

**İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**GAZ NİTRÜRLENEREK SERTLEŞTİRİLMİŞ 31CrMoV9 ÇELİĞİNDE  
İNDENTASYON YÖNTEMİYLE KALINTI GERİLME VE SERTLİK  
DEĞİŞİMLERİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Rıdvan GECÜ**

**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Malzeme Mühendisliği Programı**

**OCAK 2014**



**İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**GAZ NİTRÜRLENEREK SERTLEŞTİRİLMİŞ 31CrMoV9 ÇELİĞİNDE  
İNDENTASYON YÖNTEMİYLE KALINTI GERİLME VE SERTLİK  
DEĞİŞİMLERİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Rıdvan GECÜ  
506121419**

**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Malzeme Mühendisliği Programı**

**Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN**

**OCAK 2014**



İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 506121419 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Rıdvan GECÜ** ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “**GAZ NİTRÜLENEREK SERTLEŞTİRİLMİŞ 31CrMoV9 ÇELİĞİNDE İNDENTASYON YÖNTEMİYLE KALINTI GERİLME VE SERTLİK DEĞİŞİMLERİNİN İNCELENMESİ**” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

**Tez Danışmanı :**      **Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN** .....  
İstanbul Teknik Üniversitesi

**Jüri Üyeleri :**      **Prof. Dr. Kelami ŞEŞEN** .....  
İstanbul Teknik Üniversitesi

**Prof. Dr. Ahmet TOPUZ** .....  
Yıldız Teknik Üniversitesi

**Teslim Tarihi :**      **13 Aralık 2013**  
**Savunma Tarihi :**      **10 Ocak 2014**



*Aileme,*



## ÖNSÖZ

Çalışmalarım süresince benimle değerli bilgi ve deneyimlerini paylaşan, hiçbir şekilde benden desteğini esirgemeyerek çalışmalarımın tamamlanmasında büyük emeği geçen sayın hocam Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans eğitimim boyunca gerek derslerde verdikleri teorik bilgiler gerek çalışmalarım sırasında paylaştıkları pratik bilgilerden dolayı, tanımaktan onur duyduğum sayın hocalarım Doç. Dr. Kürşat KAZMANLI ve Yrd. Doç. Dr. Nuri SOLAK'a teşekkürü bir borç bilirim.

Robert Bosch TR (RBTR) ile İTÜ ortaklığı çerçevesinde 00890.STZ.2011-1 kodlu, "Ultra Yüksek Yorulma Dayanımı İçin Özel Tasarlanmış Nitrüleme Teknolojisinin Geliştirilmesi" adlı proje kapsamında yürütülen bu çalışmada, numunelerin hazırlanmasının ve ısıtma işlemlerinin RBTR Bursa işletmesinde gerçekleştirilmesini sağlayan Ünsal KIZIL ve Zühre VAROL'a katkılarından dolayı teşekkür ederim.

Karakterizasyon çalışmalarında laboratuvarlarının kapısını bana sonuna kadar açarak her türlü imkânı sağlayan İstanbul Teknik Üniversitesi Kimya Metalurji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Gültekin GÖLLER'e teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışmalarım boyunca yardımlarını eksik etmeyen, birlikte birçok güzel anı paylaştığımız arkadaşlarım Met. Yük. Müh. Ahmet Fatih YAYLA, Met. Yük. Müh. Ersu LÖKÇÜ, Met. Müh. Caner ÇİNKA, Met. Müh. Melik Ziya TÜRKER'e ve tezimin başladığı günden bittiği güne kadar hiçbir konuda benden yardımını esirgemeyen Met. Müh. Özde DEPREM'e teşekkür ederim.

Verdiği burs desteğiyle yaptığım çalışmalarda üzerimde büyük emeği bulunan Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK)'na teşekkürlerimi sunarım.

Bugüne kadar maddi ve manevi hiçbir fedakârlıktan kaçınmayarak bana destek olan ve beni bugünlere getiren aileme teşekkür ederim.

Ocak 2014

Rıdvan GECÜ  
Metalurji ve Malzeme Mühendisi



## İÇİNDEKİLER

### Sayfa

|                                                            |      |
|------------------------------------------------------------|------|
| ÖNSÖZ.....                                                 | vii  |
| İÇİNDEKİLER .....                                          | ix   |
| KISALTMALAR .....                                          | xi   |
| ÇİZELGE LİSTESİ.....                                       | xiii |
| ŞEKİL LİSTESİ.....                                         | xv   |
| ÖZET.....                                                  | xix  |
| SUMMARY .....                                              | xxi  |
| 1. GİRİŞ VE AMAÇ .....                                     | 1    |
| 2. TEORİK BİLGİLER.....                                    | 3    |
| 2.1 Nitrürleme .....                                       | 3    |
| 2.1.1 Nitrürleme Yöntemleri .....                          | 5    |
| 2.1.1.1 Gaz nitrürleme.....                                | 5    |
| 2.1.1.2 Plazma nitrürleme .....                            | 5    |
| 2.1.1.3 Tuz banyosu nitrürleme .....                       | 5    |
| 2.1.2 Gaz Nitrürlemenin Kinetiği ve Termodinamiği .....    | 5    |
| 2.1.3 Nitrür Tabakasının Morfolojisi ve Yapısı .....       | 10   |
| 2.2 Kalıntı Gerilme.....                                   | 12   |
| 2.2.1 Nitrürleme Parametrelerinin Etkisi .....             | 13   |
| 2.2.2 Alaşım Elementlerinin Etkisi .....                   | 14   |
| 2.2.2.1 Demir-krom alaşımları .....                        | 17   |
| 2.2.2.2 Demir-molibden alaşımları .....                    | 19   |
| 2.2.3 Kalıntı Gerilme Ölçüm Yöntemleri .....               | 20   |
| 2.2.3.1 Tahribatsız yöntemler.....                         | 21   |
| X-ışını difraksiyonu .....                                 | 21   |
| Diğer yöntemler .....                                      | 28   |
| 2.2.3.2 Tahribatlı yöntemler.....                          | 28   |
| Tabaka kaldırma.....                                       | 28   |
| Delik delme .....                                          | 28   |
| Halka çekirdek .....                                       | 29   |
| Kanal açma.....                                            | 29   |
| Kesit profili ölçümü .....                                 | 29   |
| 2.2.3.3 Alternatif yöntemler .....                         | 29   |
| İndentasyon metodu .....                                   | 29   |
| 2.3 Daha Önce Yapılmış Çalışmalar .....                    | 35   |
| 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....                                | 41   |
| 3.1 Numunelerin Hazırlanması .....                         | 41   |
| 3.2 Numunelerin Gaz Nitrürlenmesi .....                    | 42   |
| 3.3 Numunelerin Karakterizasyonu.....                      | 44   |
| 3.3.1 X-ışını difraktometresi .....                        | 44   |
| 3.3.2 Glowdeşarj optik emisyon spektrometrisi (GDOES)..... | 45   |
| 3.3.3 Optik mikroskop .....                                | 46   |

|                                      |           |
|--------------------------------------|-----------|
| 3.3.4 Sertlik .....                  | 47        |
| 3.3.5 Kalıntı gerilme.....           | 48        |
| <b>4. DENEYSEL SONUÇLAR.....</b>     | <b