını, artan nitrüleme süresi ile azaldığı sonucuna varmışlardır.

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada kullanılan ve kompozisyonları Çizelge 4.1’de verilen malzemeler ön sertleştirme işlemi uygulanmamış ve uygulanmış AISI H13 sıcak iş takım çeliği, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 kalıp çeliği ve AISI L6 özel amaçlar için geliştirilmiş takım çelikleri ve AISI 316L ostenitik paslanmaz çeliktir.

Çizelge 4.1: Çalışmada kullanılan yüksek alaşımlı çeliklerin kompozisyonu.

Element	Numune				
	AISI H13*	AISI H13**	AISI P20**	AISI L6**	AISI 316L
% C	0,362	0,429	0,381	0,494	0,0232
% Si	1,05	1,16	0,406	0,295	0,329
% Mn	0,243	0,346	1,53	0,735	1,83
% P	0,0223	0,0146	0,016	0,0084	0,0031
% S	0,0017	0,0016	0,0028	0,0055	0,0211
% Cr	5,08	5,15	1,82	1,16	17,1
% Mo	1,31	1,25	0,218	0,464	2,15
% Ni	0,15	0,246	0,94	1,48	10,4
% V	0,873	0,853	0,0121	0,084	-

*Ön sertleştirme işlemi uygulanmamış

**Ön sertleştirme işlemi uygulanmış

4.1 Nitürleme İşlemi

Nitürleme işlemine tabi tutulacak numuneler dikdörtgenler prizması şeklinde kesildikten sonra işlem fırına bir tel yardımıyla asılabilmesi için bir kenarına 3mm çapında delik açılmıştır. Daha sonra numuneler klasik metalografik metotlarla zımparalanıp parlatılmıştır. Nitürleme işlemi 375, 400, 450, 550 °C sıcaklıklarında 10 saat süre ile %60 amonyak+%40 azot gaz karışımını fırın içerisinde taşıyan Al₂O₃ (alümina) partiküllerini içeren akışkan yatak tipi fırında gerçekleştirilmiştir. Deneyde kullanılan akışkan yatak tipi fırın harici direnç ile ısıtılmaktadır. Fırın işlem sıcaklığına ısıtılırken sisteme sadece hava verilmiştir. İşlem sıcaklığına erişildikten sonra 10 dakika süre ile sisteme yalnızca azot gazı verilerek işlem ortamı havadan arındırılmıştır. Numuneler fırın içerisine yerleştirildikten sonra sisteme amonyak+azot gaz karışımı verilmiştir. İşlem sırasında fırının üst bölümünden çıkan

gazlar, propan gazı ve ateşleyici sistem yardımıyla yakılarak atmosfere verilmiştir. İşlem süresinin bitiminde sisteme yalnızca azot gazı verilirken numuneler fırın içerisinden çıkarılarak havada soğutulmuştur.

4.2 Nitrürlenmiş Yüzeylerin Yapısal Karakterizasyonu

Havada soğutma nedeni ile nitrürlenmiş numunelerin yüzeyinde oluşan ince oksit tabakası kontrollü parlatma ile kaldırılmıştır. Daha sonra numuneler nitrürlenmiş yüzeye dik yöndeki kesit boyunca kesilerek bakalite alınmıştır. 320, 500, 800, 1000, 1200, 2400 gritlik zımpara kâğıtları ile zımparalanan numuneler 3µm'lik elmas süspansiyon ile parlatılmıştır. Parlatılan numuneler %3 nital çözeltisi ile dağlanarak kesit mikroyapıları Leica DM 6000M optik mikroskobu ve Hitachi TM1000 masaüstü taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

Nitrürlenme işlemine bağlı olarak numunelerin yüzey bölgelerinde oluşan fazlar, 2° geliş açısına sahip Cu K_α ışınları altında ($\lambda=0,154$ nm), 30-90° tarama aralığı ile Philips PW 3710 X-ışınları difraktometresi (XRD) ile belirlenmiştir.

Nitrürlenmiş numunelerin yüzey sertlikleri 250 ve 500mN yük altında, elmas piramit batıcı uç kullanılarak derinlik hassasiyetli CSM mikro sertlik cihazında ölçülmüştür. Ayrıca, aynı cihazda yüzeydeki bir noktadan Çizelge 4.2'deki parametreler kullanılarak yük değerleri sürekli artan çok çevrimli yükleme metodu (CMC) ile penetrasyon derinliğine bağlı sertlik değerleri elde edilmiştir.

Çizelge 4.2: CMC metodu ile sertlik ölçümünde kullanılan parametreler.

Parametre	Deneyde Kullanılan Değer
Veri elde etme hızı	10Hz
Çevrim sayısı	30
İlk yük	250mN
Yükleme boşaltma derecesi	Bir önceki çevrimdeki yüklemenin %10 değerine kadar
Son yük	15000mN
Maksimum yüke ulaşma zamanı	60 sn
Yükleme boşaltma zamanı	60 sn
Maksimum yükte bekleme süresi	5 sn
Çevrimler arası bekleme süresi	2 sn

Nitrürlenme işlemi ile yüzeyinde sert tabaka oluşturulan ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerine, kaplamanın deformasyon davranışlarının

incelenmesi amacıyla 3 noktalı eğme deneyi yapılmıştır. Bu amaçla, 90x37x3 mm boyutlarındaki işlemsiz ve nitrürlenmiş eğme numuneleri, 4 ton kapasiteli Mohr-Federhaff test cihazında eğilerek, yüzey bölgeleri makroskobik olarak incelenmiştir.

4.3 Yapışma Özelliklerinin Belirlenmesi

Numunelerin yüzeyinde oluşturulan nitrür tabakasının altlığa yapışma özelliklerinin belirlenmesi amacıyla Daimler-Benz Rockwell-C yapışma testi ve çizik deneyi yapılmıştır.

4.3.1 Daimler-Benz Rockwell yapışma testi

Deney, Zwick/Roell Rockwell sertlik cihazında elmas konik batıcı ucun 150kg yük ile nitrürlenmiş yüzeye batırılıp oluşan izin optik mikroskopta 100X büyütmede incelenmesi yolu ile yapılmıştır. Sertlik izi çevresinde oluşan çatlaklar ve parçalanmalar değerlendirilerek mevcut 6 adet modelle karşılaştırılmış ve kaplamanın altlığa yapışmasının yeterli veya yetersiz olduğu belirlenmiştir.

4.3.2 Çizik testi

Çizik testleri, CSM marka test cihazında, 0,05N'dan 30N kadar artan yüklerde, 30N/dak yükleme hızı ve 5mm çizik uzunluğu parametreleri ile gerçekleştirilmiştir. Çizik hattı boyunca hasarların meydana geldiği kritik yük değerleri ve hasar tipleri test cihazına bağlı optik mikroskop yardımıyla belirlenmiş ve oluşan hasar tipleri ilgili ASTM standardında yer verilen hasar çeşitleri ile ilişkilendirilmiştir.

4.4 Korozyon Deneyleri

İşlemsiz ve nitrürlenmiş numunelerin korozyon davranışları elektrokimyasal metot ile değerlendirilmiştir. Numuneler bakır tel ile lehimlenerek kalıba alınmış ve yüzey alanı 0,25cm² olacak şekilde ayarlanmıştır. Anodik potansiyodinamik polarizasyon eğrileri Gamry PC4/750 potansiyostat/galvanostat model P600 sisteminde çıkarılmıştır. Sistemde 3 adet elektrot bulunmaktadır. İşlemsiz ve nitrürlenmiş numuneler çalışma elektrotu, platin karşıt elektrot, kalomel elektrot ise referans elektrot olarak kullanılmıştır. Bütün korozyon deneyleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Potansiyodinamik polarizasyon eğrileri %3,5 NaCl çözeltisi içinde elde edilmiş ve veriler elektro-pozitif yönde 0,5 mV/s tarama hızı ile

kaydedilmiştir. Elde edilen eğriler yorumlanarak numunelerin korozyon özellikleri belirlenmiştir.

4.5 Aşınma Deneyleri

İşlemsiz ve nitrürlenmiş takım çeliği numunelerinin aşınma deneyleri, Tribotech ileri-geri aşınma test cihazında, 6mm çapında alümina (Al_2O_3) bilya kullanarak kuru kayma koşulları altında gerçekleştirilmiştir. Deneyler, 2N yük, 50 m kayma mesafesi, 5 mm aşınma izi uzunluğu, 10 mm/s kayma hızı, $21\pm 2^\circ C$ sıcaklık aralığı ve $34\pm 2\%$ nem altında yapılmıştır. Deney süresince, sürtünme katsayısı değerleri test cihazı tarafından kaydedilmiştir. Her test sonrası, alümina bilyanın üzerinde oluşan izler hem ilk haliyle hem de bilya etil alkol ile temizlendikten sonra optik mikroskop yardımı ile görüntülenmiştir.

Çalışmada, ayrıca $420^\circ C$ sıcaklıkta 4 saat süre ile nitrülenerek yüzeyinde $5,3\pm 0,2\mu m$ kalınlığında, S-fazından oluşan tabaka oluşturulmuş, 1513 $HV_{0,025}$ yüzey sertliğine sahip AISI 316L düşük karbonlu ostenitik paslanmaz çeliğinin, farklı yükler altında aşınma davranışları incelenmiştir. Aşınma deneyleri, Tribotech ileri-geri aşınma test cihazında, 2, 4 ve 6 N yük değerleri, 50 m kayma mesafesi, 5 mm aşınma izi uzunluğu, 10 mm/s kayma hızı, $37\pm 1^\circ C$ (vücut sıcaklığı) test sıcaklığı parametreleri ile kuru ve içeriği Çizelge 4.3’de verilen SBF (yapay vücut sıvısı, $pH=7,4$) ortamlarında gerçekleştirilmiştir. Aşınma deneylerinde 6 mm çapında alümina (Al_2O_3) bilya kullanılmıştır. Deney sıcaklığına, aşınma test cihazına bağlı sıcaklık kontrol ünitesi yardımıyla çıkılmıştır. Kuru ortamda yapılan deneylerde ortamın rölatif nem oranı $15\pm 1\%$ ’dir.

Aşınma izlerinin topografik profilleri Veeco Dektak 6M profilometresi yardımı ile çıkarılmıştır. Her bir aşınma izi için 4 adet profil alınmıştır. Topografik profillerden bilgisayar programı yardımı ile aşınma iz alanları hesaplanarak her bir aşınma izi için ortalama alan değerleri belirlenmiştir. Bu alan değerlerinden yola çıkarak numunelerin aşınma davranışları belirlenmiştir. Numune yüzeylerinde oluşan aşınma izleri Hitachi TM1000 masaüstü taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

Çizelge 4.3: Yapay vücut sıvısı hazırlamada kullanılan bileşikler [5].

Bileşik	Saflık	Miktar
NaCl	Biyolojik çalışma için	7,996 g
NaHCO ₃	Biyolojik çalışma için	0,350 g
KCl	Biyolojik çalışma için	0,224 g
K ₂ HPO ₄ .3H ₂ O	% 99	0,228 g
MgCl ₂ .6H ₂ O	% 99,7	0,305 g
CaCl ₂	% 99,6	0,278 g
Na ₂ SO ₄	Biyolojik çalışma için	0,071 g
H ₂ NC(CH ₂ OH) ₃	Biyolojik çalışma için (%100)	6,057 g
1N-HCl		Son pH ayarı için damla ile

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

5.1 Nitrürlenmiş Yüzeylerin Yapısal Karakterizasyonu

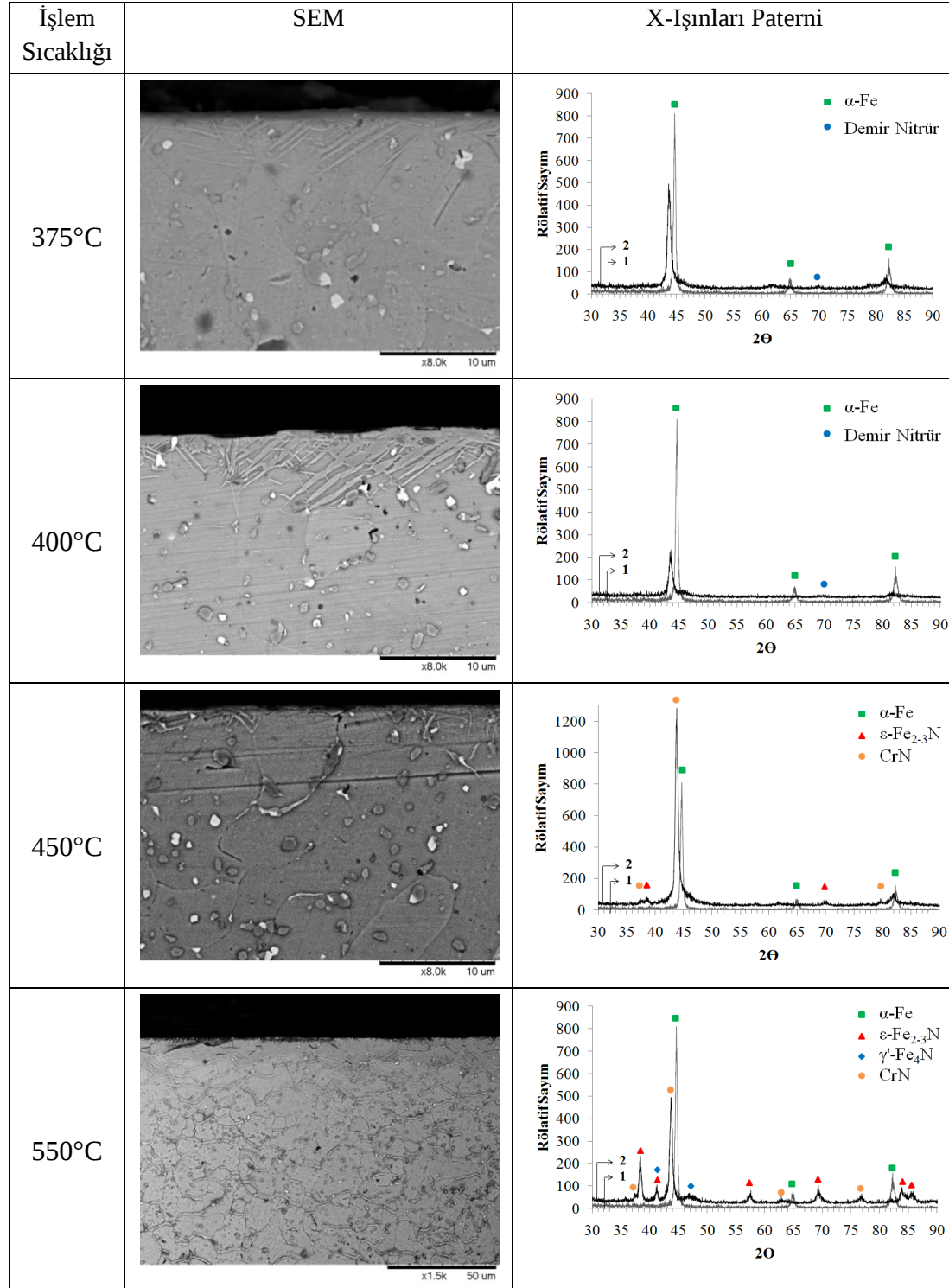
5.1.1 AISI H13 kalite takım çelikleri

5.1.1.1 Ön sertleştirme uygulanmamış AISI H13 takım çelikleri

Nitrürlenmiş ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinin SEM ile kesit incelemesi sonucu elde edilen resimler ve XRD paternleri Şekil 5.1’de verilmiştir.

SEM ile incelenen kesit mikroyapılarından nitrürlenmiş tabaka kalınlıklarının söz konusu sıcaklıklar için 6, 8, 17 ve 150µm olduğu görülmüştür. 375 ve 400°C sıcaklıklarında nitrürlenmiş numunelerin X-ışınları paternlerinde, α -Fe piklerinin, işlemsiz numunenin piklerine oranla, sola kaydığı ve genişlediği tespit edilmiştir. Bu sonuç, nitrürlenmiş numunelerin yüzey bölgesinde genişlemiş ferrit fazı olarak bilinen katı eriyik tabakasının oluştuğunu göstermektedir. Bunun yanı sıra, X-ışınları paternlerinde görülen kayma ve genişleme, ostenitik paslanmaz çeliklerinin düşük sıcaklık nitrasyonu üzerine yapılan çalışmalarda [5, 30] elde edilen katı eriyik ile sertleştirilmiş (S-fazı) tabakaların paternlerine oranla daha azdır. Bunun iki nedeni olabilir. En önemli nedeni, ferrit fazında azot çözünübilirliği ostenit fazına göre çok düşüktür. Ayrıca, malzemelerin karbon oranı da bu olayda etkili olabilir. Bilindiği gibi karbon ve azot atomları α -Fe ve γ -Fe kafes yapısındaki oktahedral boşluklara yerleşirler. Ostenitik paslanmaz çeliklerin karbon oranı çok düşük olduğundan daha fazla azot atomu oktahedral boşluklara yerleşebilir. Bunun yanı sıra, arayer boşlukları α -Fe için maksimum 0,038 nm; γ -Fe için maksimum 0,104 nm çapındadır [8]. 0,142 nm atomik çapa sahip azot atomlarının α -Fe kafes yapısına girmesiyle elde edilen mukavimleşmenin, arayer boşluğu çapı ve azotun atomik çapı arasındaki fark dikkate alınarak, daha fazla olması beklenir. 375 ve 400°C’de nitrürlenmiş numunelerin kesit mikroyapılarına bakıldığında, yüzeyin hemen altındaki bölgede tercihi olarak yönelmiş demir nitrid çökeltileri görülmektedir. Ochoa ve diğ. [31], AISI P20 takım çeliği malzemesinin nitrürlenmesi üzerine yaptıkları çalışmada,

yüzey altı bölgede benzer yapılar gözlemlenmiştir. Söz konusu sıcaklıklarda nitrürlenmiş numunelerin XRD paternlerinde yaklaşık $2\theta=70^\circ$ 'de demir nitrit piki tespit edilmiştir.



Şekil 5.1: Ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinin kesit mikroyapıları ve XRD paternleri; (1) işlemsiz numune, (2) nitrülenmiş numune.

450°C’de yapılan nitrürleme işleminde, yüzey bölgesinin ϵ -Fe₂₋₃N, CrN ve genişlemiş ferrit fazlarından oluştuğu tespit edilmiştir. $2\theta=43,74^\circ$ ‘deki CrN fazının en şiddetli piki, genişlemiş ferrit fazı piki ile birleşerek şiddetini arttırmıştır. 550°C’deki işlem ile yüzeyde ϵ -Fe₂₋₃N, γ ¹-Fe₄N ve CrN fazlarının oluştuğu görülmüştür. Nitrürlenmiş tabakada yüzeyden 15 μ m sonrasındaki derinliklerde ferrit tane sınırları arasında nitrür çökeltilerinin oluştuğu ilgili SEM fotoğrafından açıkça görülmektedir.

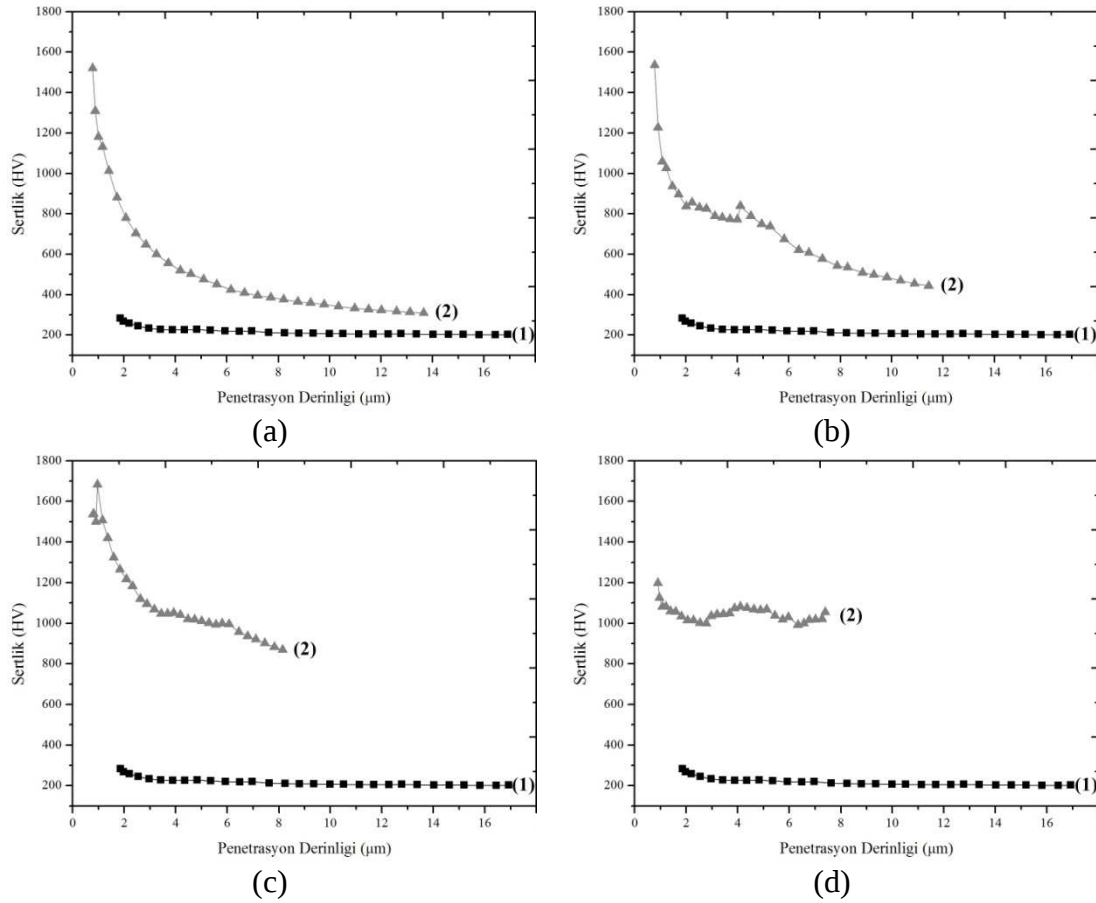
375 ve 400°C’de yapılan işlemler ile yüzeyde oluşan kalıntı gerilme miktarını hesaplamada, işlemsiz ve nitrürlenmiş durumlar için (110) düzleminde bulunan en şiddetli pike karşılık gelen 2 θ değerlerine göre belirlenen düzlemler arası mesafeler (d) baz alınmıştır. Düzlemler arası mesafelerden birim şekil değişimi ($\epsilon = (d_1 - d_0)/d_0$) bulunmuş ve Hooke bağıntısından ($\sigma = E \cdot \epsilon$) kalıntı gerilmeler söz konusu sıcaklıklar için sırasıyla -4,33 ve -4,61 GPa olarak hesaplanmıştır (Elastisite modülü (E) 210GPa olarak alınmıştır).

İşlemsiz ve nitrürlenmiş ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinin 250 ve 500 mN yük altında ölçülen yüzey sertlik değerleri Çizelge 5.1’de verilmiştir. Yüzey bölgesinde katı eriyik tabaka oluşan 375 ve 400°C’de nitrürlenmiş numunelerin 250 mN yük altındaki yüzey sertlik değerleri yaklaşık olarak aynı olup değerleri 1500HV’nin üzerindedir. 450 ve 550°C sıcaklıklarında ise sertlik değerlerinde düşme olmaktadır.

Çizelge 5.1: Ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinin yüzey sertlikleri.

DENEY YÜKÜ	İŞLEM SICAKLIĞI				İŞLEMSİZ
	375°C	400°C	450°C	550°C	
250 mN	1546±35	1573±16	1333±27	1127±91	296±9
500 mN	1473±48	1562±19	1327±15	1158±33	255±13

250 mN ile 15000 mN arasında sürekli artan yük ile çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları Şekil 5.2’de verilmiştir. Düşük sıcaklıklarda yapılan işlemlerde (375, 400, 450°C) nitrürlenmiş tabaka derinliğinin düşük olmasından dolayı sertlik değerleri penetrasyon derinliği ile birlikte önemli oranda azalmaktadır. Sertlikteki en büyük düşüş 375°C’de yapılan nitrürleme işleminde görülmüştür. 550°C’de ise artan nitrürlenmiş tabaka derinliği nedeni ile sertlik değerleri penetrasyon derinliği ile birlikte yaklaşık olarak değişmeden kalmıştır.



Şekil 5.2: Ön sertleştirme uygulanmamış AISI H13 numunelerinin sürekli artan yük altında çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune.

İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 sıcak iş takım çeliği numunelerine, yüzeylerinde oluşturulan nitrürlenmiş tabakanın deformasyon davranışlarının incelenmesi için uygulanan 3 noktalı eğme deneyi sonucu elde edilen fotoğraflar Şekil 5.3’de verilmiştir. 375°C ve 400°C işlem sıcaklıklarında yapılan ve yüzeylerinde bir miktar demir nitrür çökeltileri ile birlikte katı eriyik tabaka oluşumu gözlenen, yapılan işlemler arasında en yüksek yüzey sertlik değerlerinin elde edildiği numunelerin, yüzeyleri ve yan kısımlarında, nitrülenmemiş numunede olduğu gibi herhangi bir çatlama olmamıştır. 450°C’de nitrülen numunenin yan ve alt kısımlarında çatlak oluşumu gözlemlenmiş, 550°C’de yapılan işlemde ise yan ve alt kısımlarda artan çatlakların yanı sıra yüzey bölgesinde de çatlaklar belirgin biçimde görülmüştür. Eğme deneyleri sonucu, düşük sıcaklıklarda yapılan işlemler ile elde edilen sertleştirilmiş tabakanın altlık ile birlikte hasar görmeden deforme olabildiği görülmüştür. Yani, elde edilen tabaka hem toktur hem de serttir. Sıcaklık arttıkça nitrür fazlarının çökmesi ile kaplamada

çatlamların görülmesi ise beklenen bir sonuçtur. Ayrıca, sıcaklık arttıkça artan tabaka kalınlığı da deney sonuçlarını negatif yönde etkilemiş olabilir.

İşlem Durumu	Üst Kısım	Yan Kısım
İşlemsiz		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

Şekil 5.3: 3 noktalı eğme deneyi sonucunda elde edilen fotoğraflar.

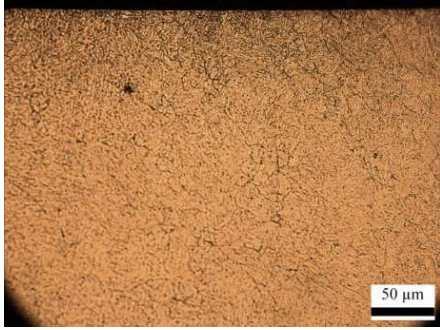
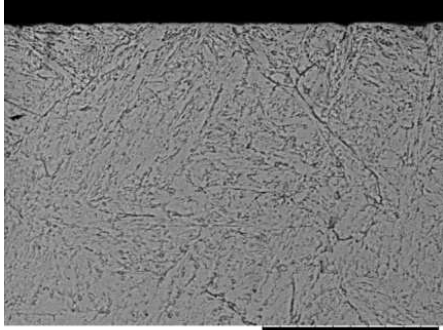
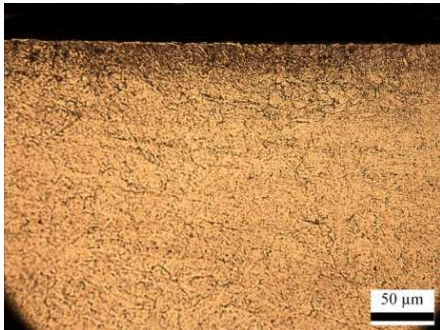
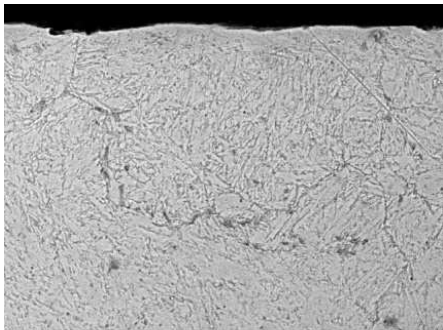
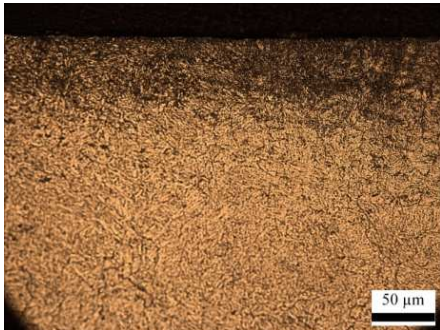
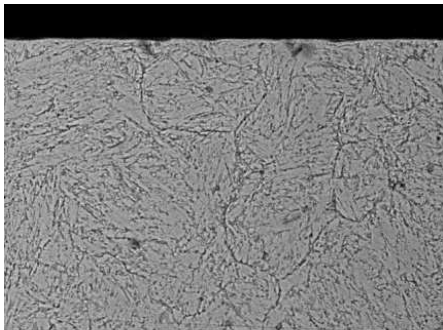
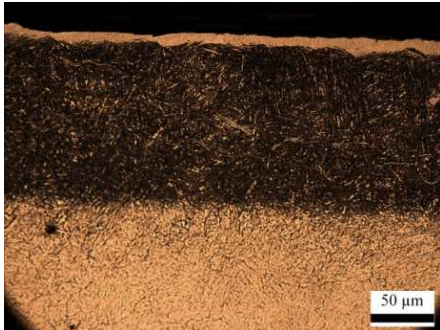
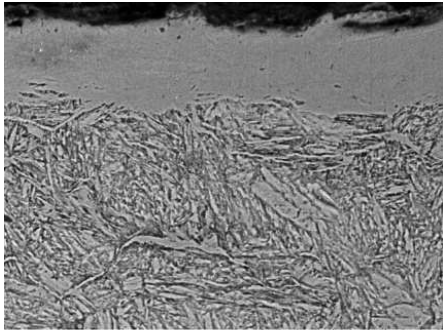
5.1.1.2 Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çelikleri

375, 400, 450 ve 550°C sıcaklıklarında 10 saat süre ile nitrürleme işlemi uygulanan AISI H13 sıcak iş takım çeliklerinin optik mikroskop ve SEM ile elde edilmiş kesit mikroyapıları Şekil 5.4’de verilmiştir. 450°C ve altındaki sıcaklıklarda yapılan işlemlerde kompakt olmayan beyaz tabakaların elde edildiği, 550°C’de yapılan işlemde ise kompakt beyaz tabaka elde edildiği görülmektedir. Kesit mikroyapılarının incelenmesi ile nitrürlenmiş tabaka derinliğinin söz konusu sıcaklıklar için sırasıyla 18, 38, 63 ve 154 µm olduğu tespit edilmiştir. 550°C’de yapılan işlem ile elde edilen 154 µm derinliğin 9 µm’lik kısmını beyaz tabaka oluşturmaktadır. Görüldüğü gibi, nitrürleme sıcaklığı arttıkça nitrürlenmiş tabaka derinliği de artmaktadır.

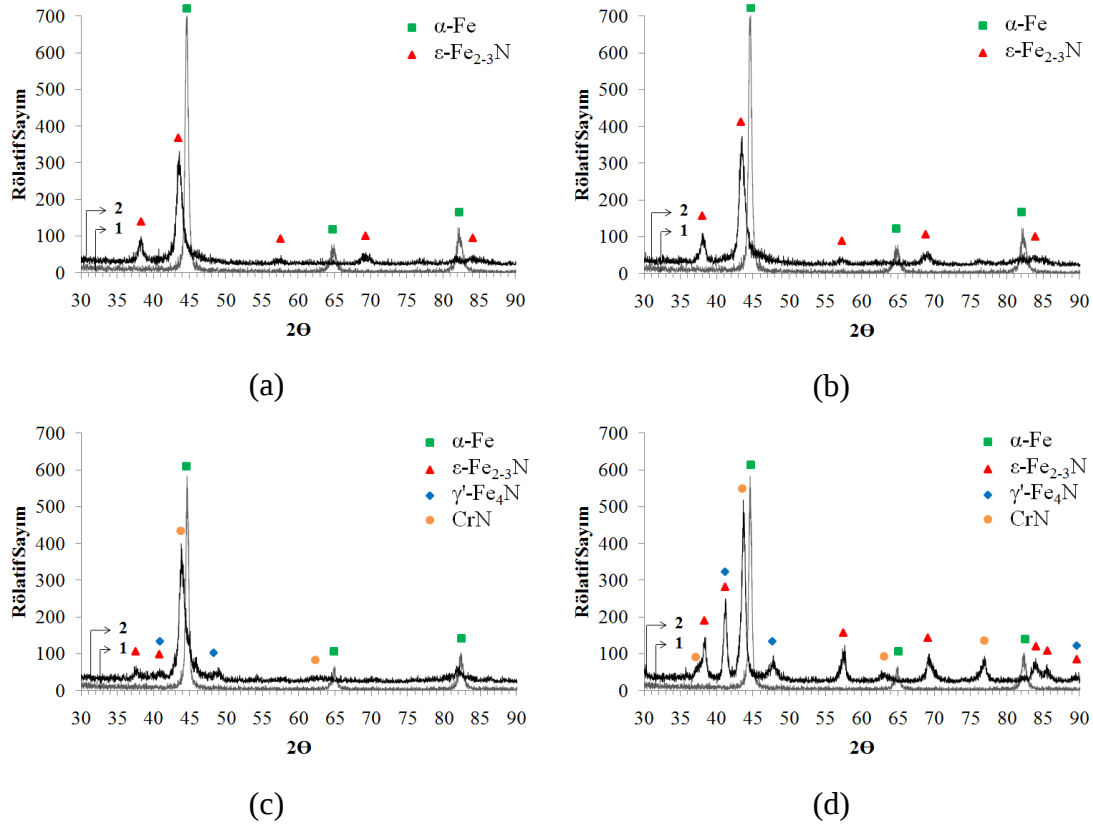
Nitrürlenmiş AISI H13 takım çeliklerinin XRD paternleri Şekil 5.5’de verilmiştir. XRD analizleri sonucu, 375 ve 400°C işlem sıcaklıklarında malzemelerin yüzey bölgesinde yalnızca ϵ -Fe₂₋₃N fazının, 450 ve 550°C işlem sıcaklıklarında ise ϵ -Fe₂₋₃N, γ^1 -Fe₄N ve CrN fazların olduğu tespit edilmiştir. Basso ve diğ. [28], 360°C ile 520°C sıcaklıklar arasında 4 saat süre ile atımlı plazma nitrürleme yöntemi kullanarak AISI H13 takım çeliğinin nitrürlenmesi üzerine yaptıkları çalışmada, 480°C’nin altındaki sıcaklıklarda azotun difüzyonunun düşük olmasından dolayı ϵ -nitrür fazının baskın olduğu, kompakt olmayan beyaz tabaka elde edildiğini, 440°C üzerindeki sıcaklıklarda γ^1 -nitrür fazının oluştuğunu, 480 ve 520°C sıcaklıklarında ϵ ve γ^1 fazlarından oluşan kompakt beyaz tabaka elde edildiğini gözlemlemişlerdir. Ayrıca 440°C’nin üzerindeki sıcaklıklarda CrN fazının oluştuğunu, bunun yanı sıra Cr₂N fazının hiçbir sıcaklıkta oluşmadığını tespit etmişlerdir. Blawert ve diğ. [32], farklı alaşım elementleri içeren çeşitli çeliklerin nitrürlemesi üzerine yaptıkları çalışmada, nitrür oluşumunun işlem sıcaklığına kuvvetli bir şekilde bağlı olduğunu, düşük işlem sıcaklıklarında ϵ -fazının; yüksek sıcaklıklarda ise γ^1 -nitrür fazının baskın olduğunu gözlemlemişlerdir.

Kısım (5.1.1.1)’de anlatılan, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerine nazaran, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çelikleri aynı sıcaklık ve sürelerde yapılan işlemler ile farklı davranışlar göstermektedir. 375 ve 400°C’de yapılan işlemler ile ön sertleştirme işlemi uygulanmamış olan numunelerde bir miktar demir nitrür çökeltileri ile birlikte genişlemiş ferrit fazı oluşurken, ön sertleştirme işlemi uygulanmış olanlarda ϵ -Fe₂₋₃N fazı oluşmuştur. Bu durum, ferrit

kafes yapısının, temperlenmiş martenzit kafes yapısına göre daha fazla azot atomunu çözebildiğini göstermektedir.

İşlem Sıcaklığı	Optik Mikroskop	SEM
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

Şekil 5.4: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 numunelerinin kesit mikroyapıları.



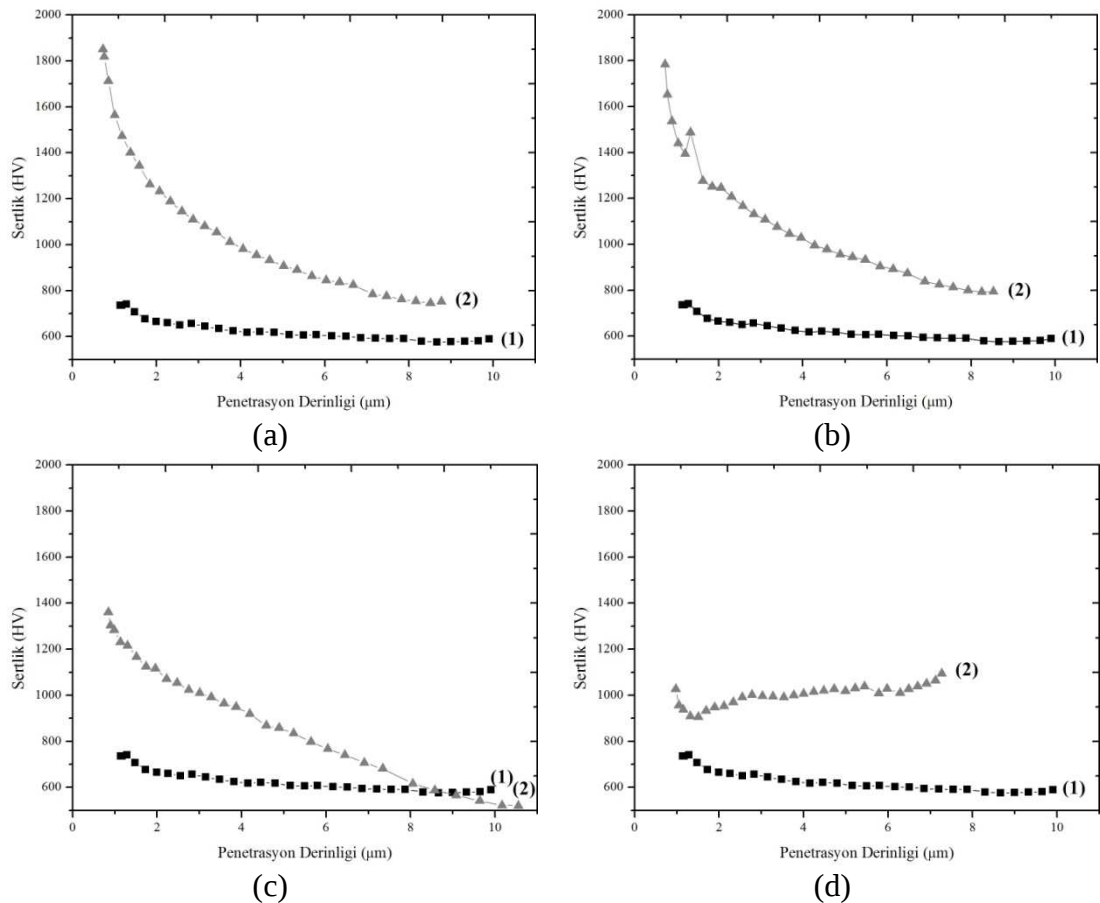
Şekil 5.5: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerinin XRD paternleri, ; (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C ; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune.

Nitrürlenmiş numunelere ve işlemsiz numuneye yapılan sertlik deneyi sonuçları Çizelge 5.2’de verilmiştir. 250 mN yük altında yapılan sertlik deneyleri sonucunda en yüksek sertliğin (ortalama 1806 HV) 375°C sıcaklıkta, en düşük sertliğin ise konvansiyonel nitrürleme sıcaklığı olan 550°C elde edildiği görülmüştür. 450 ve 550°C nitrürleme sıcaklıklarında elde edilen sertlik değerleri diğer sıcaklıklara nazaran önemli ölçüde düşüktür. 375°C’de yapılan işlemde 250 ve 500 mN yük altında yüzeyde elde edilen ortalama sertlik değerleri sırası ile 1806 ve 1581 HV’dır. Sertlik değerlerindeki fark nitrürlenmiş tabaka kalınlığının az olmasından kaynaklanmaktadır.

Çizelge 5.2: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerinin yüzey sertlikleri.

DENEY YÜKÜ	NİTRÜRLEME SICAKLIĞI				İŞLEMSİZ
	375°C	400°C	450°C	550°C	
250 mN	1806±92	1733±29	1277±83	1142±87	773±40
500 mN	1581±54	1611±51	1197±94	1143±82	721±32

250 mN ile 15000 mN arasında sürekli artan yük ile çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları Şekil 5.6'da verilmiştir. 550°C'nin altındaki sıcaklıklarda yapılan nitrürleme işlemlerinde sertliğin penetrasyon derinliğine bağlı olarak önemli oranda düşüş gösterdiği, 550°C'de yapılan işlemde ise sertliğin, 8µm'ye kadar penetrasyon derinliklerinde yaklaşık olarak aynı değerlerde kaldığı görülmüştür. Bu durum, söz konusu yük aralığında penetrasyon derinliğinin beyaz tabaka (yaklaşık 9µm) içerisinde kalmasından kaynaklanmaktadır. 450°C'de işlem gören numunede 9 µm penetrasyon derinliğinden sonra sertlik, numunenin işlemsiz haldeki sertliğinden daha düşük değerlere düşmüştür. Bu durumun, yüzeye yakın bölgelere krom difüzyonundan dolayı yüzeyin altındaki bir bölgede kromca tüketilmiş bölge oluşmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bunun yanı sıra, sertlik düşüşünün bölgesel bir olay olduğu, nitrürlenmiş numunenin göbek sertliğinde bir değişim olmadığı tespit edilmiştir.

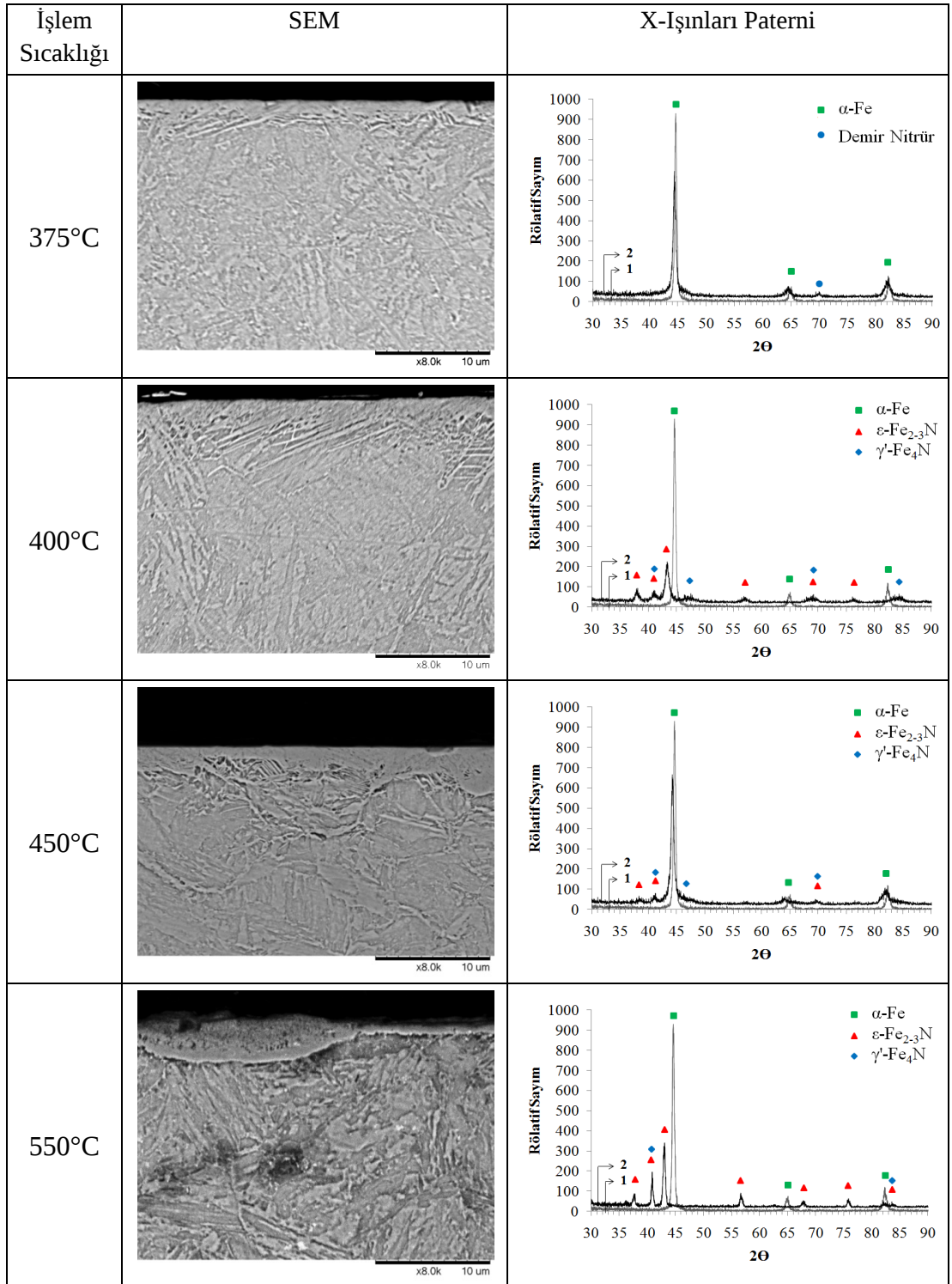


Şekil 5.6: Nitrürlenmiş AISI H13 numunelerinin sürekli artan yük altında çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune.

5.1.3 AISI P20 kalite takım çelikleri

Nitrürlenmiş AISI P20 kalıp çeliklerinin kesit mikroyapıları ve X-ışınları paternleri Şekil 5.7’de verilmiştir. SEM fotoğraflarından 375, 400, 450 ve 550°C nitrürlenme sıcaklıklarında elde edilen nitrürlenmiş tabaka kalınlıklarının sırasıyla 4, 7, 13 ve 16 μm olduğu belirlenmiştir. Lin ve diğ. [33] göre, nitrürlenmiş tabaka kalınlığı, altlık malzemenin içerdiği krom ve manganez oranına kuvvetli bir şekilde bağlıdır. Krom içeriğinin yüksek, manganez içeriğinin düşük olması daha kalın nitrürlenmiş tabaka oluşumunu teşvik etmektedir. Çalışmalarda kullanılan AISI P20 kalıp çeliğinin kimyasal kompozisyonuna bakıldığında (Çizelge 4.1) içerdiği krom ve manganez oranları sırasıyla %1,82 ve % 1,53’dür. AISI H13 sıcak iş takım çeliği ise %5,15 Cr, %0,346 Mn içermektedir. AISI P20 takım çeliğinin, AISI H13 takım çeliğine nazaran içerdiği düşük krom ve yüksek manganez alaşım elementleri nedeniyle bu çeliklerde azotun penetrasyon derinliği dolayısıyla nitrürlenmiş tabaka kalınlığı daha düşüktür.

X-ışınları analizi sonucu, 375°C’de yapılan işlemde, α -Fe piklerinin az miktarda daha düşük açılara kaydığı ve genişlediği görülmüştür. Bu sıcaklıkta, yüzey bölgesinde oluşan faz, genişlemiş ferrit fazıdır. Bu malzemenin kesit mikroyapısında, daha önceden bahsedilen, tercihli olarak yönelmiş demir nitür çökeltileri görülmektedir. Çökeltilerin varlığı, ilgili XRD paterninden de tespit edilmiştir. Yüzeylerinde katı eriyik tabakası oluşturulan, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinde uygulanan yaklaşımla, bu işlem ile yüzeyde elde edilen kalıntı gerilme değeri -0,9 GPa’dır. Yani AISI H13 takım çeliğine nazaran oldukça düşüktür. Bu sonuç daha önce bahsedilen ferrit kafes yapısının, temperlenmiş martenzit kafes yapısına göre daha az azot atomu çözebildiğini kanıtlamaktadır. 400, 450 ve 550°C’de yapılan işlemlerde ϵ -Fe₂₋₃N ve γ ¹-Fe₄N fazları tespit edilmiştir. 400 ve 450°C’de yapılan işlemlerin kesit mikroyapılarında, yüzeye yakın bölgelerde demir nitür çökeltileri görülmüştür. 450°C’de nitrürlenmiş numunenin X-ışınları paterninde de nitür fazlarına ek olarak genişlemiş ferrit fazı da tespit edilmiştir. 550°C’de nitrürlenmiş numunenin kesit mikroyapısının detaylı incelenmesinde yüzeyde oluşan beyaz tabakanın kesit boyunca homojen kalınlıkta olmadığı ve poroziteler içerdiği görülmüştür.



Şekil 5.7: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliklerinin kesit mikroyapıları ve XRD paternleri; (1) işlemsiz numune, (2) nitrülenmiş numune.

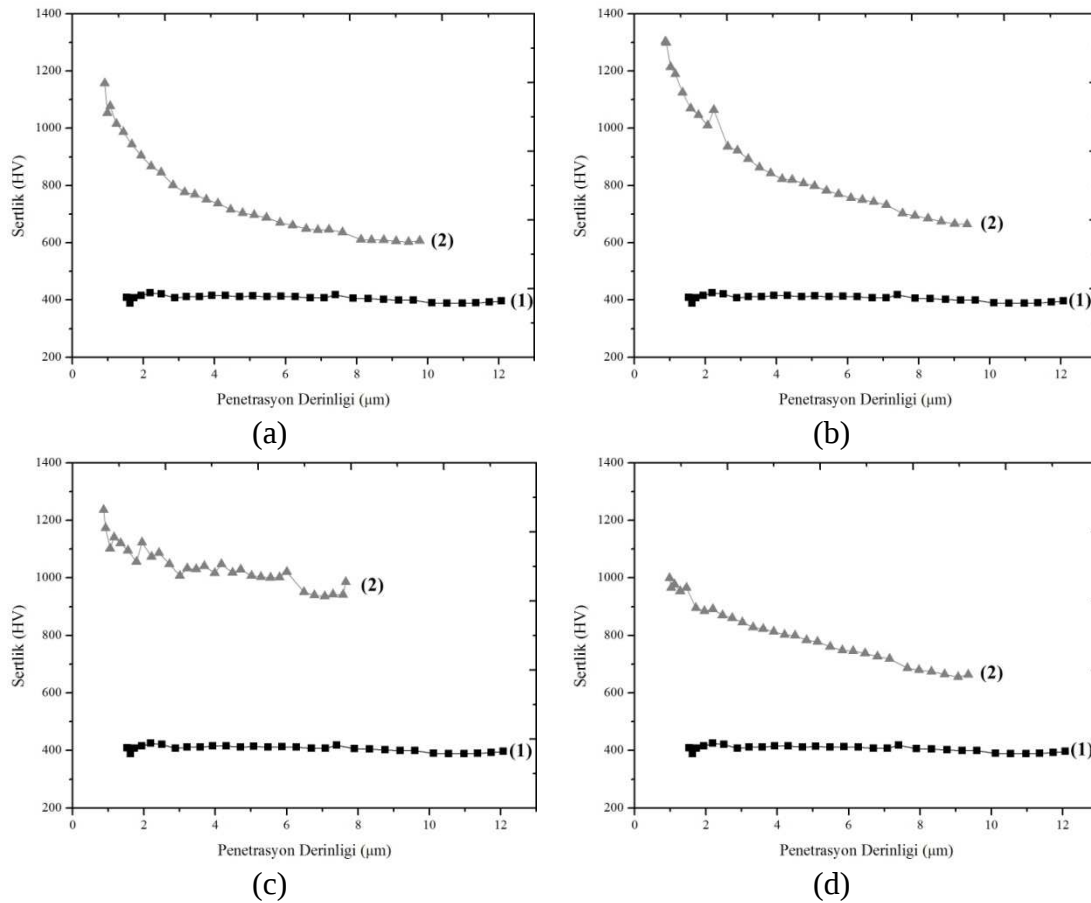
İşlemsiz ve nitrülenmiş AISI P20 kalıp çeliklerinin 250 ve 500 mN yük altında elde edilen yüzey sertliği değerleri Çizelge 5.3’de verilmiştir. 250 mN yük altında yapılan testler sonucu, en yüksek yüzey sertliği değeri 400°C’de yapılan işlem ile en düşük sertlik ise 550°C’de yapılan işlem ile elde edilmiştir. 375 ve 400°C’de yapılan

işlemlerde deney yükünün arttıkça sertliğinin azalmasının nedeni bu sıcaklıklarda nitrürleşmiş tabaka kalınlığının az olmasından kaynaklanmaktadır.

Çizelge 5.3: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliklerinin yüzey sertlikleri.

DENEY YÜKÜ	İŞLEM SICAKLIĞI				İŞLEMSİZ
	375°C	400°C	450°C	550°C	
250 mN	1133±42	1355±47	1132±28	976±25	420±13
500 mN	955±57	1167±21	1122±17	926±38	398±13

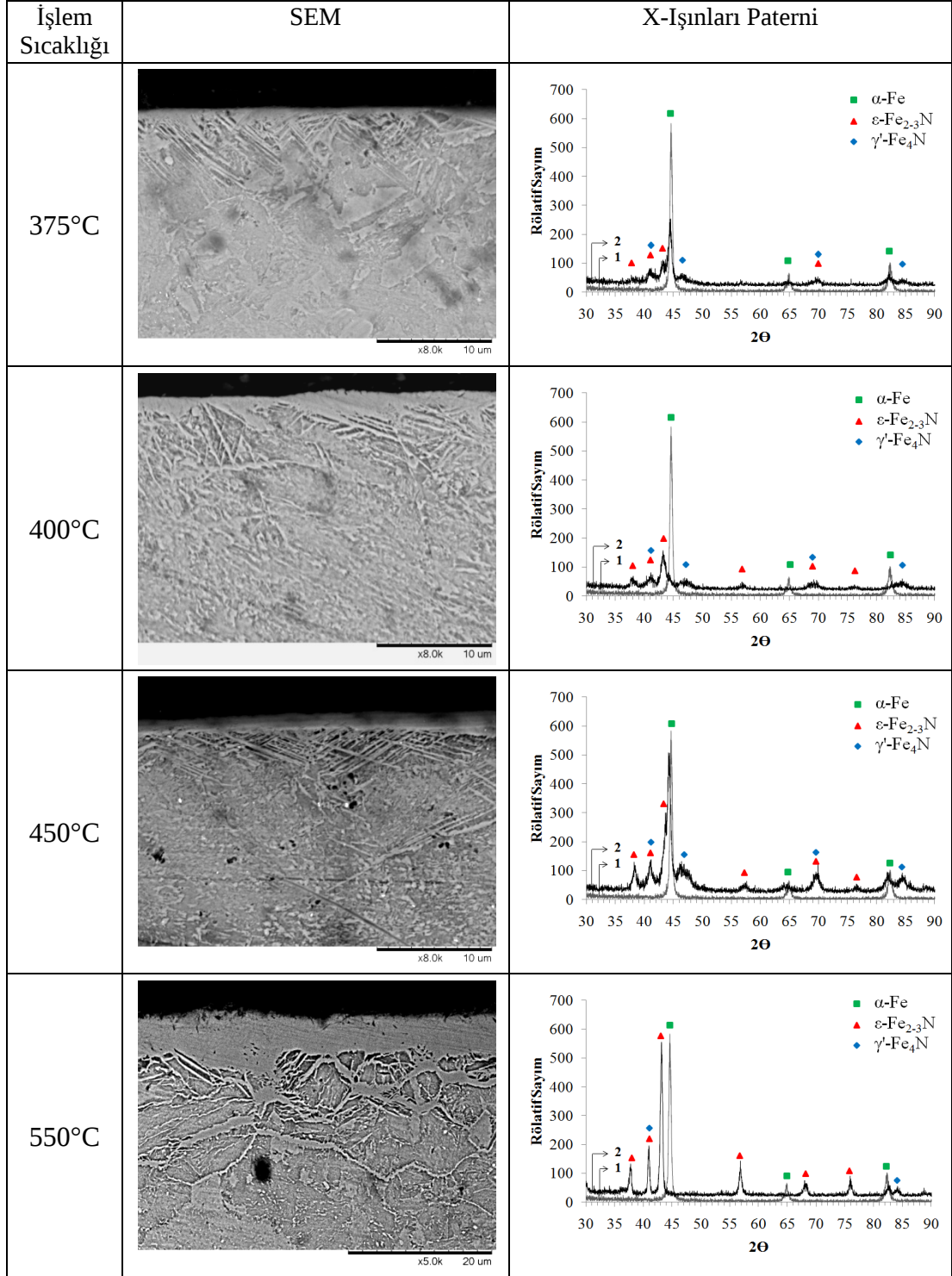
Nitrürleşmiş AISI P20 kalıp çeliklerinin sürekli artan yük altında elde edilen çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları Şekil 5.8’de verilmiştir. 375, 400 ve 550°C’de nitrürleşen numunelerin sertlik değerleri, penetrasyon derinliklerine bağlı olarak önemli oranda düşerken, 450°C’de işlem gören numune 8 µm’lik penetrasyon derinliğinde yaklaşık 1000 HV sertlik değerine sahiptir.



Şekil 5.8: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 numunelerinin sürekli artan yük altında çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürleşmiş numune.

5.1.4 AISI L6 kalite takım çelikleri

Nitrürlenmiş AISI L6 özel amaçlar için geliştirilmiş takım çeliklerinin kesit mikroyapıları ve yüzey bölgesinde oluşan fazların belirlendiği X-ışınları paternleri Şekil 5.9’de verilmiştir.



Şekil 5.9: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliklerinin kesit mikroyapıları ve XRD paternleri; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune.

SEM ile belirlenmiş kesit mikroyapılara göre nitrürlenmiş tabaka kalınlığı nitrürlenme sıcaklıkları olan 375, 400, 450 ve 550°C için sırasıyla 8, 11, 14 ve 25 µm'dir. AISI P20 takım çeliklerinin karakterizasyon bölümünde bahsedildiği gibi, AISI L6 takım çeliğinin, AISI H13 takım çeliğine oranla içerdiği düşük krom ve yüksek manganez içeriğinden dolayı azotun yapı içerisine difuze olabildiği derinlik dolayısıyla nitrürlenmiş tabaka kalınlığı AISI H13 takım çeliğinden düşük, AISI P20 takım çeliğine benzerdir.

Nitrürlenme işlemi yapılan tüm sıcaklıklarda yüzeye yakın bölgelerde ϵ -Fe₂₋₃N ve γ -Fe₄N nitrür fazlarının olduğu X-ışınları paternlerinden görülmektedir. 450 ve 550°C'de işlem gören numunelerde yüzeyde belirgin beyaz tabaka oluşumu gözlenmiştir. 550°C'de nitrürlenmiş numunedeki beyaz tabakada, aynı sıcaklıkta nitrürlenmiş AISI P20 takım çeliğine benzer poroziteler mevcuttur. 375, 400 ve 450°C'de yapılan işlemler sonucu elde edilen kesit mikroyapılarından görüldüğü üzere, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 ve AISI P20 takım çeliklerinde görülen tercihli yönelmiş demir nitrür çökeltileri, düşük sıcaklıklarda nitrürlenmiş AISI L6 takım çeliklerinde de görülmektedir. 375 ve 450°C sıcaklıklarda nitrürlenmiş numunelerin X-ışınları paternlerinde genişlemiş ferrit fazı da tespit edilmiştir. Ayrıca, tüm işlem sıcaklıklarında, AISI P20 takım çeliğinde olduğu gibi CrN ve Cr₂N fazları tespit edilmemiştir.

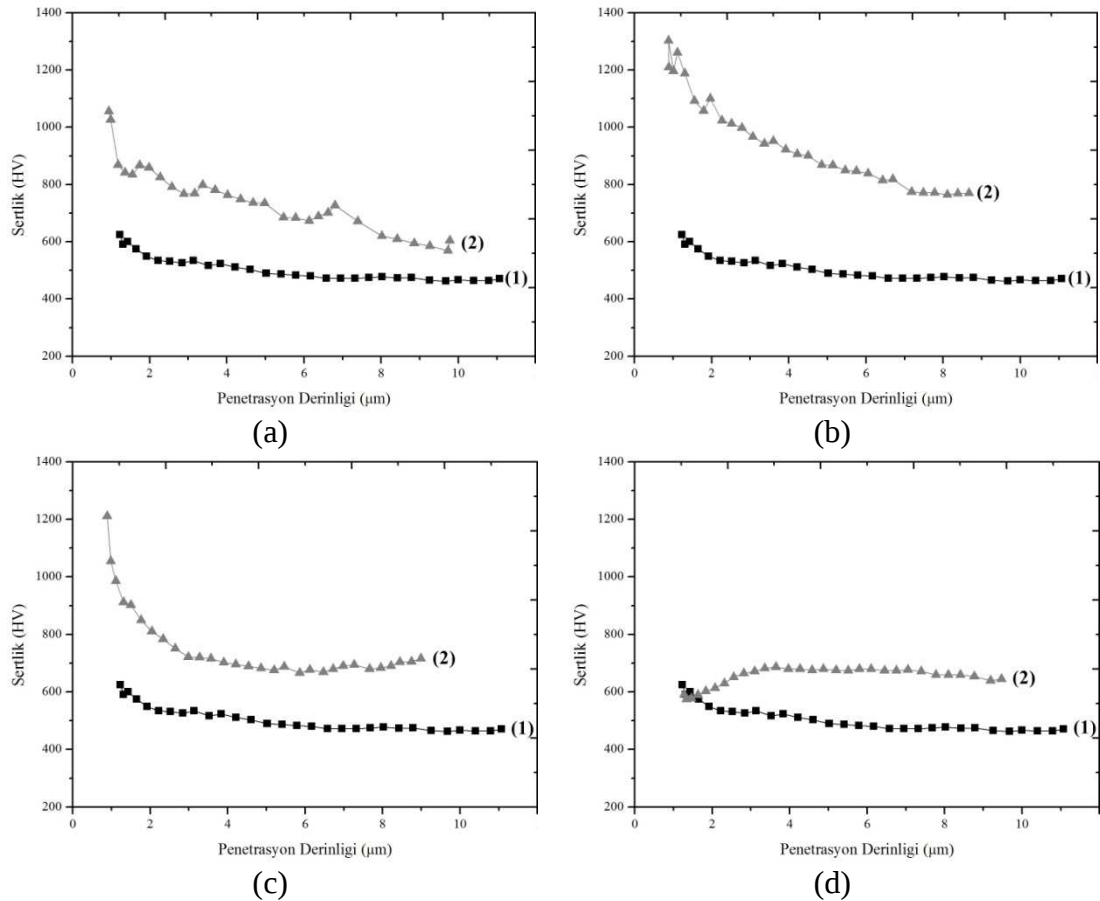
İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI L6 takım çeliği numunelerinin derinlik hassasiyetli sertlik cihazında elde edilen yüzey sertlik değerleri Çizelge 5.4'de verilmiştir. 250 mN yük altında alınan değerler göz önünde bulundurulduğunda en yüksek yüzey sertliği değerlerinin 400 ve 450°C'de yapılan nitrürlenme işlemleri ile elde edildiği görülmüştür. 550°C yapılan işlem ile elde edilen yüzey sertliğinin işlemsiz numunenin yüzey sertliğinden az miktar yükseldiği tespit edilmiştir. Nitrürlenme işlemi yapılmasına rağmen, elde edilen yüzey sertliği düşük olan malzemelerde nitrürlenmiş bölge sadece demir nitrürlerden oluşmaktadır [8]. Düşük sıcaklıklarda nitrürlenmiş numunelerde yüzey sertliğinin önemli oranda artışı, demir nitrürlere ek olarak oluşan genişlemiş ferrit fazının, üst kısımda oluşan beyaz tabakaya destek görevi görmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Yani, varlığı X-ışınları analizi ile kanıtlanan genişlemiş ferrit fazının, AISI H13 takım çeliklerinde beyaz tabakanın altında oluşan krom nitrür çökeltilerinin sağladığı gibi, gevrek beyaz tabaka altında tok bir bölge sağladığı sonucuna varılmıştır. 550°C'de elde edilen ve Şekil 5.9'deki

SEM fotoğrafından açıkça görülen beyaz tabakanın uygulanan yük ile hemen parçalanması beklenmektedir.

Çizelge 5.4: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliklerinin yüzey sertlikleri.

DENEY YÜKÜ	İŞLEM SICAKLIĞI				İŞLEMSİZ
	375°C	400°C	450°C	550°C	
250 mN	1060±57	1232±18	1233±14	607±39	584±48
500 mN	827±34	1059±77	1161±11	642±32	527±21

Nitrürlenmiş AISI L6 takım çeliklerine uygulanan çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları Şekil 5.10'da verilmiştir. Görüldüğü gibi 375, 400 ve 450°C'de nitrürlenен numunelerde sertlik değerleri, penetrasyon derinliğine bağlı olarak önemli oranda düşmesine rağmen, 550°C'de işlem gören numunenin sertlik değeri, penetrasyon derinliğinin beyaz tabaka içersinde kalmasından dolayı yaklaşık olarak başladığı değerde kalmıştır.



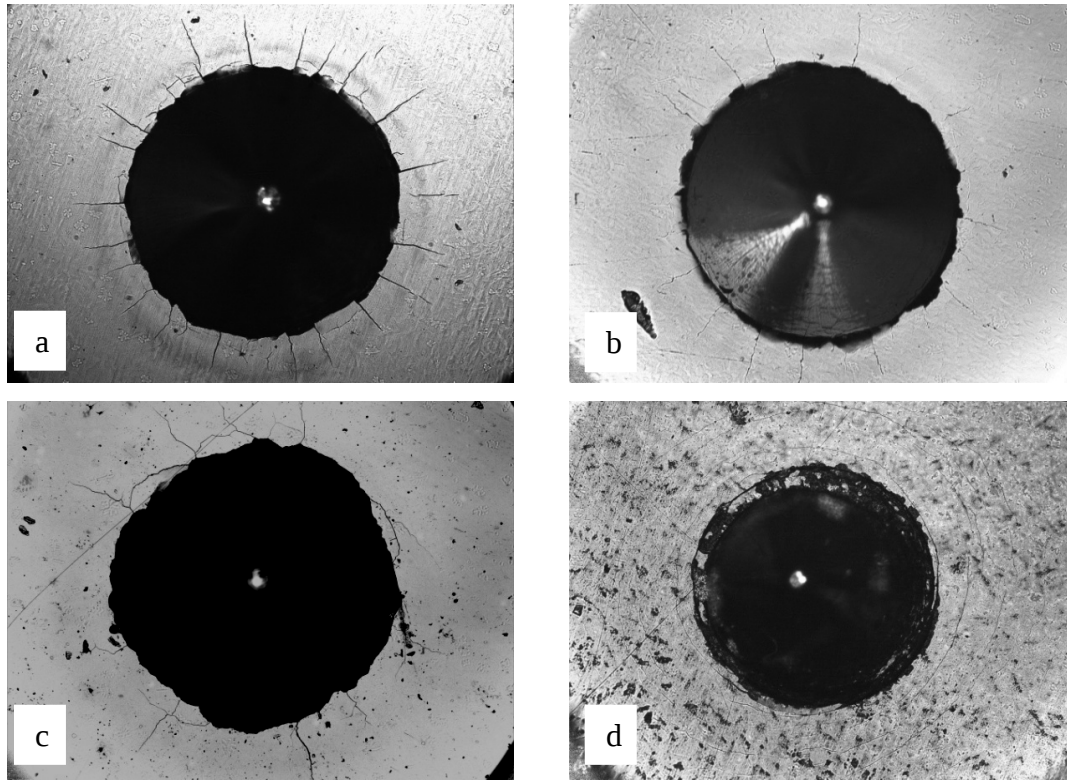
Şekil 5.10: Nitrürlenmiş AISI L6 numunelerinin sürekli artan yük altında çok çevrimli sertlik deneyi sonuçları (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C; (1) işlemsiz numune, (2) nitrürlenmiş numune.

5.2 Yapışma Deneyleri

Çalışmada kullanılan takım çeliklerine uygulanan düşük sıcaklık ve kovansiyonel sıcaklıkta nitrüleme işlemleri ile çeliklerinin yüzeylerinde oluşturulan tabakaların altlık malzemesine yapışma özelliklerini belirlemek amacıyla Daimler-Benz Rockwell-C yapışma testleri ve çizik deneyleri yapılmıştır.

5.2.1 Daimler-Benz Rockwell-C yapışma testleri

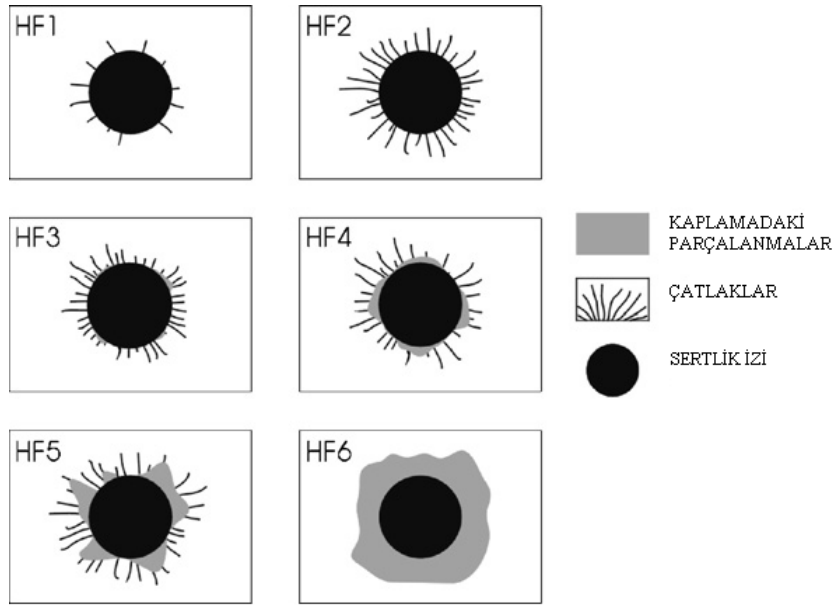
Nitrülenen, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 sıcak iş takım çeliği numunelerine yapılan test sonucu sertlik izi çevresinde oluşan hasarlar Şekil 5.11’de verilmiştir.



Şekil 5.11: Nitrülenen, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 çeliğine uygulanan Rockwell-C yapışma testi sonrası sertlik izi çevresinde oluşan hasarlar (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C.

Bu test ile numunenin yapışma kalitesi önceden belirlenen kategorilere göre sınıflandırılmaktadır. Sertlik ucunun numune yüzeyine batması sonucu yüzeyde çatlaklar veya kaplamada parçalanmalar görülmektedir. Kaplamada meydana gelen hasar, daha önceden belirlenmiş olan ve Şekil 5.12’de gösterilen hasar modelleri (HF1, HF2, HF3, HF4, HF5, HF6) ile karşılaştırılır. Şekil 5.12’de gösterilen hasar modellerinden HF1, rockwell sertlik izi çevresinde kaplamada meydana gelen az

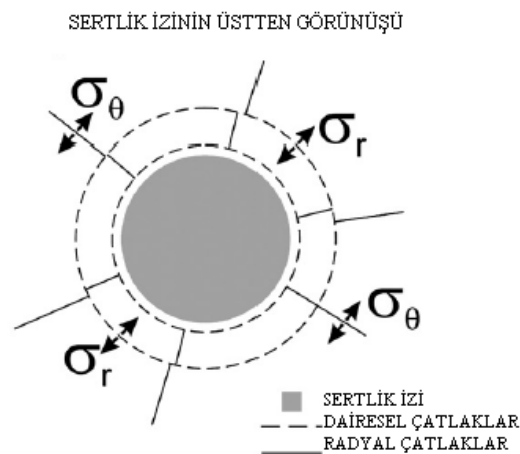
miktarda çatlakları, HF2, HF1'den daha yüksek yoğunluktaki çatlakları, HF3, çatlakların yanı sıra kaplamadaki küçük bölgelerde parçalanmayı, HF4 ve HF5 kaplamada parçalanmış bölgenin artmasını, HF6 ise sertlik izi çevresindeki bütün kaplamanın parçalanmasını temsil etmektedir. En iyi yapışma özellikleri HF1'de elde edilirken en kötü yapışma özellikleri HF6'da elde edilmektedir. Bunun yanı sıra deney sonucunda, HF1, HF2, HF3 ve HF4 sınıfında yer aldıkları tespit edilen numunelerin yeterli yapışma özellikleri gösterdiği; HF5 ve HF6 sınıfında yer alanların ise yapışma özelliklerinin yetersiz olduğu sonucuna varılır [34–42].



Şekil 5.12: Rockwell C yapışma testindeki hasar modelleri [36].

Şekil 5.11'de gösterilen fotoğraflarda radyal çatlaklar, dairesel çatlaklar ve kaplamada parçalanmalar tespit edilmiştir. Oluşan hasarları sınıflandırmadan önce bu hasarların oluşum mekanizmalarını anlatmakta yarar vardır. Kaplama yapılmış numunelerde, sertlik ucu numuneye batırıldığında, kaplama içerisinde bütünüyle ilerleyen kohezif çatlaklar veya altlık-kaplama arayüzeyi boyunca ilerleyen adezif çatlaklar oluşabilir. Kohezif çatlaklarda iki farklı davranış gözlenir. Radyal gerilmelerin etkisi altında dairesel çatlaklar gelişirken; teğetsel gerilmeler altında radyal çatlaklar oluşmaktadır. Bu durum, Şekil 5.13'de şematik olarak gösterilmiştir. Bazı durumlarda, altlığın sertliği kohezif çatlak ilerlemesinin hangi çeşit olduğunun belirlenmesinde kullanılabilir. Yumuşak altlıklar dairesel çatlakların ilerlemesini, sert altlıklar ise radyal çatlakların meydana gelmesini teşvik eder. Bir başka teoride, kohezif çatlak çeşidi, sertlik izi kenarındaki yığılma miktarıyla ilişkilendirilmiştir.

Yığılma miktarının fazla olması kaplama yüzeyinde radyal gerilmelerin artmasına neden olur ve sonuç olarak dairesel çatlaklar oluşur. Bunun yanı sıra, sertlik ucu çevresindeki yığılma malzeme sertliğinin fonksiyonu değildir. Akma mukavemeti ve deformasyon sertleşmesi üssü ile ilişkilidir [38]. Bazı durumlarda sertlik izi çevresinde hem radyal hem de dairesel çatlaklar oluşabilir. Dairesel çatlaklar yükleme sırasında, radyal çatlaklar ise yükün kaldırılması sırasında oluşmaya eğilimlidir [39]. Sertlik ucunun kaplamaya olan temas geometrisi kaplama-metal arayüzeyinde yüksek kayma gerilmeleri oluşturur. İyi yapışmış kaplamalar bu kayma gerilmesine dayanarak sertlik izi etrafındaki parçalanmayı önlerler. Diğer yandan sertlik izi çevresinde meydana gelen parçalanmalar zayıf arayüzey yapışmasını gösterir [41].

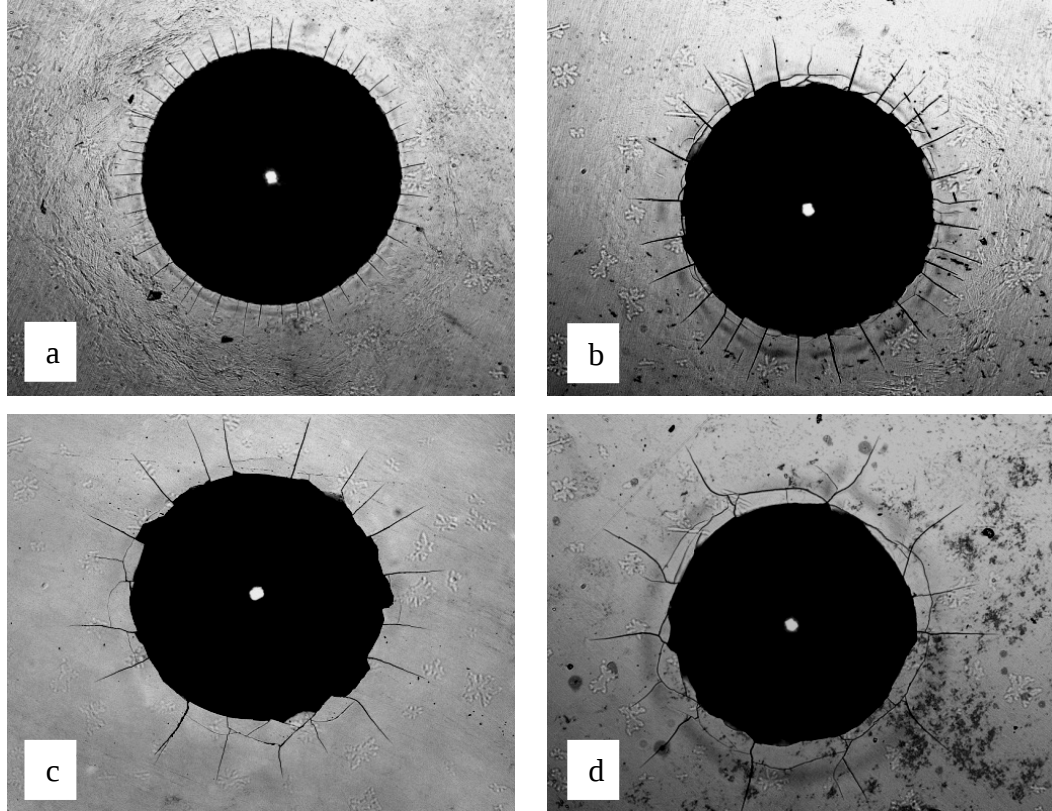


Şekil 5.13: Radyal ve teğetsel gerilmelerin şematik olarak gösterimi [39].

375°C ve 400°C’de nitr rlenen,  n sertleřtirme iřlemi uygulanmamıř AISI H13 takım  elięi numunelerinde, radyal  atlaklar ve sertlik izi  evresinde par alanmalar g r lm řt r ve HF4 hasar tipi ile iliřkilendirilmiřtir. 450°C’de iřlem g ren numunede radyal ve dairesel  atlakların yanı sıra sertlik izi  evresinde  nemli oranda par alanmalar g r lm řt r. 550°C’de nitr rlenen numunede de sertlik izi etrafında  nemli derecede par alanmalar ve dairesel  atlaklar tespit edilmiřtir. Bu iki sıcaklıkta nitr rlenen numuneler HF5 hasar tipi ile ifade edilir yani Rockwell-C yapıřma testine g re yetersiz yapıřma  zellikleri g sterirler. Rockwell C yapıřma testi, kaplama kalınlıęına ve altlık sertlięine řiddetli bir řekilde baęlıdır [37].  n sertleřtirme iřlemi uygulanmamıř AISI H13  elięinin sertlięi kullanılan dięer numunelere nazaran  ok d ř k olduęundan konik batıcı u , bu numunelerde daha fazla derinliklere girmiř ve konik ucun y zeyde sertlik izi  evresindeki b lgelere

uyguladığı baskı sebebiyle deneyden elde edilen sonuç negatif yönde etkilenmiş olabilir. Bu numunenin yapışma özellikleri ile ilgili daha doğru bilgiler çizik deneyi ile elde edilebilir.

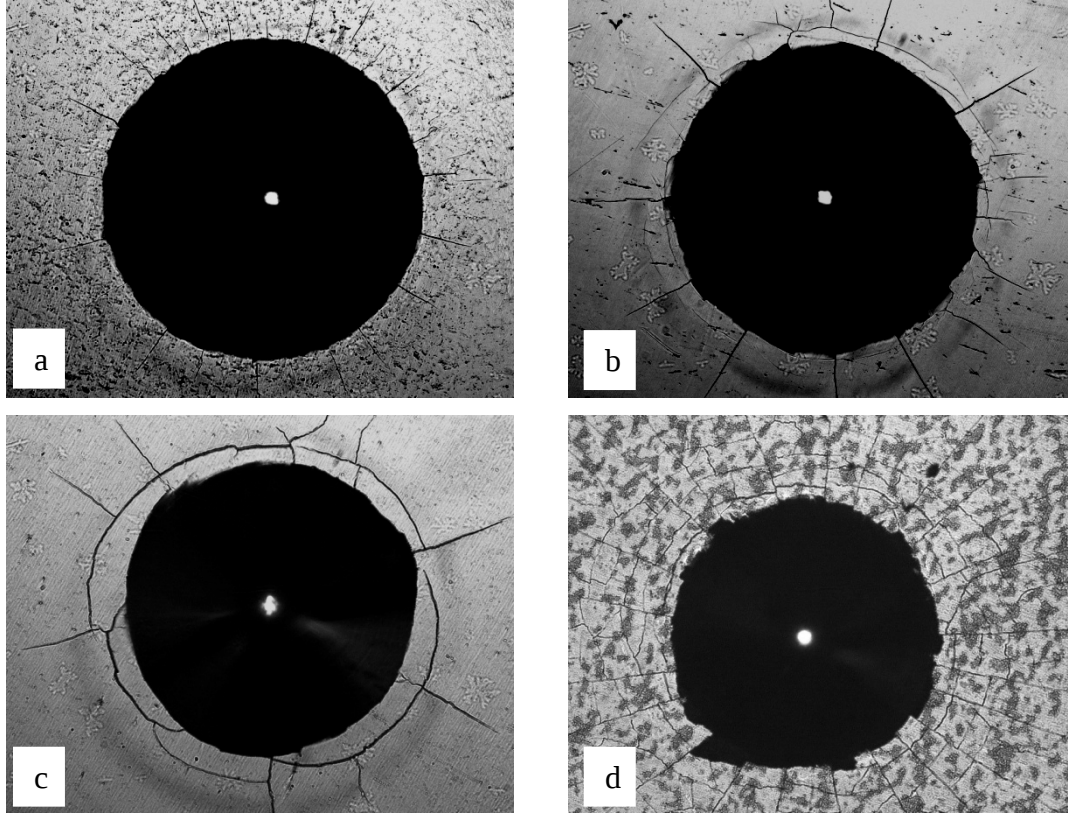
Nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerine yapılan Rockwell-C yapışma deneyi sonucu optik mikroskop yardımıyla elde edilen fotoğraflar Şekil 5.14’de verilmiştir.



Şekil 5.14: Nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 çeliğine uygulanan Rockwell-C yapışma testi sonrası sertlik izi çevresinde oluşan hasarlar (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C.

375°C’de 10 saat süre ile nitrürlenme işlemine tabi tutulan numunede test sonrası sadece teğetsel gerilmelerin sebep olduğu orta yoğunlukta radyal çatlaklar görülmüştür. Numunede oluşan hasar HF2 tipindedir. 400, 450°C ve 550°C’de işlem gören numunelerde hem teğetsel gerilmelerin sebep olduğu radyal çatlaklar, hem de radyal gerilmelerden kaynaklanan dairesel çatlaklar mevcuttur. Çatlakların yanı sıra sertlik izi çevresinde az miktarda parçalanmalar da görülmüştür. Bu numunelerde meydana gelen hasarlar HF4 tipi hasarlardır.

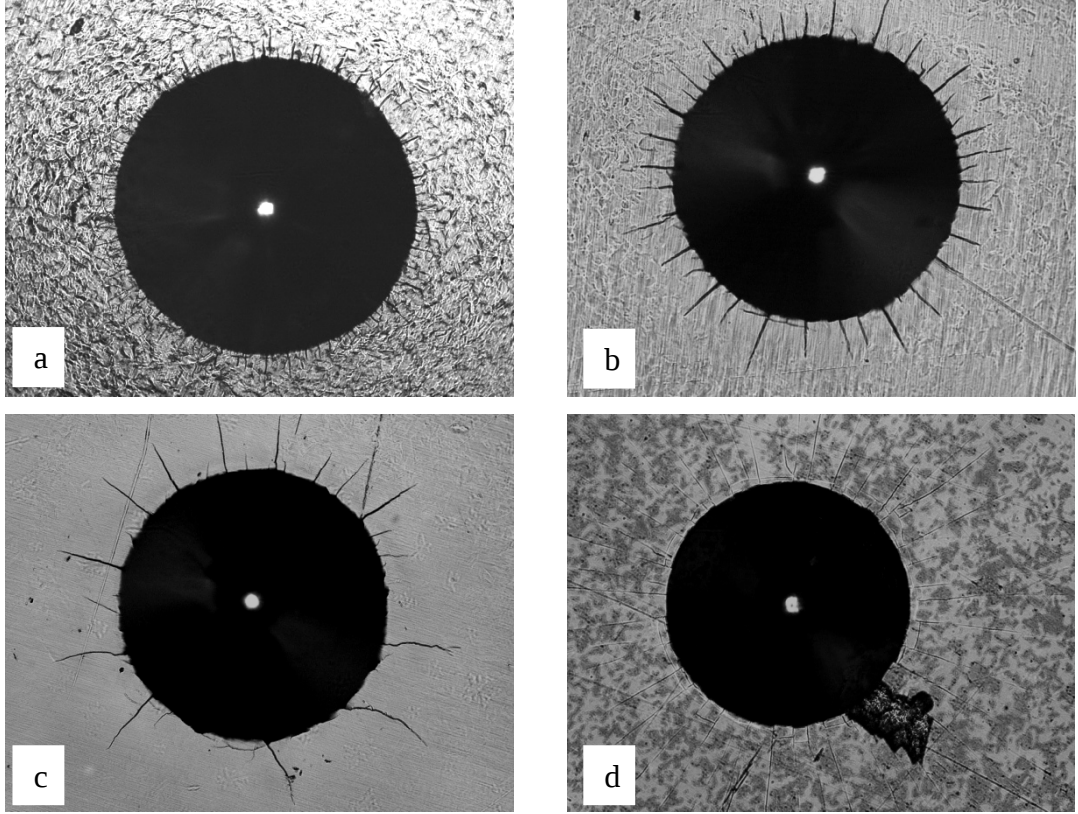
Nitr rl nmiř,  n sertleřtirme iřlemi uygulanmıř AISI P20 takım  eliklerinde test sonrası oluřan hasarlar řekil 5.15’de g sterilmiřtir.



řekil 5.15: Nitr rl nen,  n sertleřtirme iřlemi uygulanmıř AISI P20  elięine uygulanan Rockwell-C yapıřma testi sonrası sertlik izi  evresinde oluřan hasarlar (a) 375 C, (b) 400 C, (c) 450 C, (d) 550 C.

375 C’de iřlem g ren numunede HF1 hasar  eřidini g steren az miktarda radyal  atlaklar oluřtuęu g r lm řtir. 400 ve 450 C’de nitr rl nen numunelerde hem radyal ve dairesel  atlaklar hem de sertlik izi etrafında az miktarda par alanmalar tespit edilmiř ve HF3 hasar  eřidini temsil ettięi sonucuna varılmıřtır. 550 C’de nitr rl nen numunede ise yoęun miktarda dairesel ve radyal  atlakların yanı sıra sertlik izi  evresinde  nemli oranda par alanmalar da g r lm řtir. Bu sebepten kolayı HF5 hasar grubu i erisine d hil edilmiřtir.

Nitr rleme iřlemi uygulanmıř AISI L6 takım  eliklerinden 375, 400 ve 450 C’de nitr rleme iřlemine tabi tutulan numunelerde sertlik izi etrafında sadece radyal  atlaklar g zlenmiř olup hasar  eřidi HF2 sınıfındadır (řekil 5.16). 550 C’de nitr rl nen numunede ise yoęun radyal  atlaklar, dairesel  atlaklar ve sertlik izi  evresindeki bir b lgede  nemli miktarda par alanma g zlenmiřtir. Bu numunede hasar  eřidi HF5’d r.



Şekil 5.16: Nitrürlenmiş AISI L6 çeliğine uygulanan Rockwell-C yapışma testi sonrası sertlik izi çevresinde oluşan hasarlar (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C.

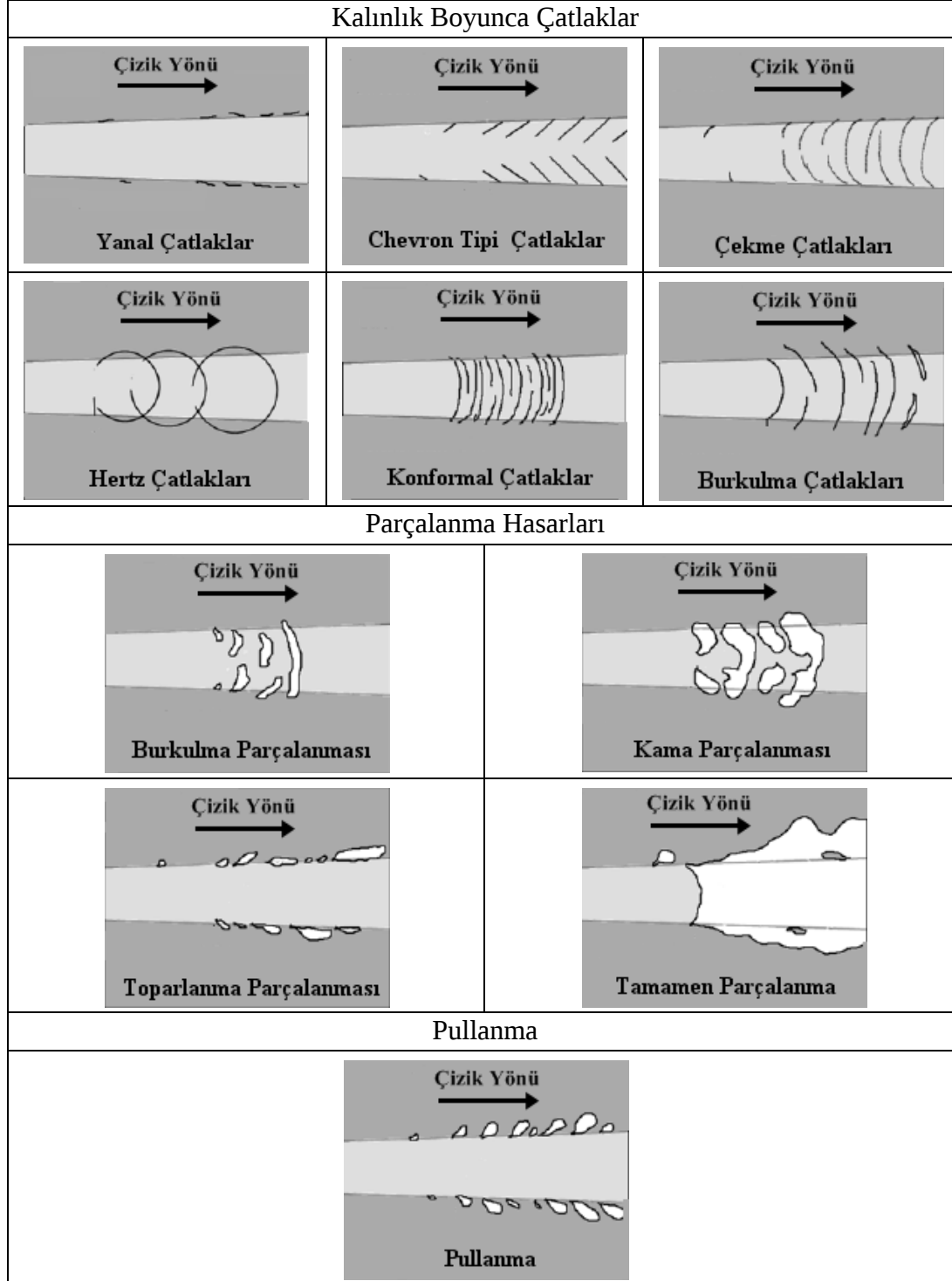
Yapılan Rockwell-C yapışma testleri sonucu, 450 ve 550°C’de nitrürlenmiş ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çelikleri ve 550°C’de nitrürlenmiş AISI P20 ve AISI L6 takım çeliklerinin yapışma özelliklerinin yetersiz olduğu sonucuna varılmıştır.

5.2.2 Çizik deneyleri

375, 400, 450 ve 550°C sıcaklıklarında nitrürlenmiş takım çeliklerine 0,05–30 N aralığında yük uygulanılan çizik deneylerine ait çizik hattı boyunca hasarları gösteren optik mikroskop fotoğrafları EK B’de gösterilmiştir.

Çizik deneyi, numune sabit hızda hareket ederken, Rockwell-C sertlik ucu ile kaplama yüzeyine sürekli artan yük uygulanmasından ibarettir. Uç, yüzey bölgesinde hasar meydana gelene kadar artan elastik ve plastik deformasyona neden olur. Kaplama-altlık sisteminin yapışma mukavemeti, ilk hasarın meydana geldiği minimum yük olan L_c kritik yükü ile belirlenir. Çizik deneyi sırasında meydana gelebilecek hasar çeşitleri (Şekil 5.17) şunlardır [43–45]:

1. Kalınlık boyunca çatlaklar: yanal çatlaklar, Chevron tipi çatlaklar, çekme çatlakları, Hertz çatlakları, konformal çatlaklar, burkulma çatlakları
2. Parçalanma hasarı: burkulma parçalanması, kama (wedging) parçalanması, toparlanma parçalanması, tamamen parçalanma
3. Pullanma hasarı



Şekil 5.17: Çizik deneyi sırasında oluşabilecek hasar çeşitleri [45].

Kalınlık boyunca çatlaklar, genellikle sertlik ucunun arkasındaki kaplama bölgesinde meydana gelen çekme gerilmeleri sonucu oluşan kohezif tipi hasarlardır [45]. Bu tip çatlaklar kaplamanın tamamen yapışkan kaldığını gösterir [43]. Kaplamanın altlıktan çatlaması ve kalkması (burkulma) veya tamamen ayrılması (parçalanma ve pullanma), sertlik ucu önündeki basma gerilmelerinden kaynaklanan adezif tipi hasarlardır [43, 45].

EK B'deki Şekil B.1-B.4'den görüldüğü gibi, 375°C'de nitrürlenmiş AISI P20 ve 550°C'de nitrürlenmiş AISI P20 ve AISI L6 numuneleri hariç bütün numunelerde, artan deney yükü ile birlikte yoğunlukları artan çekme çatlakları çizik hattı boyunca oluşmuştur. 375°C'de nitrürlenmiş AISI P20 takım çeliğinde herhangi bir hasar gözlenmemiştir. 550°C nitrürlenmiş AISI P20 ve AISI L6 takım çeliklerinde ise adezif bir hasar olan toparlanma parçalanmaları tespit edilmiştir. Nitrürlenmiş numunelere ait kritik yük değerleri Çizelge 5.5'de, kritik yük değerlerine karşılık gelen bölgeler Şekil B.1-B.4'de verilmiştir.

Çizelge 5.5: Nitrürlenmiş numunelere ait kritik yük değerleri.

MALZEME	NİTRÜRLEME SICAKLIĞI			
	375°C	400°C	450°C	550°C
AISI H13	7,58	11,89	22,71	8,4
AISI H13*	7,02	7,42	15,75	15,15
AISI P20	*	4,58	8,63	3,1**
AISI L6	4,53	5,63	12,29	4,58**

*Hasar gözlenmemiştir

**Hasat çeşidi toparlanma parçalanmasıdır.

Çizik deneylerinde göre, 550°C'de nitrürlenme işlemine tabi tutulan AISI P20 ve AISI L6 takım çeliği numuneleri adezif hasar gösterdiğinden dolayı en kötü yapışma özelliklerine sahiptirler. Farklı numunelerin karşılaştırılması yalnızca hasar mekanizmaları aynı ise mümkündür [44]. Çekme çatlakları hasarı gösteren numunelerin kritik yük değerleri (çekme çatlaklarının oluşmaya başladığı yük) karşılaştırıldığında her bir malzeme grubu için en iyi yapışma özelliklerinin 450°C'de yapılan işlemler ile kazanıldığı görülmektedir.

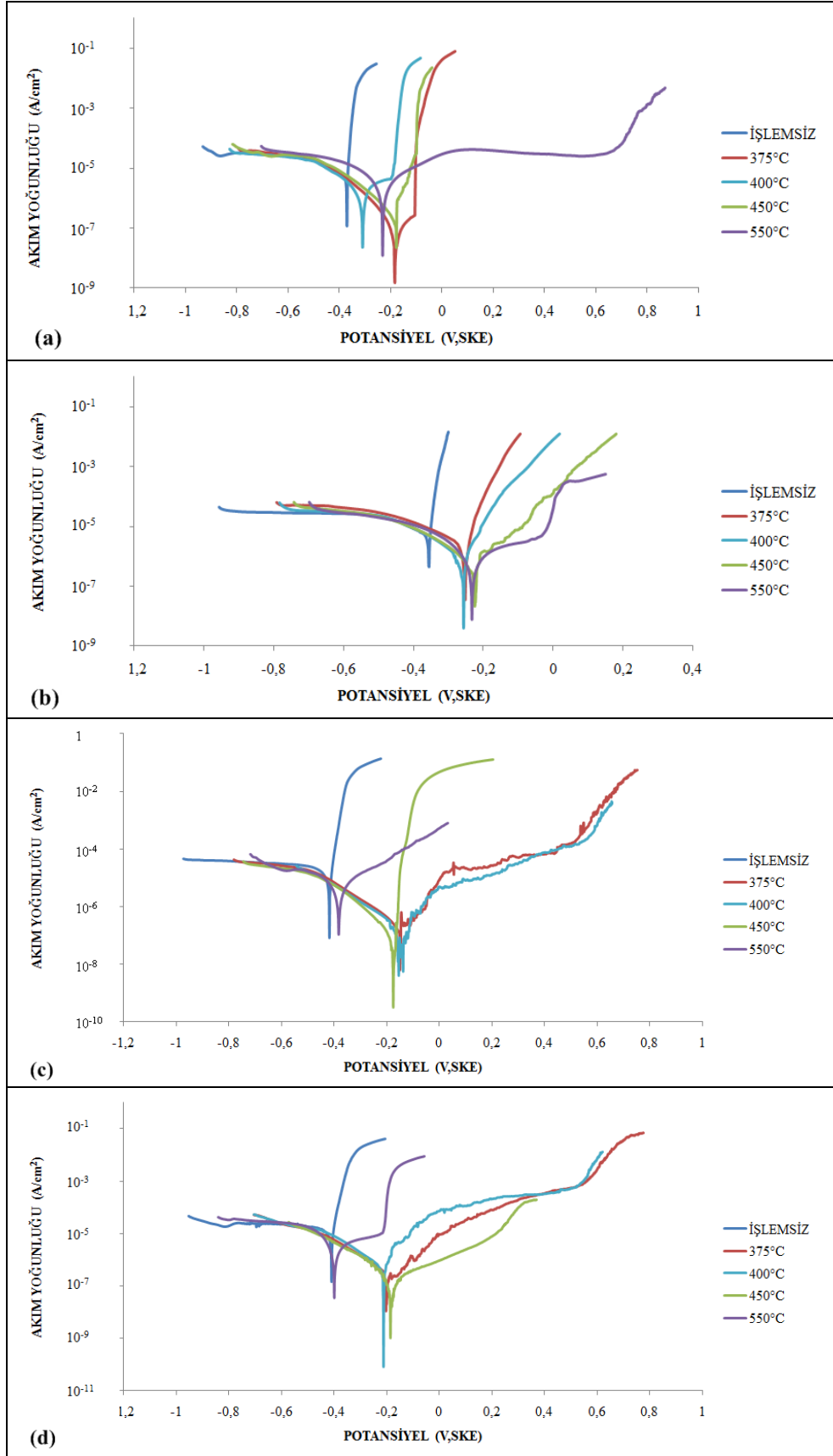
5.3 Korozyon Deneyleri

Elektrokimyasal deneyler sonucu elde edilen anodik potansiyodinamik polarizasyon eğrileri Şekil 5.18’de verilmiştir.

İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinin korozyon davranışları incelendiğinde, nitrürlenmiş numunelerin korozyon potansiyellerinin, işlemsiz numuneye göre elektropozitif yönde arttığı, korozyon akım yoğunluklarının ise düştüğü görülmüştür. Yani, nitrürlenmiş numunelerin korozyon dirençlerinin işlemsiz numuneye oranla gelişmiştir. Ayrıca, 550°C’de nitrürlenmiş numune -0,17 V ile 0,66 V arasında pasifleşme bölgesi göstermiştir.

İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 sıcak iş takım çeliklerinin korozyon davranışları incelendiğinde, uygulanan nitrürlenme işlemleri ile AISI H13 takım çeliğinin korozyon direncinin arttığı tespit edilmiştir. Nitrürlenmiş numuneler arasında karşılaştırma yapıldığında, bütün numunelerin benzer korozyon potansiyelleri ve korozyon akım yoğunlukları gösterdiği tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra, 550°C’de nitrürlenmiş numunede -0,19 V ile -0,04 V arasında koruyucu film oluşumuna bağlı olarak pasif bölge gözlenmiştir. Nitrürlenmiş AISI H13 takım çelikleri arasında en iyi korozyon direncini gösteren numune 550°C’de nitrürlenmiş numunedir.

İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 ve AISI L6 takım çeliklerinde korozyon dirençleri, yapılan düşük sıcaklık nitrürlenme işlemleri (375, 400, 450°C) daha fazla artma eğilimi göstermiştir. 550°C’de yapılan işlemler ile kazanılan korozyon dirençleri sınırlıdır. Düşük sıcaklıkta nitrürlenmiş AISI P20 ve AISI L6 takım çelikleri yaklaşık aynı değerde korozyon potansiyeli değerlerine sahiptirler. 375°C’de nitrürlenmiş AISI P20 takım çeliği 0,02 V ile 0,5 V arasında pasifleşme bölgesi göstermiştir. 550°C’de nitrürlenmiş AISI L6 numunesi, -0,37 V ile -0,23 V arasında pasifleşme göstermesine rağmen, bu aralık düşük sıcaklıkta nitrürlenmiş numunelerin korozyon potansiyellerinden daha düşüktür. AISI P20 ve AISI L6 numuneleri arasında en iyi sonuçlar düşük sıcaklıkta yapılan işlemler ile kazanılmıştır.



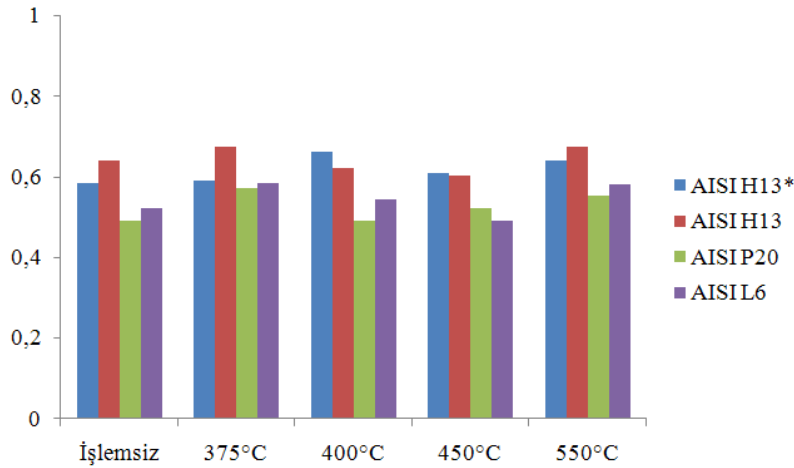
Şekil 5.18: Anodik polarizasyon eğrileri, (a) ön sertleştirme uygulanmamış AISI H13, (b) ön sertleştirme uygulanmış AISI H13, (c) AISI P20, (d) AISI L6.

550°C’de yapılan işlemler ile ön sertleştirme uygulanmamış ve uygulanmış AISI H13 takım çeliklerinin korozyon dirençleri önemli oranda artarken, AISI P20 ve AISI L6’da bu durum gözlenmemiştir. Bu durumun beyaz tabakadaki porozite miktarı ile ilgili olduğu düşünülmektedir. Daha önce bahsedilen nedenlerden dolayı AISI P20 ve AISI L6 takım çeliklerinde azotun yüzeyden içeriğe penetrasyon derinliği, AISI H13 takım çeliklerine nazaran oldukça düşüktür. Bundan dolayı, nitrürleme işlemleri sırasında malzemeye difuze olan atomik haldeki azot, AISI P20 ve AISI L6 numunelerinde daha çok noktada moleküler hale gelip yüzeyde oluşan beyaz tabakanın daha fazla porozite içermesine neden olarak korozyon direncini düşürür.

5.4 Aşınma Deneyleri

5.4.1 Takım çeliklerinin aşınma deneyleri

İşlemsiz ve nitrürlenmiş numunelere yapılan aşınma testleri sonucu elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerleri Şekil 5.19’da, sürtünme katsayıları grafikleri tüm takım çeliği numuneleri için EK C’de Şekil C.1-C.2’de verilmiştir. Şekil 5.19’dan görüldüğü gibi; her bir grup takım çeliği için nitrürlenmiş numuneler ile işlemsiz numunenin ortalama sürtünme katsayıları arasında önemli oranda bir değişim olmamaktadır.

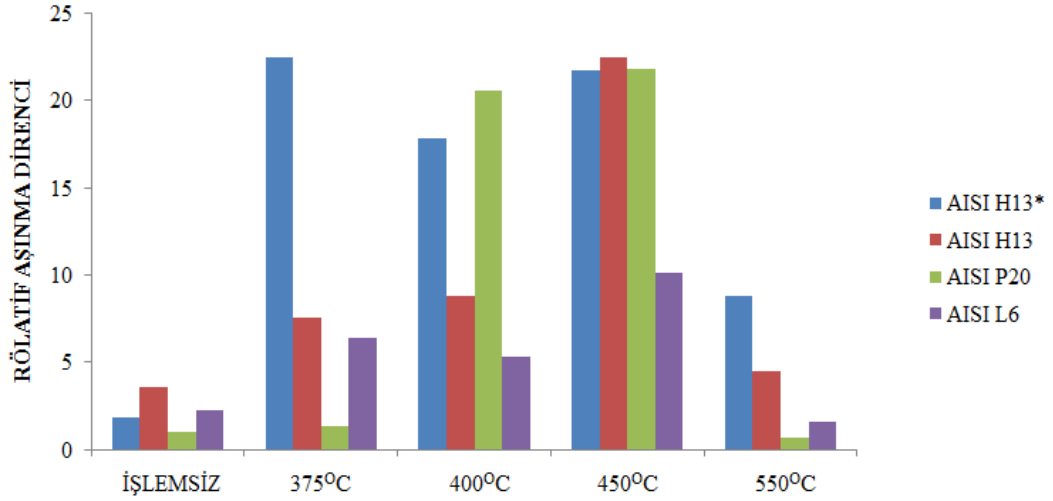


*Ön sertleştirme uygulanmamış

Şekil 5.19: İşlemsiz ve nitrürlenmiş takım çeliği numunelerine ait ortalama sürtünme katsayısı değerleri.

Aşınma testi uygulanan numuneler üzerinde oluşan izlerin topografik profillerinden elde edilen ortalama aşınma izi alanları kullanılarak numunelerin rölatif aşınma

dirençleri belirlenmiştir. Bu amaçla, deneyler sırasında en çok aşınan numune olan işlemsiz AISI P20 takım çeliğinin aşınma direnci 1 kabul edilmiştir. Daha sonra, rölatif aşınma direnci hesaplanacak numunelerin aşınma izi alan değerleri, işlemsiz AISI P20 takım çeliğinin alan değerine oranlanmıştır. İşlemsiz ve nitrürlenmiş takım çeliği numunelerin rölatif aşınma dirençlerini gösteren grafik Şekil 5.20’de verilmiştir.



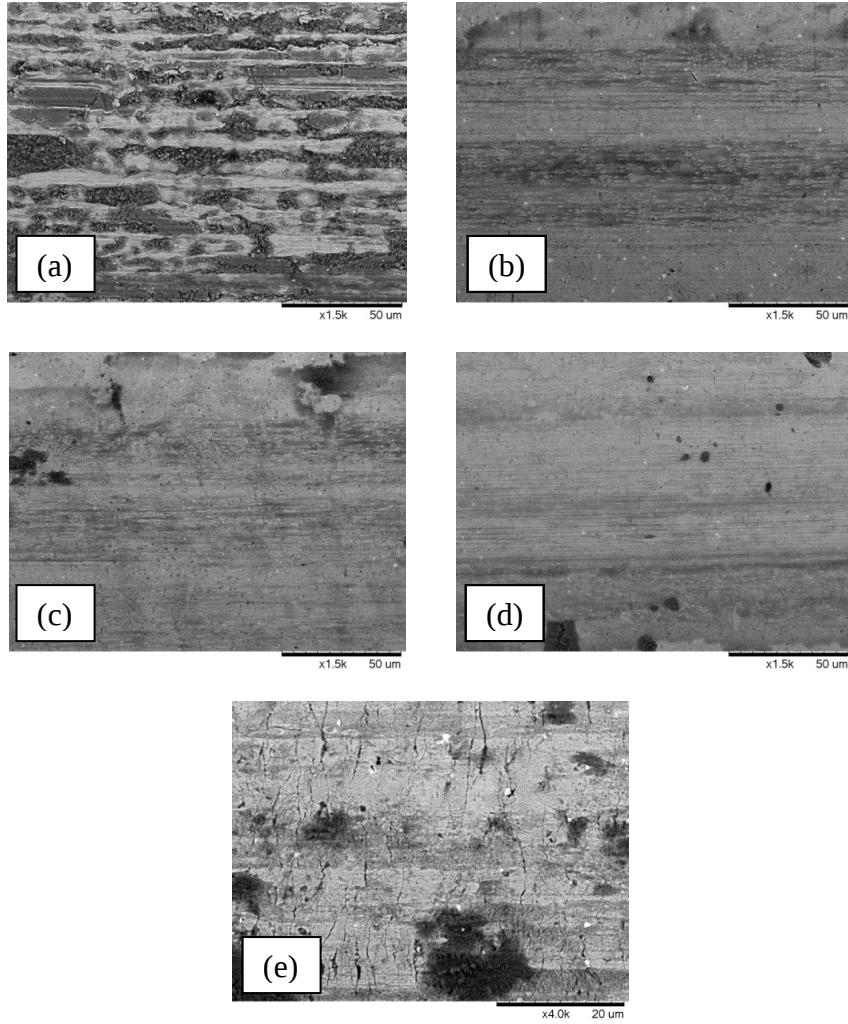
*Ön sertleştirme işlemi uygulanmamış

Şekil 5.20: İşlemsiz ve nitrürlenmiş takım çeliklerinin rölatif aşınma dirençleri.

Yapılan tüm aşınma deneyleri göz önünde tutulduğunda en iyi aşınma özelliklerinin genellikle 450°C’de 10 saat süre ile yapılan işlemler sonucu elde edildiği görülmektedir.

İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliği numunelerin aşınma davranışları incelendiğinde, en iyi aşınma dirençlerinin 375 ve 450°C’de yapılan işlemler ile kazanılmış olduğu görülmüştür. 450°C’de nitrürlenmiş numunenin çok iyi yapışma özellikleri göstermesi nedeni ile 375°C’de nitrürlenmiş numunenin ise yüzeyinde oluşan sert katı eriyik tabakası nedeni ile aşınma direncinin yüksek olduğu düşünülmektedir. Yüzeyinde katı eriyik tabakası oluşturulmuş bir başka numune olan 400°C’de nitrürlenmiş numunenin de aşınma direnci 375 ve 450°C’de kazanılan değerle yakındır. Bu numunelerinin aşınma izi profilleri ve aşınma izlerinin genel görünümünü gösteren SEM fotoğrafları EK C’de Şekil C.3’de verilmiştir. Aşınma deneyi sonuçları EK C’de Şekil C.4’de gösterilen aşınma bilyası fotoğrafları ile doğrulanmıştır.

İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinde oluşan aşınma izlerinin detaylı SEM fotoğrafları Şekil 5.21’de verilmiştir. SEM fotoğraflarının incelenmesiyle, işlemsiz numunenin oksidatif aşınma karakteristikleri gösterdiği, düşük sıcaklıklarda yapılan işlemlerde (375, 400, 450°C) sadece ince çizikler oluştuğu, 550°C’de yapılan işlemde ise oksidatif aşınma karakteristiklerinin yanı sıra kayma yönüne dik mikro çatlaklar oluştuğu görülmüştür.

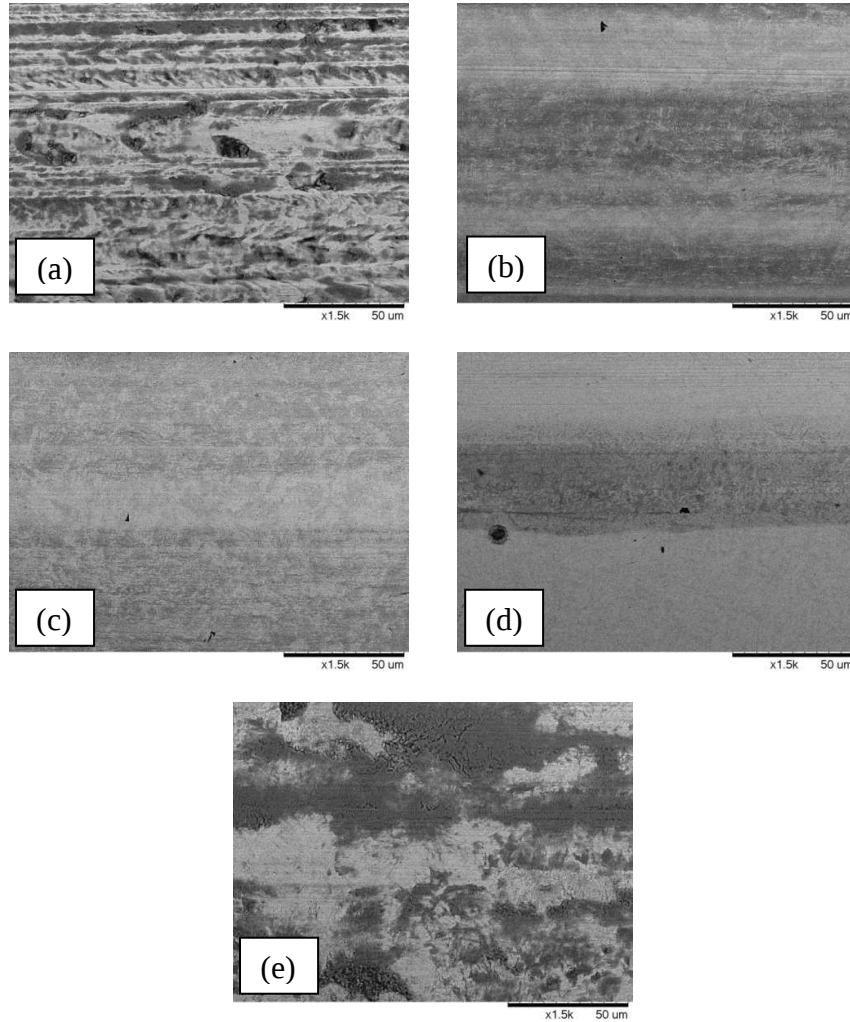


Şekil 5.21: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinde oluşan aşınma izlerinin detaylı SEM fotoğrafları; (a) işlemsiz, (b) 375°C, (c) 400°C, (d) 450°C, (e) 550°C.

İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI H13 takım çeliği numunelerin aşınma davranışları incelendiğinde, tüm nitrürlenmiş numunelerin, işlemsiz numuneye oranla aşınma dirençlerinin yüksek olduğu; bunun yanı sıra konvansiyonel nitrürlenme sıcaklığı olan 550°C yapılan işlem ile elde edilen aşınma direncinin, düşük sıcaklıklarda nitrürlenme ile elde edilenlerden düşük olduğu görülmüştür. Sertlik deneyleri sonucu en yüksek

sertlik deęerleri 375 ve 400°C’de elde edilmesine raęmen, CrN oluřunu tespit edilen 450°C sıcaklıkta yapılan nitrrleme iřlemi ile en yksek ařınma direncinin elde edilmesi, bu numunenin izik testinden tespit edildięi gibi yapıřma zelliklerinin ok iyi olmasından kaynaklanmaktadır. Bu numunelere ait ařınma izi profilleri ve ařınma izinin SEM fotoęrafları EK C’de řekil C.5’de verilmiřtir. Ayrıca, ařınma deneyinden elde edilen sonular EK C’de řekil C.6’da gsterilen ařınma bilyası fotoęrafları ile doęrulanmıřtır.

İřlemsiz ve nitrrlenmiř, n sertleřtirme iřlemi uygulanmıř AISI H13 takım eliklerinde oluřan ařınma izlerinin detaylı SEM fotoęrafları řekil 5.22’de verilmiřtir.

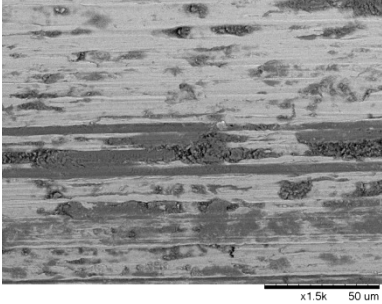
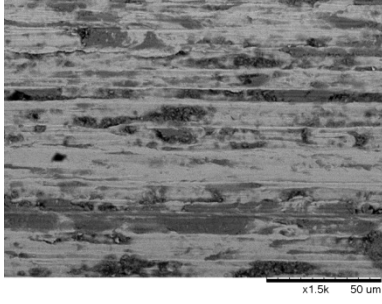
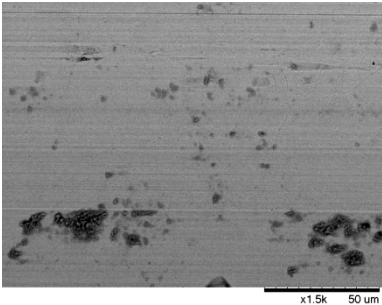
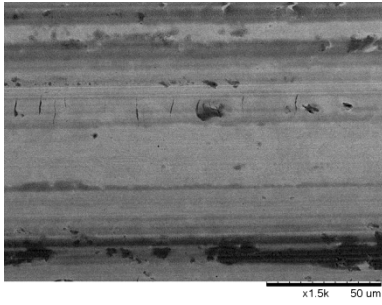
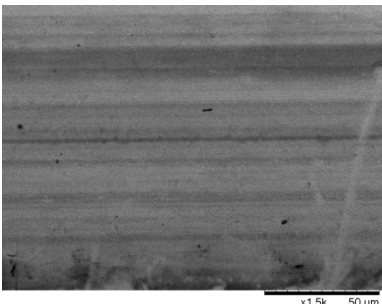
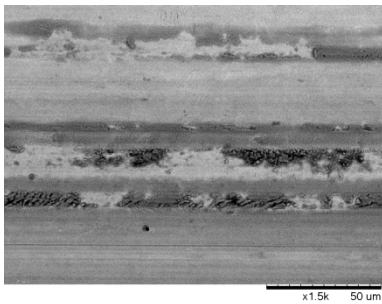
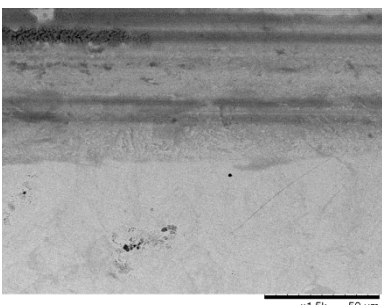
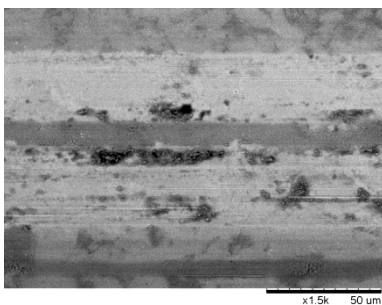
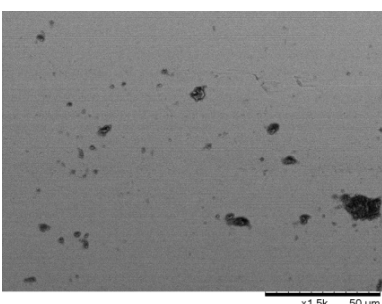
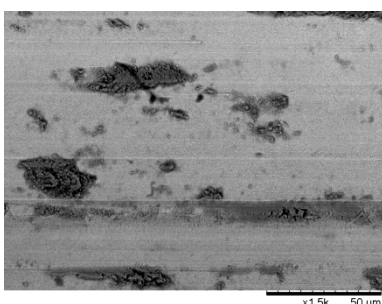


řekil 5.22: İřlemsiz ve nitrrlenmiř, n sertleřtirme iřlemi uygulanmıř AISI H13 takım eliklerinde oluřan ařınma izlerinin detaylı SEM fotoęrafları; (a) iřlemsiz, (b) 375°C, (c) 400°C, (d) 450°C, (e) 550°C.

Şekil 5.22'deki SEM fotoğraflarının incelenmesiyle, işlemsiz numunede oksidatif aşınma karakteristiklerinin yanı sıra bazı bölgelerde çatlamlar sonucu aşınma yüzeyinde kalkmalar görülmüştür. 375, 400, 450°C sıcaklıklarında nitrürlenmiş numunelerde ise ince çizikler dışında, oksidatif aşınma, plastik deformasyon, çatlaklar ve delaminasyon gibi oluşumlar gözlenmemiştir. 550°C'de nitrürlenmiş numunede ise oksidatif aşınma ve mikro çatlaklar gözlenmiştir. Oksidatif aşınma karakteristiği gösteren bölgeler aynı sıcaklıkta nitrürlenmiş ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliğine oranla daha fazla, oluşan çatlaklar ise daha azdır.

İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI P20 ve AISI L6 numunelerinin aşınma davranışları incelendiğinde, en yüksek aşınma direncinin yapışma özelliklerinin en iyi olduğu 450°C'de yapılan işlemler ile kazanıldığı tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra, 550°C'de yapılan işlemler ile her iki numunede, işlemsiz numuneye oranla daha az aşınma direnci göstermiştir yani daha fazla aşınmıştır. 550°C'de nitrürlenmiş numunelere yapılan çizik testi sonucu, çizik hattı boyunca adeziv hasar olan toparlanma parçalanmalarının tespiti, ayrıca Rockwell-C yapışma testi ile bu numunelerin yetersiz yapışma özellikleri gösterdiklerinin görülmesi bu sonucu desteklemektedir. Düşük sıcaklıklarda yapılan işlemlerde nitrürlenmiş tabakaların ince olması ve yüzey altı bölgelerde varlığı XRD paternleri ile kanıtlanan genişlemiş ferrit fazının bulunması, yüzey altında tok bir bölge oluşturmakta ve yapışma özelliklerini ve aşınma özelliklerini geliştirmektedir. Yüksek sıcaklıklarda yapılan işlemlerde ise genişlemiş ferrit fazının görülmemesi ve yüzeyde oluşan beyaz tabakanın kalın olması, bunun yanı sıra 550°C'de nitrürlenmiş AISI H13 numunelerinde görüldüğü gibi yüzey altı bölgede CrN fazının olduğu tok difüzyon bölgesi bulunmamasından dolayı bu numunelerin hem yapışma özellikleri hem de aşınma özellikleri düşüktür. İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI P20 ve AISI L6 takım çeliği numunelerine ait aşınma izi profilleri ve aşınma izlerinin SEM fotoğrafları EK C'de Şekil C7-C8'de verilmiştir. Ayrıca alümina bilya üzerindeki kalan izler EK C'de Şekil C.9-C.10'da gösterilmiştir.

İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 ve AISI L6 takım çeliklerinde oluşan aşınma izlerinin detaylı SEM fotoğrafları Şekil 5.23'de verilmiştir.

Numune	AISI P20	AISI L6
İşlemsiz		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

Şekil 5.23: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 ve AISI L6 takım çeliklerinde oluşan aşınma izlerinin detaylı SEM fotoğrafları.

AISI P20 takım çeliğinin aşınma izleri incelendiğinde, işlemsiz numunede oksidatif aşınma, düşük sıcaklıklarda yapılan işlemlerde ince çizikler gözlenmiştir. 550°C’de nitrürlenmiş numune yüzeyinde oluşan beyaz tabaka aşınma deneyi sırasında tamamen kalkmıştır. İlgili SEM fotoğrafında sadece beyaz tabaka altındaki azot difüzyon bölgesinde oluşan ince çizikler ve küçük oksidatif aşınma bölgeleri gözlenmiştir.

AISI L6 takım çeliklerinin aşınma izlerine bakıldığında, işlemsiz numunenin genel olarak oksidatif aşınma özellikleri gösterdiği; 375°C’de nitrürlenmiş numunede genellikle ince çiziklerin olduğu, bunun yanı sıra bazı bölgelerde kayma yönüne dik çatlakların ve oksidatif aşınma bölgelerinin bulunduğu; 400 ve 450°C sıcaklıklarında nitrürlenmiş numunelerde ise ince çiziklerin yanında az miktarda oksidatif aşınma bölgelerinin bulunduğu tespit edilmiştir. 550°C’de nitrürlenmiş numunede aynı sıcaklıkta nitrürlenmiş AISI P20 takım çeliği aşınma izine benzer sonuç elde edilmiştir, yani beyaz tabakanın tamamen kalkması söz konusudur.

5.4.2 AISI 316L paslanmaz çeliğinin aşınma deneyleri

İşlemsiz ve 420°C’de 4 saat süre ile nitrürlenmiş AISI 316L ostenitik paslanmaz çeliklerinin aşınma deneyleri sırasında kaydedilen sürtünme katsayılarını gösteren grafikler EK C’de Şekil C.11’de verilmiştir. Bu grafiklerden hesaplanan kararlı durum sürtünme katsayısı değerleri Çizelge 5.6’da verilmiştir. Kuru ortam şartlarında nitrürlenmiş numunenin sürtünme katsayısı değerleri işlemsiz numuneye göre daha yüksek; SBF ortamında ise daha düşüktür.

Çizelge 5.6: İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI 316L ostenitik paslanmaz çelik numunelerin kuru ve SBF ortamında elde edilen kararlı durum sürtünme katsayıları.

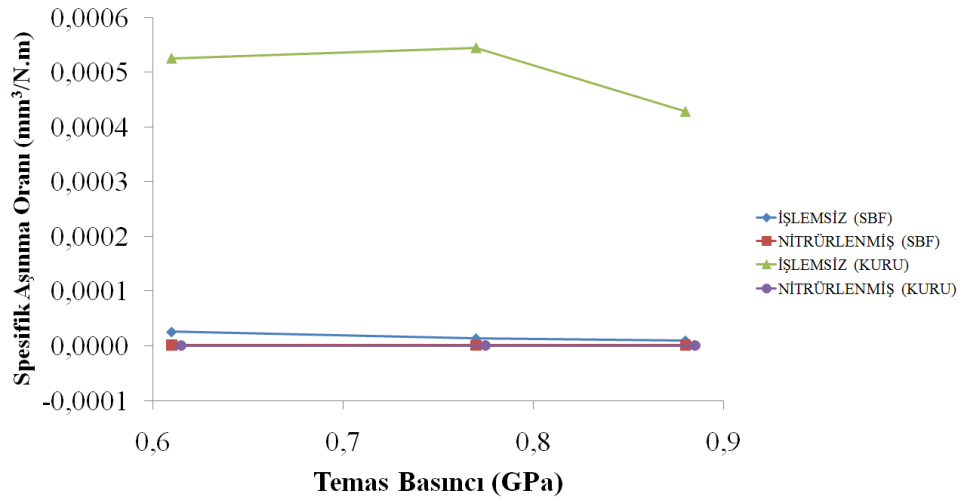
Kararlı Durum Sürtünme Katsayısı	Deney Yüğü		
	2N	4N	6N
Kuru ortam (İşlemsiz)	0,503	0,491	0,510
Kuru ortam (Nitrürlenmiş)	0,629	0,651	0,622
SBF ortamı (İşlemsiz)	0,494	0,438	0,432
SBF ortamı (Nitrürlenmiş)	0,348	0,362	0,351

Değişen temas basıncı (değişen aşınma yükü) ile, birim yük ve birim kayma mesafesinde aşınan malzeme hacminin ifadesi olan spesifik aşınma oranı arasındaki ilişki Şekil 5.24’de kuru ve SBF ortamları için verilmiştir.

Spesifik aşınma oranı (SAO) aşağıdaki formülle hesaplanmaktadır.

$$SAO = \frac{A.L}{F.D} \quad \left(\frac{mm^3}{N.m} \right) \quad (5.1)$$

(5.1) eşitliğindeki A, ortalama aşınma izi alanını (mm^2); L, aşınma izi uzunluğunu (mm); F, deney yükünü (N); D, kayma mesafesini (m) ifade etmektedir. Temas basıncı değerleri, alümina bilya ve paslanmaz çeliğin elastik özellikleri (elastisite modülü ve Poisson oranı) ve bilyanın yarıçapı kullanılarak bir program vasıtasıyla hesaplanmıştır [46].



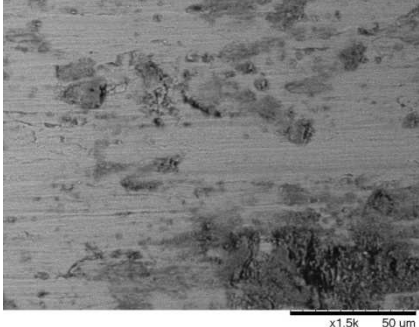
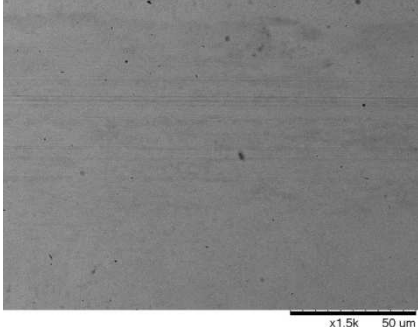
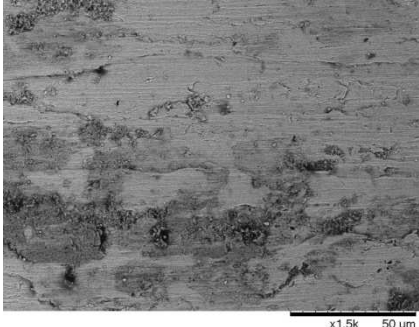
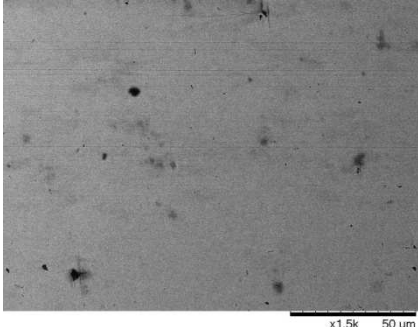
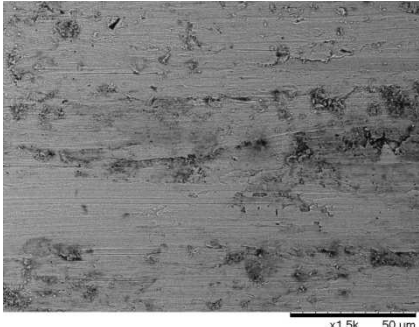
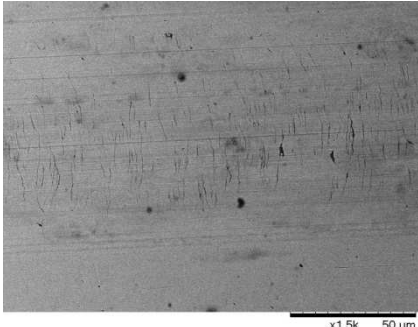
Şekil 5.24: Kuru ve SBF ortamlarında, vücut sıcaklığında yapılan aşınma deneyi sonucu elde edilen spesifik aşınma oranı-temas basıncı ilişkisi.

Kuru kayma koşullarında yapılan deneylerin sonuçları incelendiğinde; işlemsiz numunenin spesifik aşınma oranının, nitrürlenmiş numuneye oranla çok yüksek olduğu ve artan temas basıncı ile birlikte önce yaklaşık olarak aynı kaldığı daha sonra düştüğü görülmektedir. Bunun yanı sıra, nitrürlenmiş AISI 316L numunelerinin spesifik aşınma oranları çok düşük ve hemen hemen temas basıncından bağımsızdır.

SBF ortamında yapılan deneyler sonucu ise, işlemsiz numunenin spesifik aşınma oranının, nitrürlenmiş numuneye oranla yüksek olduğu ve artan temas basıncı ile birlikte az miktar azalma gösterdiği görülmektedir. Nitrürlenmiş numunenin spesifik

aşınma oranı ise, kuru kayma koşulları gibi temas basıncından neredeyse bağımsızdır. İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI 316L paslanmaz çeliklerinin aşınma izi profilleri ve aşınma izinin SEM fotoğrafları kuru ve SBF ortamında yapılan deneyler için EK C’de Şekil C.12-C.13’de; kuru ortamda yapılan testler sonucu aşınma bilyası üzerinde oluşan izler ise Şekil C.14’de verilmiştir.

Kuru ortamda yapılan aşınma deneyleri sonucu, aşınma izlerinin SEM ile detaylı incelenmesi sonucu elde edilen fotoğraflar Şekil 5.25’de verilmiştir.

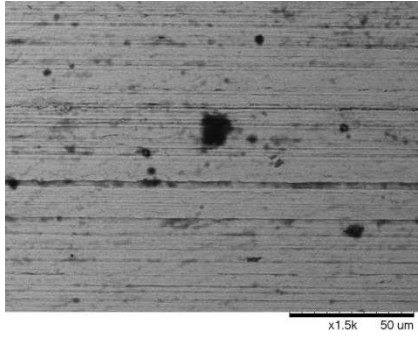
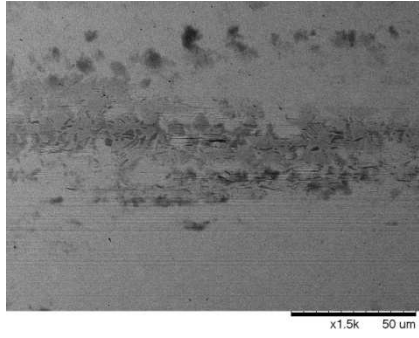
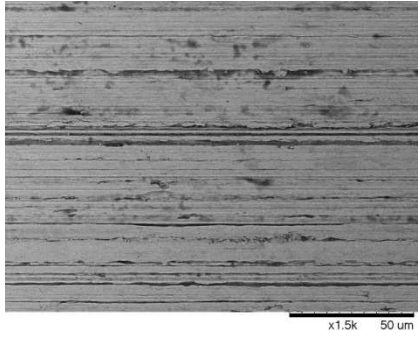
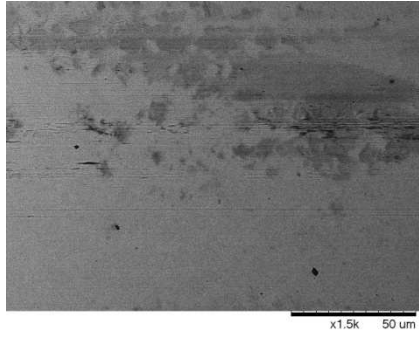
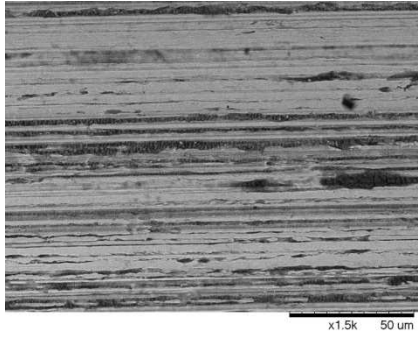
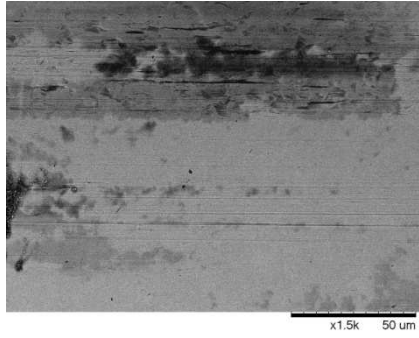
Deney Yüğü	İşlemsiz	Nitrürlenmiş
2N		
4N		
6N		

Şekil 5.25: Kuru ortamda yapılan aşınma deneyleri sonucu oluşan izlerin SEM fotoğrafları.

İşlemsiz numuneye 2N yük altında yapılan deney sonucu aşınma izinin oksidatif karakteristik gösterdiği; 4N ve 6N yük altında ise oksidatif aşınmanın yanında, adeziv aşınma özelliklerinin de görüldüğü tespit edilmiştir. Artan deney yükü ile adeziv aşınma karakteristiği göstermesi nedeniyle, aşınmanın şiddeti düşmüş ve spesifik

aşınma oranı önce sabit kalıp daha sonra düşme eğilimi göstermiştir. Nitrürlenmiş numunede, 2N ve 4N’da ince çizikler, 6N’da ise kayma yönüne dik çatlaklar oluştuğu belirlenmiştir.

SBF ortamında yapılan aşınma testleri sonucu, numune yüzeyinde oluşan aşınma izlerinin detaylı SEM fotoğrafları Şekil 5.26’da verilmiştir. İşlemsiz numunelerde kayma yönünde yoğun olarak mikro kazımlar görülmüş ve bunlar nitrürlenmiş numunelerde önemli oranda azalmıştır.

Deney Yüğü	İşlemsiz	Nitrürlenmiş
2N		
4N		
6N		

Şekil 5.26: SBF ortamında yapılan aşınma deneyleri sonucu oluşan izlerin SEM fotoğrafları.

6. GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada, akışkan yatak tipi fırında uygulanan nitrürleme işleminin AISI H13, AISI P20 ve AISI L6 takım çelikleri ile AISI 316L ostenitik paslanmaz çeliğin yüzey özellikleri, aşınma ve korozyon dirençlerine etkileri incelenmiştir. Yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

1. Ön sertleştirme uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinin yüzey bölgelerinde, 375 ve 400°C’de az miktar demir nitrür çökeltileriyle birlikte genişlemiş ferrit fazı, 450°C’de genişlemiş ferrit fazına ek olarak ϵ -Fe₂₋₃N ve CrN fazları, 550°C’de ise ϵ -Fe₂₋₃N, γ^1 -Fe₄N ve CrN fazları oluşmuştur. Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliğinde, 375 ve 400°C’de ϵ -Fe₂₋₃N fazından, 450 ve 550°C’de ise ϵ -Fe₂₋₃N, γ^1 -Fe₄N ve CrN fazlarından oluşan tabakalar meydana gelmiştir. Uygulanan nitrürleme işlemiyle, AISI P20 takım çeliğinin yüzeyinde, 375°C’de genişlemiş ferrit fazı ile birlikte az miktarda demir nitrür çökeltileri; 400, 450 ve 550°C’de ise ϵ -Fe₂₋₃N, γ^1 -Fe₄N fazları oluşmuştur. Ayrıca, 450°C’de yapılan işlemde genişlemiş ferrit fazının varlığı tespit edilmiştir. AISI L6 takım çeliğinde ise bütün sıcaklıklarda ϵ -Fe₂₋₃N, γ^1 -Fe₄N fazları ve bunlara ek olarak 375 ve 450°C’de genişlemiş ferrit fazları belirlenmiştir. İşlem sıcaklığı arttıkça nitrürlenmiş tabaka kalınlıklarının arttığı görülmüştür. Ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinde elde edilen tabaka kalınlıkları 6–150 μ m, ön sertleştirilmiş AISI H13 takım çeliklerinde 18–154 μ m, AISI P20 takım çeliklerinde 4–16 μ m, AISI L6 takım çeliklerinde ise 8–25 μ m arasında değişmektedir.
2. Rockwell C ve çizik testleri sonuçlarına göre en iyi yüzey özellikleri 450°C’de nitrürleme sonrasında elde edilmiştir. Bu sıcaklıkta nitrürleme işlemi ile elde edilen sertlikler, ön sertleştirme uygulanmamış AISI H13 için 1333 HV, ön sertleştirme uygulanmış AISI H13 için 1277 HV, AISI P20 için 1132 HV, AISI L6 için ise 1233 HV değerlerindedir.

3. Korozyon deneyleri sonucu, nitr rl nmiř numunelerin korozyon diren lerinin iřlemsiz duruma g re  nemli oranda arttıđı g r lm řt r. Ancak bu artıř, 550 C’de nitr rl nen AISI P20 ve AISI L6 takım  eliklerinde sınırlıdır.
4. Ařınma deneyleri sonucunda, nitr rl nmiř numunelerin ařınma  zelliklerinin, iřlemsiz numunelere nazaran genellikle geliřtiđi; bunun yanı sıra en iyi ařınma direncinin, yapıřma  zelliklerinin de en iyi olduđu 450 C’de yapılan iřlemler ile elde edildiđi g r lm řt r. 550 C’de nitr rl nen AISI P20 ve AISI L6 takım  eliklerinin ařınma diren leri ise iřlemsiz durumdan daha k t d r.
5.  alıřma kapsamında yapılan, d ř k sıcaklıkta nitr rleme iřlemiyle sertlik, korozyon direnci gibi  zellikleri geliřtirilmiř AISI 316L ostenitik paslanmaz  eliđe uygulanan ařınma testleri sonucu; nitr rl nmiř numunelerin ařınma diren lerinin hem kuru hem de SBF ortamında  nemli oranda geliřtiđi, nitr rl nmiř numunelerin spesifik ařınma oranlarının her iki ortamda da temas basıncından bađımsız olduđu sonucuna varılmıřtır.

KAYNAKLAR

- [1] **Akhtar, S. S., Arif, A. F. M., Yilbas, B. S.,** 2010. Evaluation of Gas Nitriding Process with in-process Variation of Nitriding Potential for AISI H13 Tool Steel, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **47**, 687–698.
- [2] **Castro, G., Fernandez-Vicente, A., Cid, J.,** 2007. Influence of the Nitriding Time in the Wear Behaviour of an AISI H13 Steel During a Crankshaft Forging Process, *Wear*, **263**, 1375–1385.
- [3] **Roberts, G., Krauss, G., Kennedy, R.,** 1998. Tool Steels 5th edition, *ASM International*, USA.
- [4] **Davis, J. R.,** 2002. Surface Hardening of Steels: Understanding The Basics, *ASM International*, USA.
- [5] **Çelik, Ö.,** 2010: Paslanmaz Çeliklere Uygulanan Düşük Sıcaklık Nitürleme İşleminin Mekanik ve Korozyon Özelliklerine Etkisi, *Doktora Tezi*, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [6] **Metals Handbook Volume 1.** Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys, *ASM International*, Tenth Edition, USA.
- [7] **Krauss, G.,** 2005. Steels: Processing, Structure, and Performance, *ASM International*, USA.
- [8] **Pye, D.,** 2003. Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing, *ASM International*, USA.
- [9] **Liapina, T.,** 2005. Phase Transformations in Interstitial Fe-N Alloys, *PhD. Thesis*, University of Stuttgart Max-Planck Institute for Metals Research, Stuttgart.
- [10] **Totten, G. E.,** 2007. Steel Heat Treatment Metallurgy and Technologies 2nd edition, *Taylor and Francis Group*,
- [11] **Metals Handbook Volume 4.** Heat Treating, *ASM International*, USA.
- [12] **Tsipas, D. N., Flitris, Y.,** 2000. Surface Treatments in Fluidized Bed Reactors, *Journal of Materials Science*, **35**, 5493–5496.
- [13] **Türk, A., Ok, O., Bindal, C.,** 2005. Structural Characterization of Fluidized Bed Nitrided Steels, *Vacuum*, **80**, 332–342.
- [14] **Buhagiar, J.,** 2010. 25 years of S-phase, *Surface Engineering*, **26**, 229-232.
- [15] **Sun, Y., Bell, T.,** 1998. Sliding Wear Characteristics of Low Temperature Plasma Nitrided 316 Austenitic Stainless Steel, *Wear*, **218**, 34-42.

- [16] **Devi, M. U., Mohanty, O. N.,** 1998. Plasma Nitriding of Tool Steels for Combined Percussive Impact and Rolling Fatigue Wear Applications, *Surface and Coatings Technology*, **107**, 55–64.
- [17] **Menthe, E., Bulak, A., Olfe, J., Zimmermann, A., Rie, K.-T.,** 2000. Improvement of the Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steel after Plasma Nitriding, *Surface and Coatings Technology*, **133–134**, 259–263.
- [18] **Salas, O., Oseguera, J., Garci, N., Figueroa, U.,** 2001. Nitriding of an H13 Die Steel in a Dual Plasma Reactor, *Journal of Materials Engineering and Performance*, **10**, 649–655.
- [19] **Nosei, L., Avalos, M., Gomez, B. J., Nachez, L., Feugeas, J.,** 2004. Stability under Temperature of Expanded Austenite Developed on Stainless Steel AISI 316L by Ion Nitriding, *Thin Solid Films*, **468**, 134–141.
- [20] **Corengia, P., Ybarra, G., Moina, C., Cabo, A., Broitman, E.,** 2004. Microstructure and Corrosion Behaviour of DC-Pulsed Plasma Nitrided AISI 410 Martenzitic Stainless Steel, *Surface and Coatings Technology*, **187**, 63–69.
- [21] **Ueda, M., Leandro, C., Reuther, H., Lepienski, C. M.,** 2005. Plasma Immersion Ion Implantation of Nitrogen into H13 Steel under Moderate Temperatures, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, **B 204**, 204–207.
- [22] **Zagonel, L. F., Figueroa, C. A., Droppa, R., Alvarez, F.,** 2006. Influence of the Process Temperature on the Steel Microstructure and Hardening in Pulsed Plasma Nitriding, *Surface and Coatings Technology*, **201**, 452–457.
- [23] **Mingolo, N., Tschiptschin, A. P., Pinedo, C.E.,** 2006. On the Formation of Expanded Austenite During Plasma Nitriding of an AISI 316L Austenitic Stainless Steel, *Surface and Coatings Technology*, **201**, 4215–4218.
- [24] **Silva, L. L. G., Ueda, M., Nakazato, R. Z.,** 2007. Enhanced Corrosion Resistance of AISI H13 Steel Treated by Nitrogen Plasma Immersion Ion Implantation, *Surface and Coatings Technology*, **201**, 8291–8294.
- [25] **Saklakoğlu, N.,** 2007. Characterization of Surface Mechanical Properties of H13 Steel Implanted by Plasma Immersion Ion Implantation, *Journal of Materials Processing Technology*, **189**, 367–373.
- [26] **Li, G-J., Peng, Q., Li, C., Wang, Y., Gao, Jian, Chen, S-Y., Wang, J., Shen, B-L.,** 2008. Effect of DC Plasma Nitriding Temperature on Microstructure and Dry-Sliding Wear Properties of 316L Stainless Steel, *Surface and Coatings Technology*, **202**, 2749–2754.
- [27] **Silva, L. L. G., Ueda, M., Mello, C. B., Codaro, E. N., Lepienski, C. M.,** 2008. Effects of the High Temperature Plasma Immersion Ion Implantation (PIII) of Nitrogen in AISI H13 Steel, *Journal of Materials Science*, **43**, 5989–5997.

- [28] **Basso, R. L. O., Pastore, H. O., Schmidt, V., Baumvol, I. J. R., Abarca, S. A. C., Souza, F. S., Spinelli, A., Figueroa, C. A., Giacomelli, C.,** 2010. Microstructure and Corrosion Behaviour of Pulsed Plasma-Nitrided AISI H13 Tool Steel, *Corrosion Science*, **52**, 3133–3139.
- [29] **Leite, M. V., Figueroa, C. A., Gallo, S. C., Rovani, A. C., Basso, R. L. O., Mei, P. R., Baumvol, I. J. R., Sinatora, A.,** 2010. Wear Mechanisms and Microstructure of Pulsed Plasma Nitrided AISI H13 Tool Steel, *Wear*, **269**, 466–472.
- [30] **Fossati, A., Borgioli, F., Galvanetto, E., Bacci, T.,** 2005. Corrosion Resistance Properties of Glow-Discharge Nitrided AISI 316L Austenitic Stainless Steel in NaCl Solutions, *Corrosion Science*, **48**, 1513-1527.
- [31] **Ochoa, E.A., Figueroa, C.A.,** 2008. Influence of the Microstructure on Steel Hardening in Pulsed Plasma Nitriding, *Journal of Vacuum Science and Technology A*, **26(3)**, 328-332.
- [32] **Blawert, C., Mordike, B. L., Rensch, U., Oettel, H.,** 2001. The Effect of HV in the Nitriding of Ferritic Steels by Plasma Immersion Ion Implantation, *Surface and Coatings Technology*, **142–144**, 376–383.
- [33] **Lin, J. F., Chen, K. W., Xie, J. Q., Wei, C. C., Chung, J. C., Li, M. Y., Ai, C. F.,** 2007. Effects of Implantation Temperature and Volume Flow Rate Ratio of Nitrogen and Hydrogen on Nitrogen Concentration Distribution, Mechanical Properties, Fatigue Life, Fracture Toughness, and Tribological Behavior of Plasma-Nitrided P20, 718 and 420 Steels, *Surface and Coatings Technology*, **201**, 5912-5924.
- [34] **Gerth, J., Wiklund, U.,** 2008. The Influence of Metallic Interlayers on the Adhesion of PVD TiN Coatings on High-Speed Steel, *Wear*, **264**, 885-892.
- [35] **Kumar, C. H. R. V., Nair, P. K., Ramamoorthy, B.,** 2008. Characterization of Multilayer PVD Nanocoatings Deposited on Tungsten Carbide Cutting Tools, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **38**, 622–629.
- [36] **Ollendorf, H., Schneider, D.,** 1999. A Comparative Study of Adhesion Test Methods for Hard Coatings, *Surface and Coatings Technology*, **133**, 86–102.
- [37] **Recco, A. A. C., Oliveria, I. C., Massi, M., Maciel, H. S., Tschiptschin, A. P.,** 2007. Adhesion of Reactive Magnetron Sputtered TiN_x and TiC_y Coatings to AISI H13 Tool Steel, *Surface and Coatings Technology*, **202**, 1078–1083.
- [38] **Piana, L. A., Perez, E. A., Souza, R. M., Kunrath, A. O., Strohaecker, T. R.,** 2005. Numerical and Experimental Analyses on the Indentation of Coated Systems with Substrates with Different Mechanical Properties, *Thin Solid Films*, **491**, 197–203.
- [39] **Pachler, T., Souza, R. M., Tschiptschin, A. P.,** 2007. Finite Element Analysis of Peak Stresses Developed During Indentation of Ceramic Coated Steels, *Surface and Coatings Technology*, **202**, 1098–1102.

- [40] **Vidakis, N., Antoniadis, A., Bilalis, N.,** 2003. The VDI 3198 Indentation Test Evaluation of a Reliable Qualitative Control for Layered Compounds, *Journal of Materials Processing Technology*, **143–144**, 481–485.
- [41] **Taktak, S., Tasgetiren, S.,** 2005. Identification of Delamination Failure of Boride Layer on Common Cr-Based Steels, *Journal of Materials Engineering and Performance*, **15**, 570–574.
- [42] **Chen, C-C., Hong, F. C-N.,** 2005. Interfacial Studies for Improving the Adhesion of Diamond-Like Karbon Films on Steel, *Applied Surface Science*, **243**, 296–303.
- [43] **Burnett, P. J. and Rickerby, D. S.,** 1987. The Relationship Between Hardness and Scratch Adhesion, *Thin Solid Films*, **154**, 403–416.
- [44] **Bull, S. J.,** 1997. Failure Mode Maps in the Thin Film Scratch Adhesion Test, *Tribology International*, **30**, 491–498.
- [45] **ASTM-C1624–05,** 2010. Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing, *American Society for Testing and Materials*, United States.
- [46] **Url-1** <http://www.tribology-abc.com/calculators/e2_1.htm>, alındığı tarih 26.04.2011

EKLER

EK A: CMC Sertlik Deneyi

EK B: Çizik Deneyi

EK C: Aşınma Deneyi

EK A

İşlem Sıcaklığı	Yük-Penetrasyon Derinliği Grafiği	Sertlik İzi
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

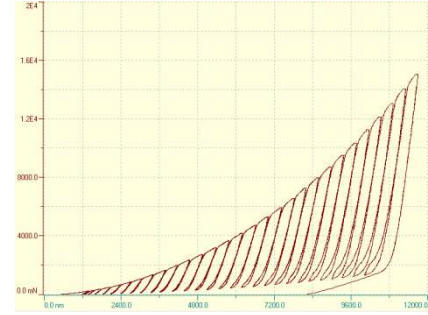
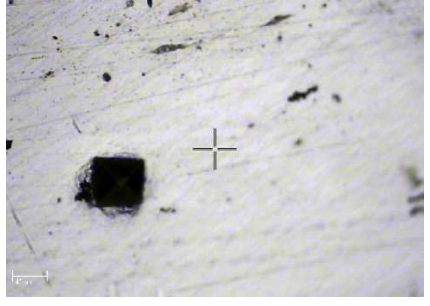
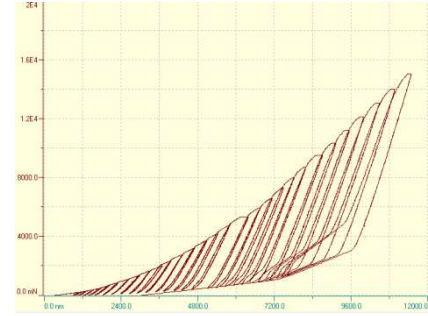
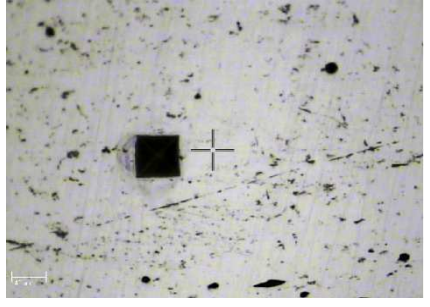
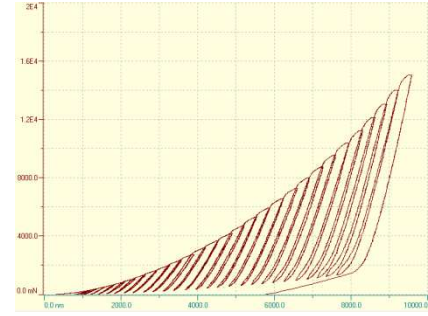
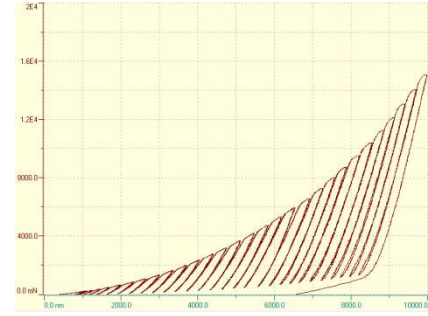
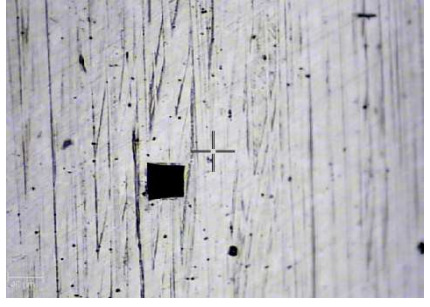
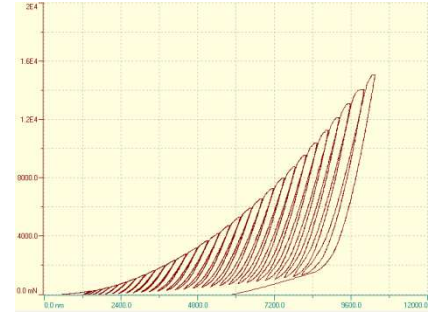
Şekil A.1: Ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerine ait CMC sertlik deneyi eğrileri ve sertlik izleri.

İşlem Sıcaklığı	Yük-Penetrasyon Derinliği Grafiği	Sertlik İzi
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

Şekil A.2: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerine ait CMC sertlik deneyi eğrileri ve sertlik izleri.

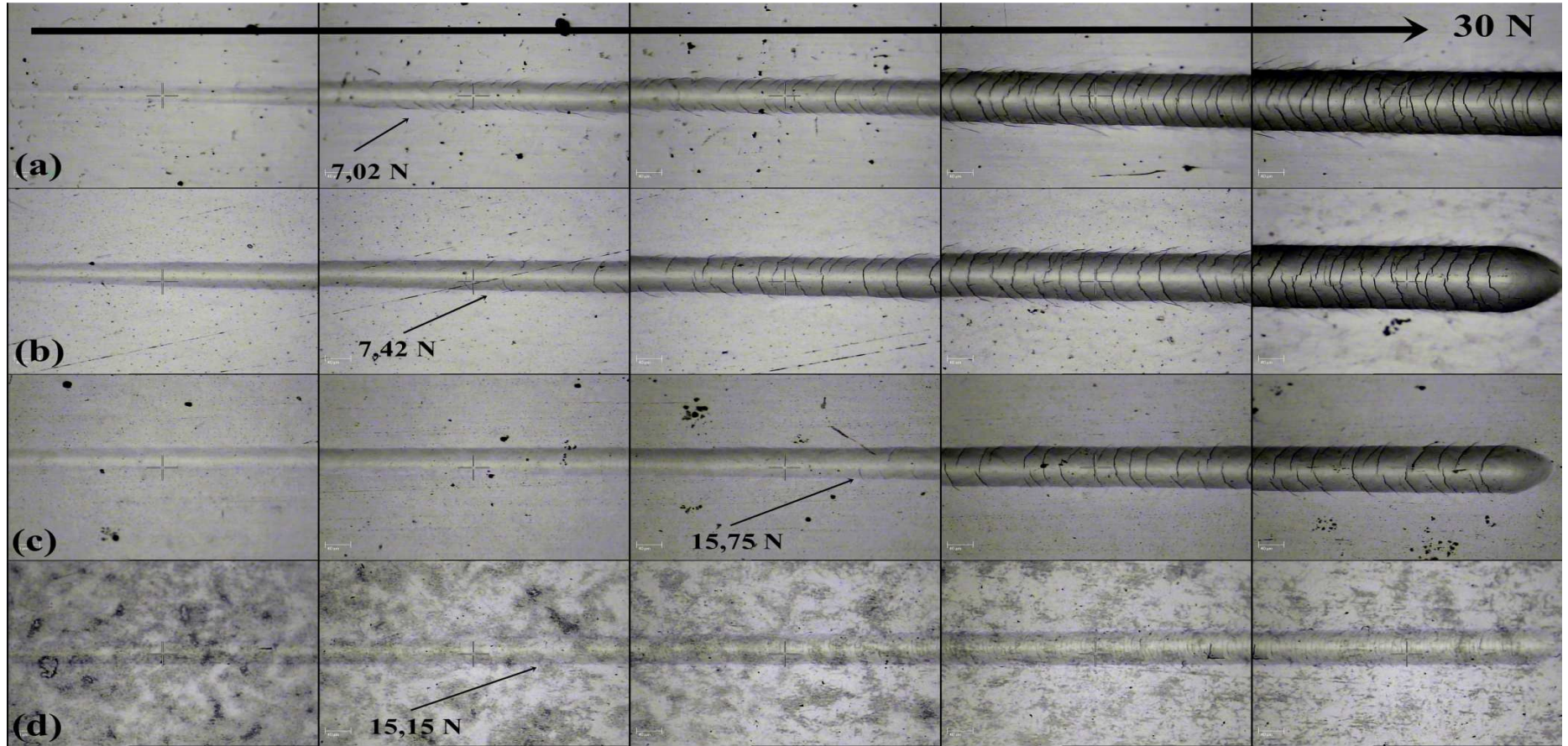
İşlem Sıcaklığı	Yük-Penetrasyon Derinliği Grafiği	Sertlik İzi
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

Şekil A.3: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliklerine ait CMC sertlik deneyi eğrileri ve sertlik izleri.

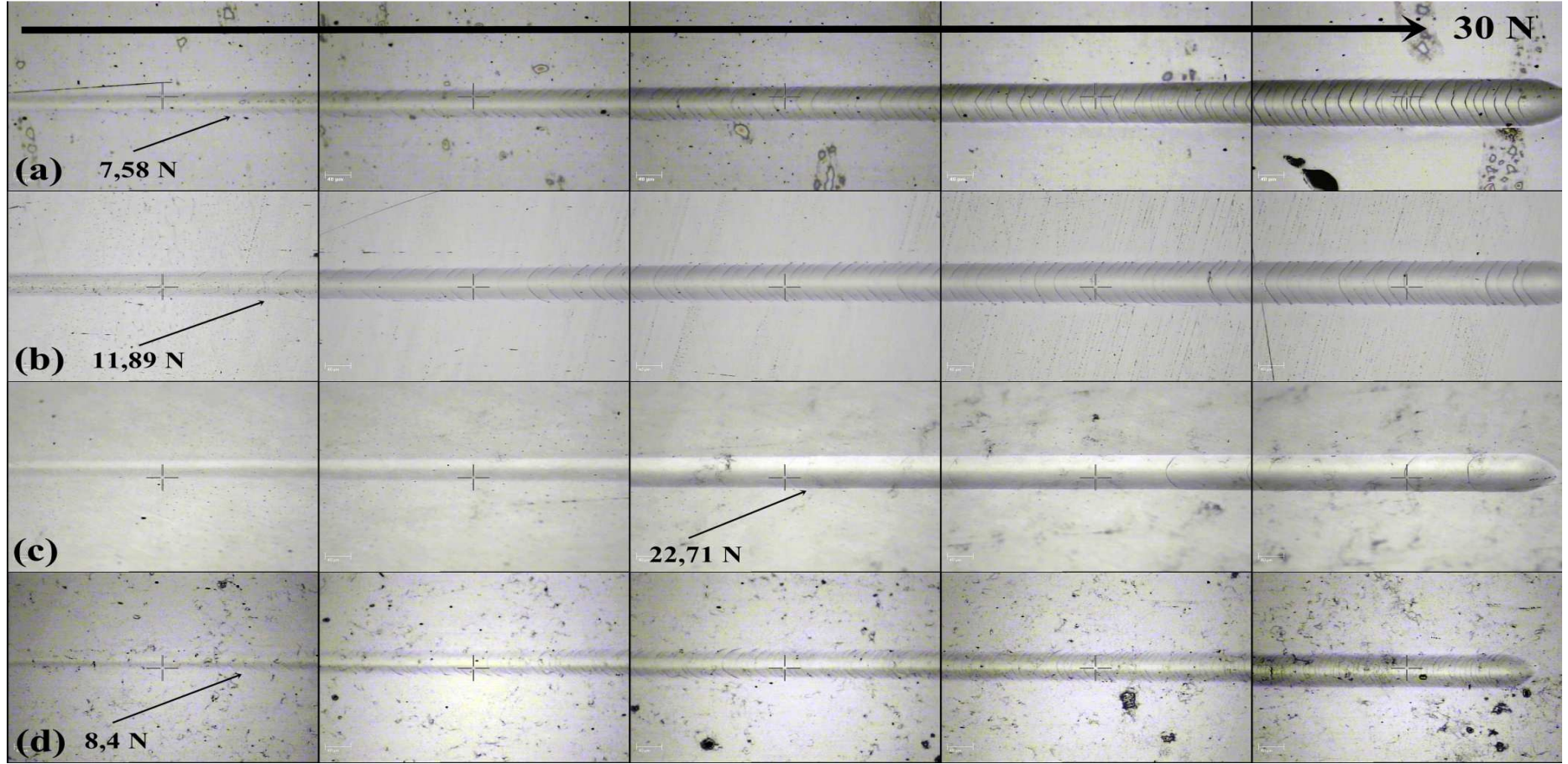
İşlem Sıcaklığı	Yük-Penetrasyon Derinliği Grafiği	Sertlik İzi
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

Şekil A.4: Ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliklerine ait CMC sertlik deneyi eğrileri ve sertlik izleri.

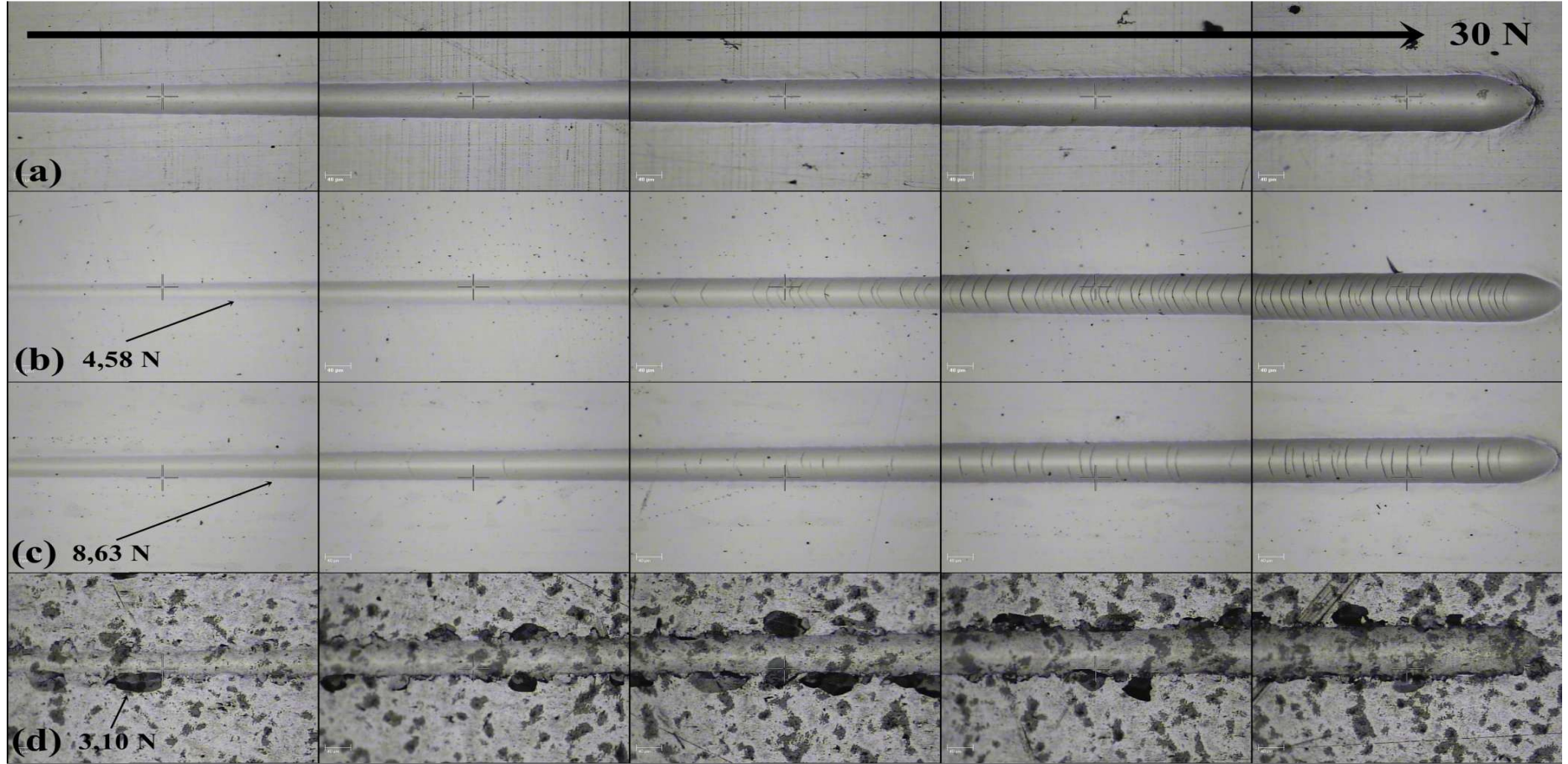
EK B



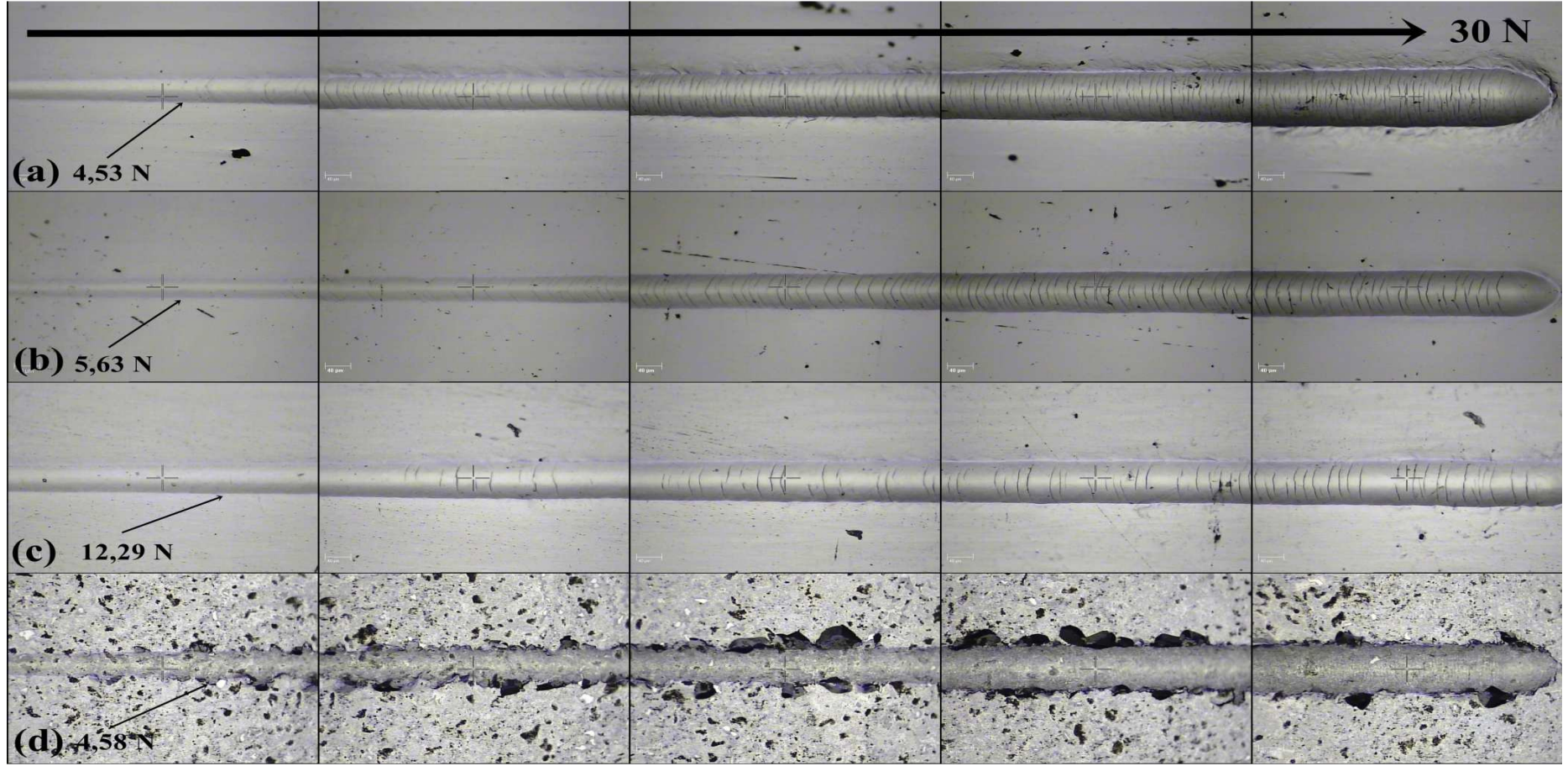
Şekil B.1: Nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliklerinde çizik hattı boyunca meydana gelen hasarlar, (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C.



Şekil B.2: Nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliklerinde çizik hattı boyunca meydana gelen hasarlar, (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C.

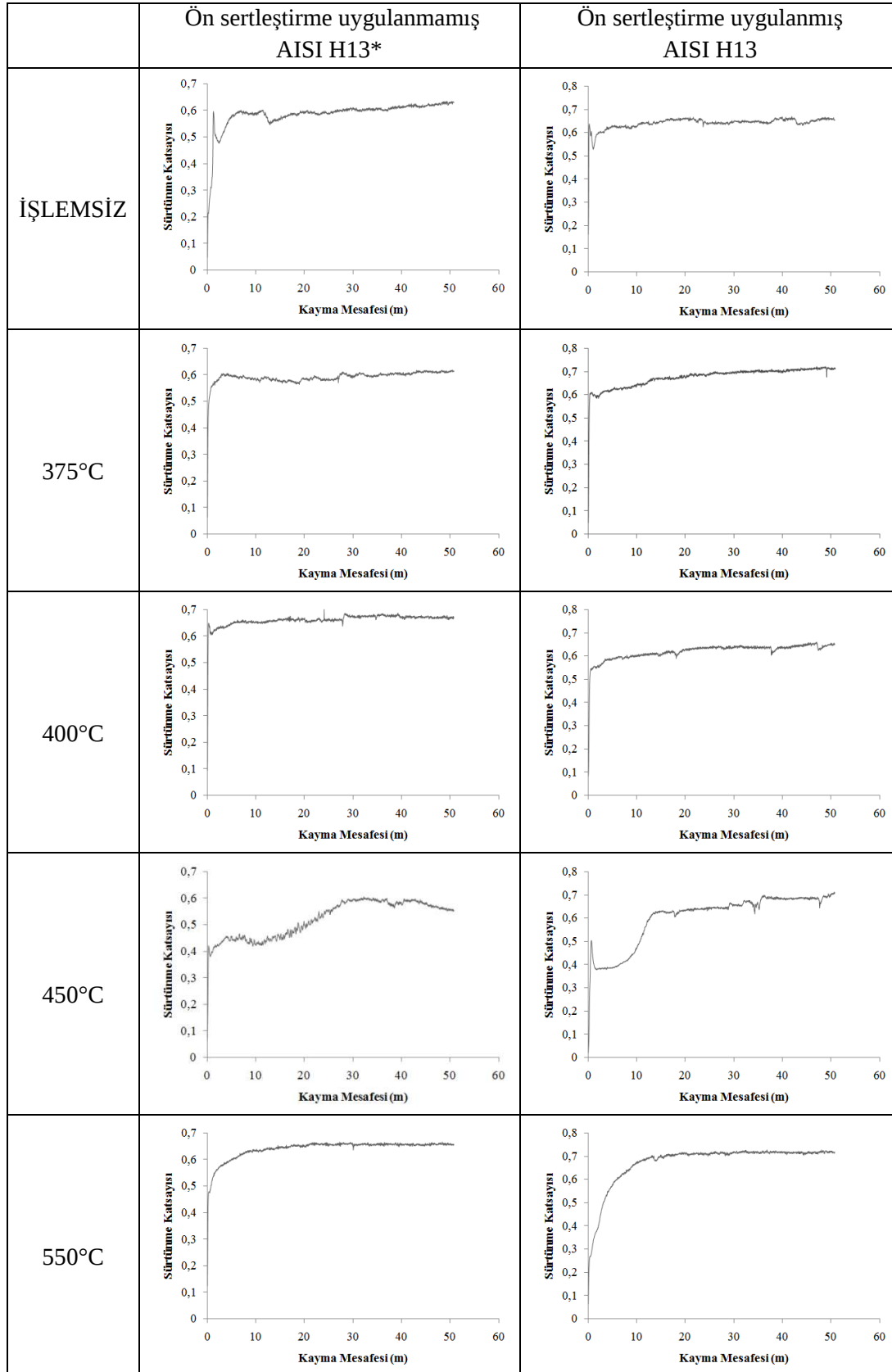


Şekil B.3: Nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliklerinde çizik hattı boyunca meydana gelen hasarlar, (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C.

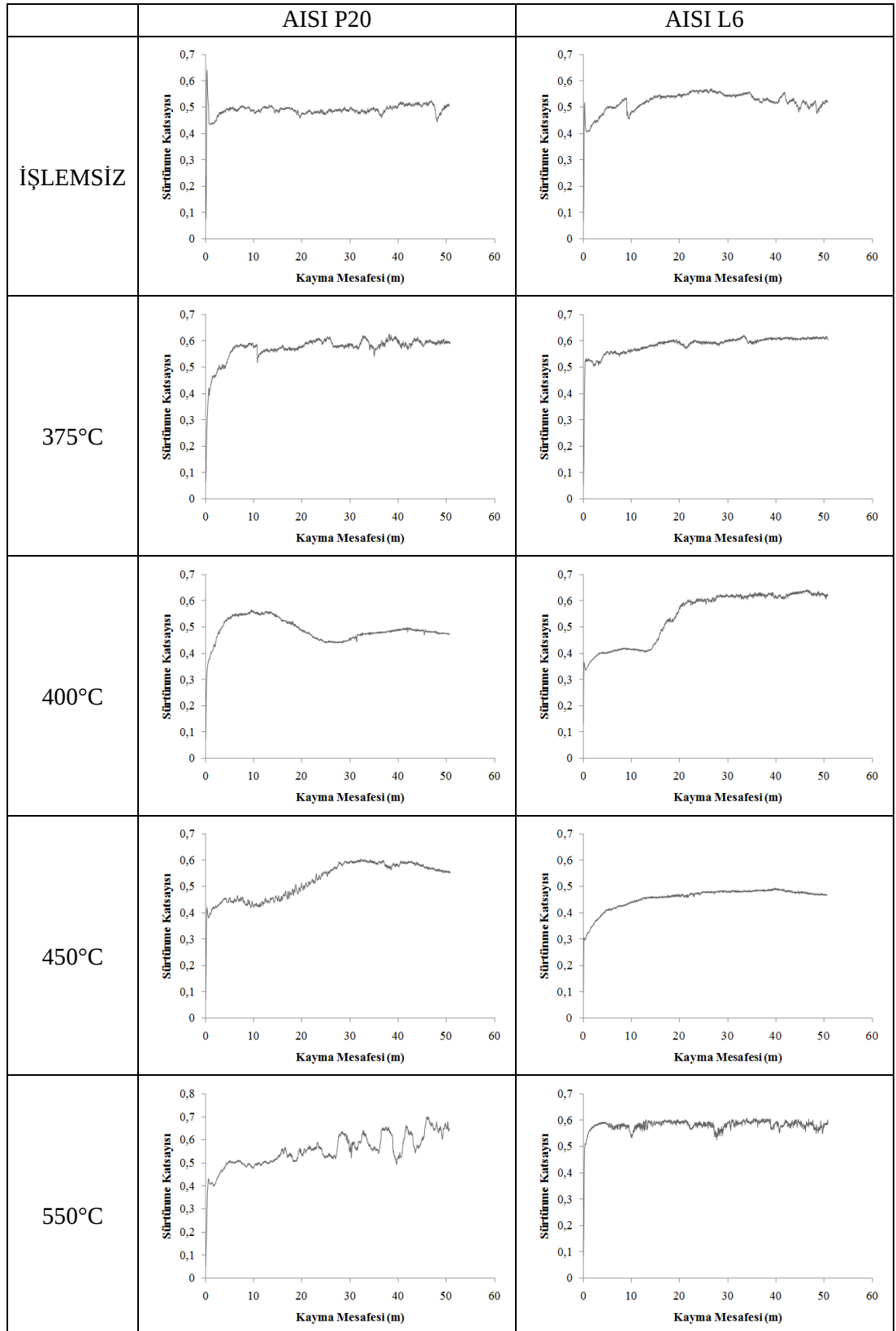


Şekil B.4: Nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliklerinde çizik hattı boyunca meydana gelen hasarlar, (a) 375°C, (b) 400°C, (c) 450°C, (d) 550°C.

EK C



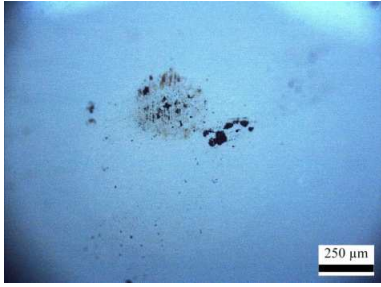
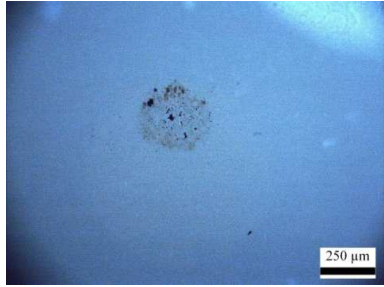
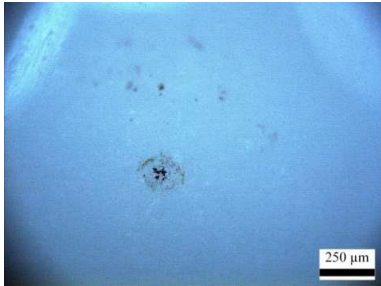
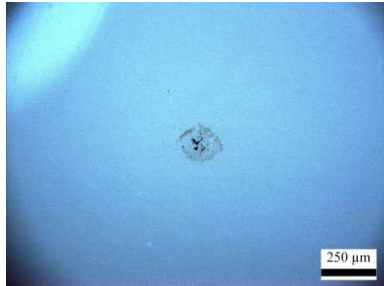
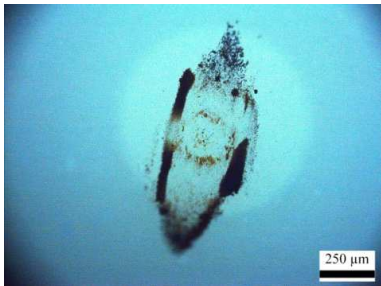
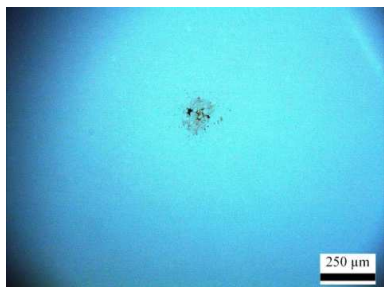
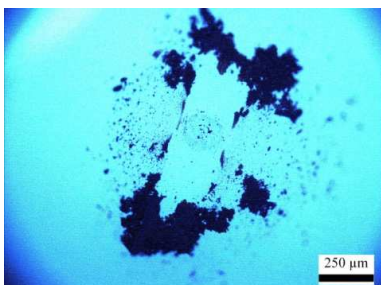
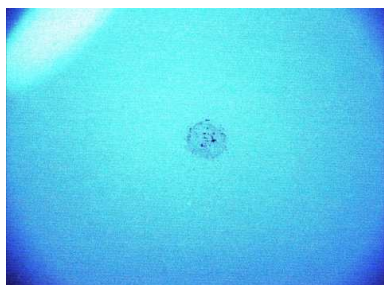
Şekil C.1: İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI H13* ve AISI H13 takım çeliklerinin sürtünme katsayısı grafikleri.



Şekil C.2: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme uygulanmış AISI P20 ve AISI L6 takım çeliklerinin sürtünme katsayısı grafikleri.

NİTRÜRLEME SICAKLIĞI	AŞINMA İZİ PROFİLİ	AŞINMA İZİ FOTOĞRAFI (SEM)
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

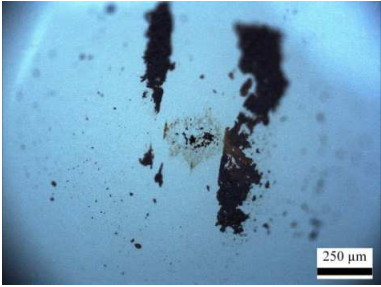
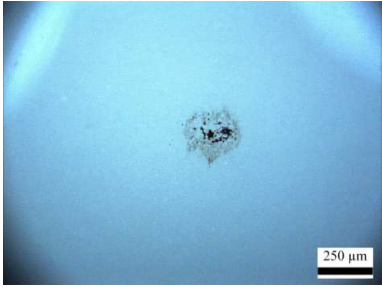
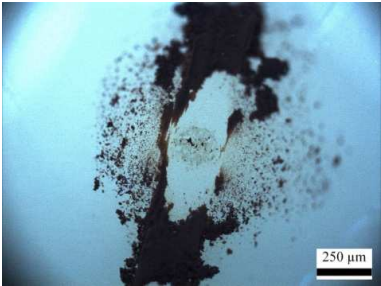
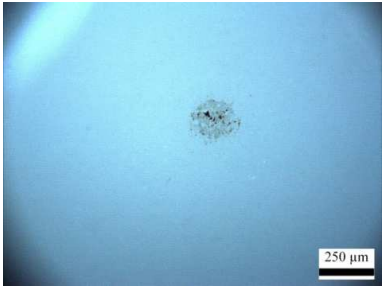
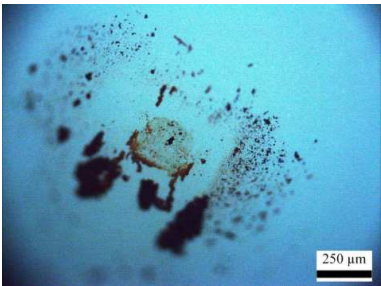
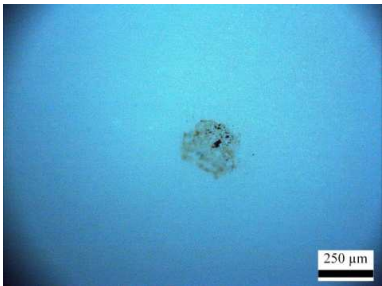
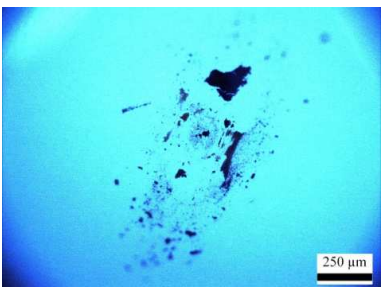
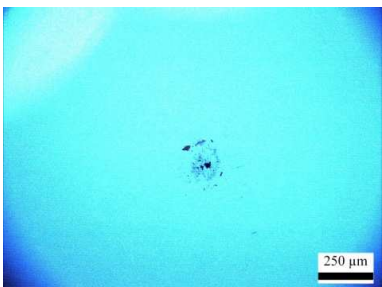
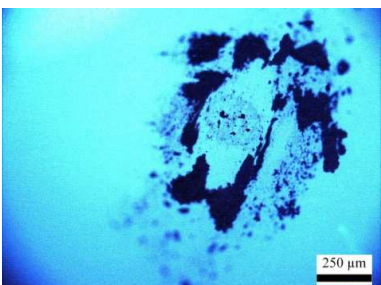
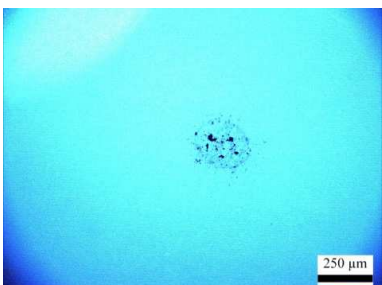
Şekil C.3: İşlemsiz ve nitrülenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliği numunelerinin aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları.

İŞLEM SICAKLIĞI	BİLYADA OLUŞAN İZ (KİRLİ)	BİLYADA OLUŞAN İZ (TEMİZ)
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

Şekil C.4: İşlemsiz ve nitrülenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmamış AISI H13 takım çeliği numunelerinin aşınma testi sonucu bilya üzerinde oluşan izler.

NİTRÜRLEME SICAKLIĞI	AŞINMA İZİ PROFİLİ	AŞINMA İZİ FOTOĞRAFI (SEM)
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

Şekil C.5: İşlemsiz ve nitrülenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliği numunelerinin aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları.

İŞLEM SICAKLIĞI	BİLYADA OLUŞAN İZ (KİRLİ)	BİLYADA OLUŞAN İZ (TEMİZ)
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

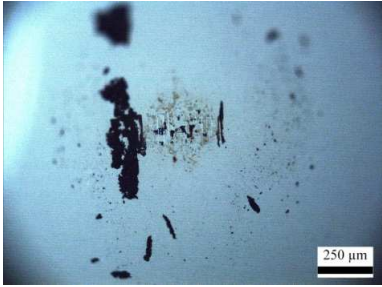
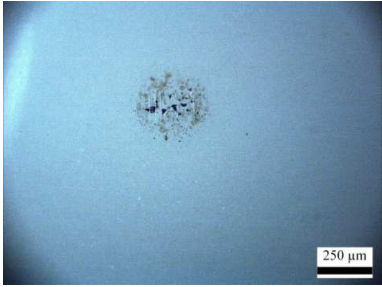
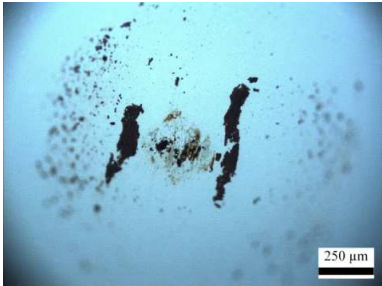
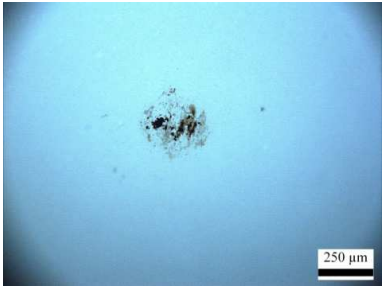
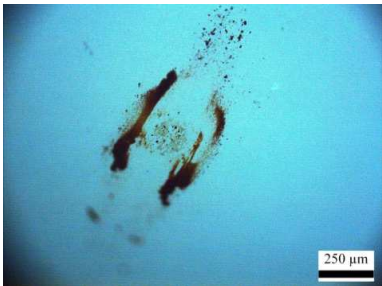
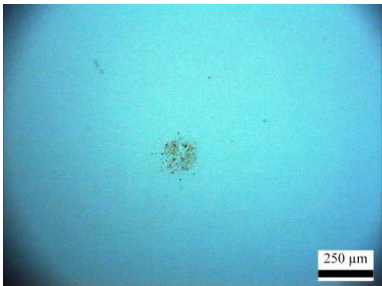
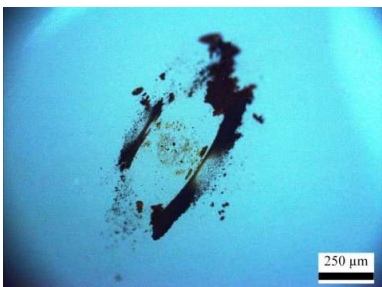
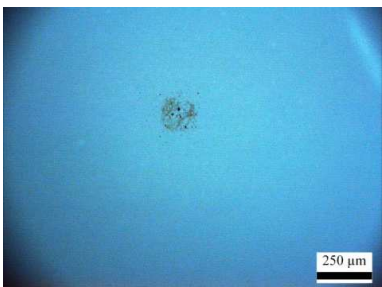
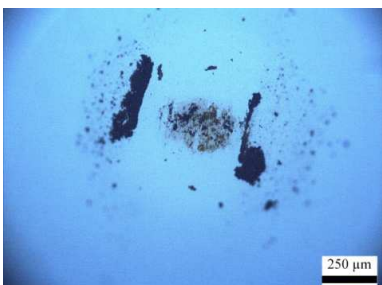
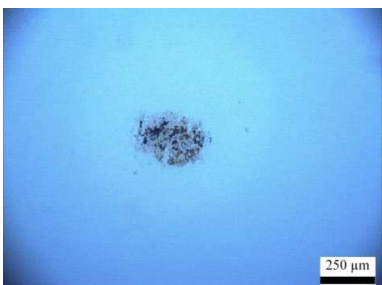
Şekil C.6: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI H13 takım çeliği numunelerinin aşınma testi sonucu bilya üzerinde oluşan izler.

NİTRÜRLEME SICAKLIĞI	AŞINMA İZİ PROFİLİ	AŞINMA İZİ FOTOĞRAFI (SEM)
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

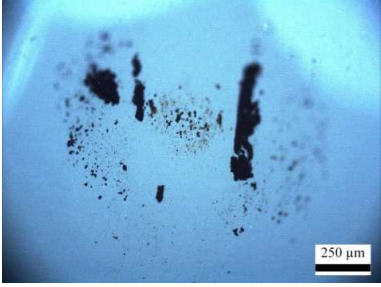
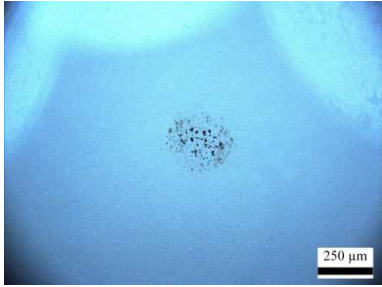
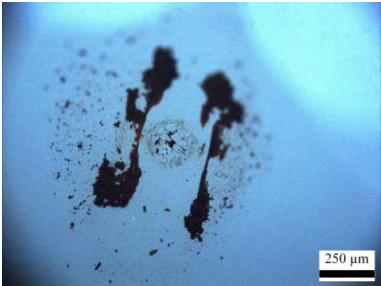
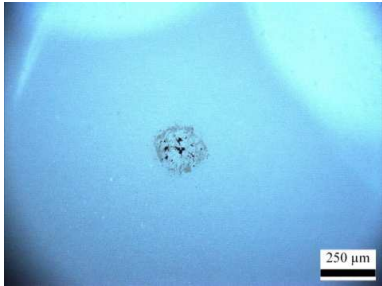
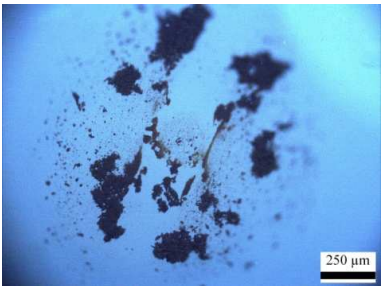
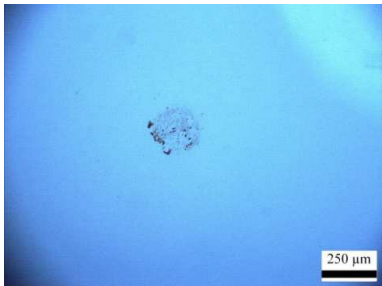
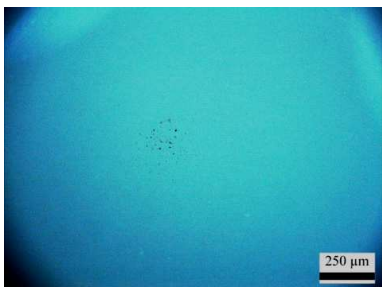
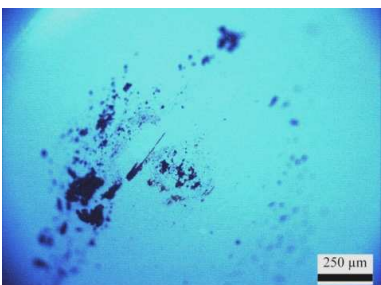
Şekil C.7: İşlemsiz ve nitrülendirilmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliği numunelerinin aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları.

NİTRÜRLEME SICAKLIĞI	AŞINMA İZİ PROFİLİ	AŞINMA İZİ FOTOĞRAFI (SEM)
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

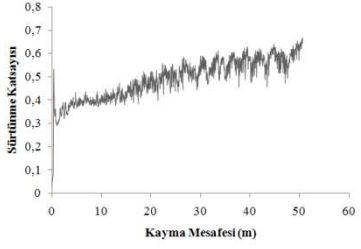
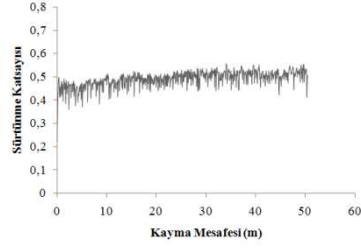
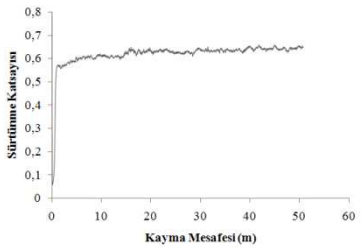
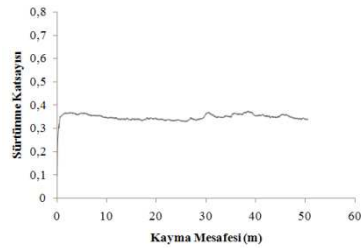
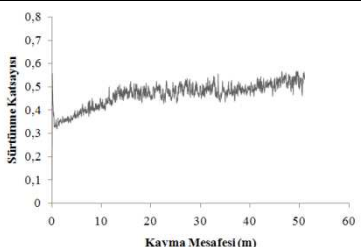
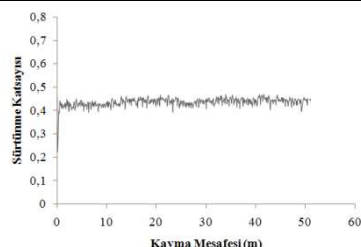
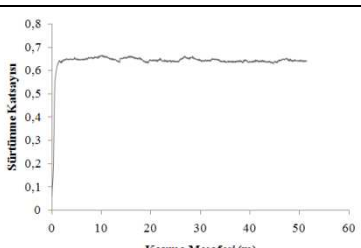
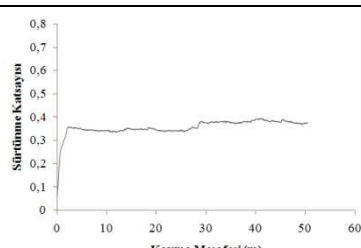
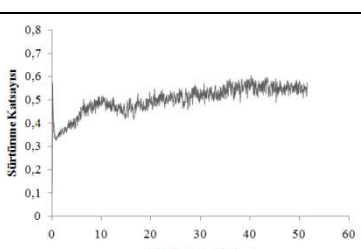
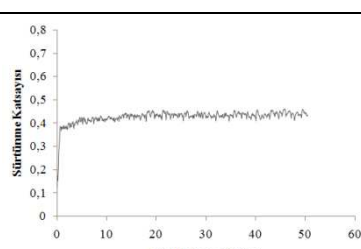
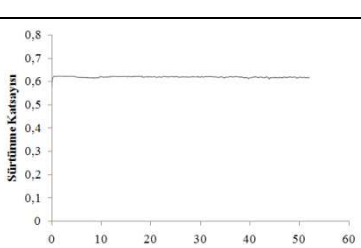
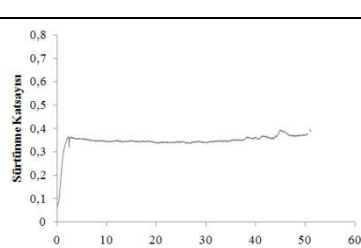
Şekil C.8: İşlemsiz ve nitrülenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliği numunelerinin aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları.

İŞLEM SICAKLIĞI	BİLYADA OLUŞAN İZ (KİRLİ)	BİLYADA OLUŞAN İZ (TEMİZ)
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

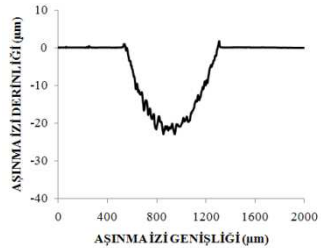
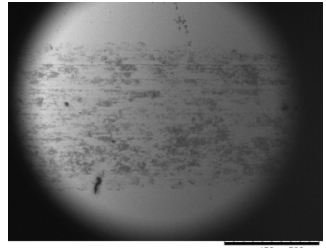
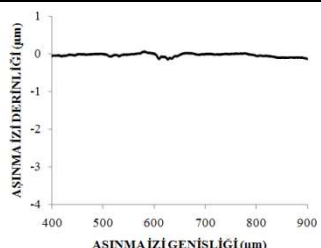
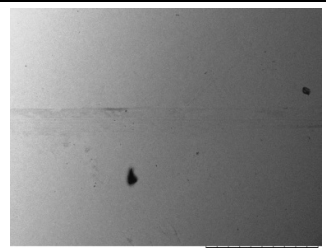
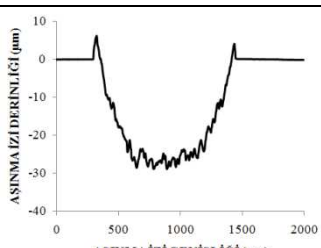
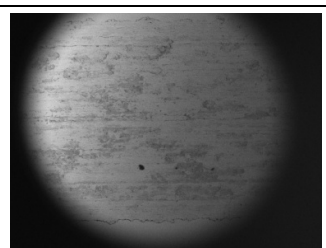
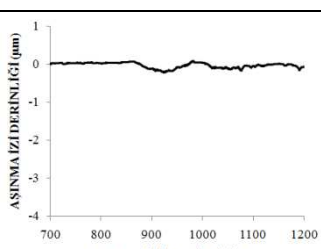
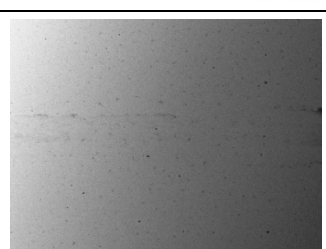
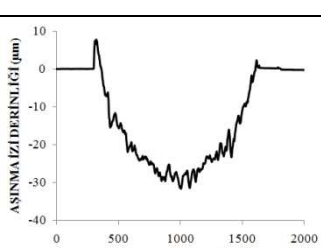
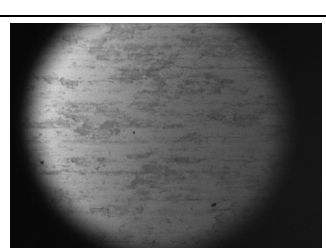
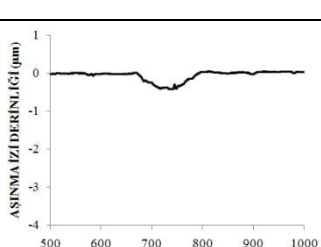
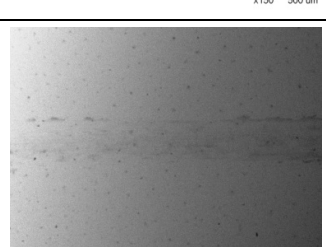
Şekil C.9: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI P20 takım çeliği numunelerinin aşınma testi sonucu bilya üzerinde oluşan izler.

İŞLEM SICAKLIĞI	BİLYADA OLUŞAN İZ (KİRLİ)	BİLYADA OLUŞAN İZ (TEMİZ)
İŞLEMSİZ		
375°C		
400°C		
450°C		
550°C		

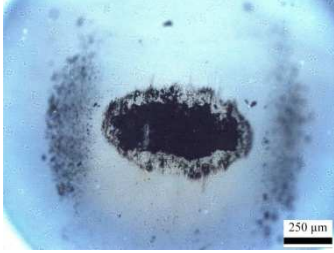
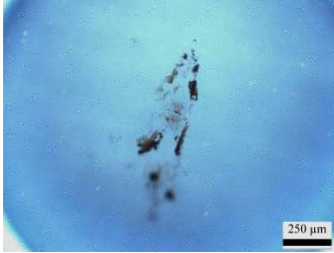
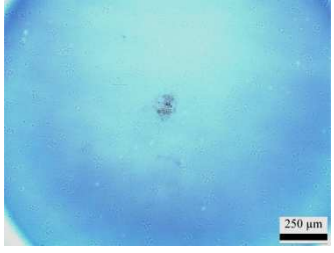
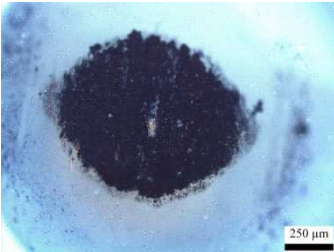
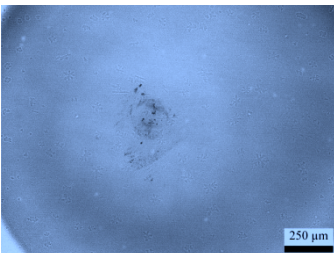
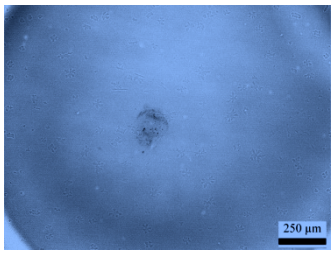
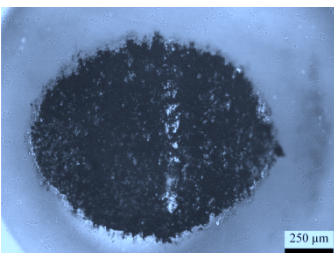
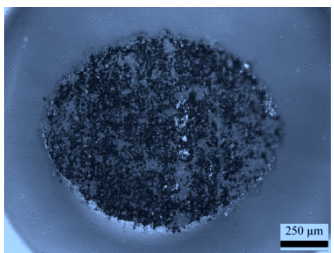
Şekil C.10: İşlemsiz ve nitrülenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI L6 takım çeliği numunelerinin aşınma testi sonucu bilya üzerinde oluşan izler.

YÜK	NUMUNE	KURU ORTAM	SBF ORTAMI
2N	İşlemsiz		
	Nitrürlenmiş		
4N	İşlemsiz		
	Nitrürlenmiş		
6N	İşlemsiz		
	Nitrürlenmiş		

Şekil C.11: İşlemsiz ve nitrürlenmiş AISI 316L paslanmaz çeliğinin kuru ve SBF ortamında sürtünme katsayısı grafikleri.

YÜK	NUMUNE	AŞINMA İZİ PROFİLİ	AŞINMA İZİ
2N	İşlemsiz		
	Nitrülenmiş		
4N	İşlemsiz		
	Nitrülenmiş		
6N	İşlemsiz		
	Nitrülenmiş		

Şekil C.12: İşlemsiz ve nitrülenmiş AISI 316L paslanmaz çelik numunelerinin kuru ortamda yapılan aşınma testi sonucu elde edilen aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları.

YÜK	NUMUNE	AŞINMA BİLYASI İZİ (KİRLİ)	AŞINMA BİLYASI İZİ (TEMİZ)
2N	İşlemsiz		
	Nitrürlenmiş		
4N	İşlemsiz		
	Nitrürlenmiş		
6N	İşlemsiz		
	Nitrürlenmiş		

Şekil C.13: İşlemsiz ve nitrürlenmiş, ön sertleştirme işlemi uygulanmış AISI 316L ostenitik paslanmaz çelik numunelerinin kuru ortamlarda yapılan aşınma testi sonucu bilya üzerinde oluşan izler.

YÜK	NUMUNE	AŞINMA İZİ PROFİLİ	AŞINMA İZİ
2N	İşlemsiz		
	Nitrülenmiş		
4N	İşlemsiz		
	Nitrülenmiş		
6N	İşlemsiz		
	Nitrülenmiş		

Şekil C.14: İşlemsiz ve nitrülenmiş AISI 316L paslanmaz çelik numunelerinin SBF ortamında yapılan aşınma testi sonucu elde edilen aşınma izi profilleri ve SEM fotoğrafları.

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Ozan AKÇAKESE

Doğum Yeri ve Tarihi: Kdz.EREĞLİ, 24.08.1985

Adres: Müftü Mah. Meydanbaşı S.Erel Sok. No:5 Kdz.Ereğli

Lisans Üniversitesi: Dokuz Eylül Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü

Yayın Listesi:

▪ **Ozan Akçakese, Ozgur Celik, Huseyin Cimenoglu**, 2011. The Effect of Low Temperature Nitriding on Wear and Corrosion Properties of AISI P20 Tool Steel. *1st International Surface Treatment Symposium*, June 15-18, 2011 Istanbul, Turkey.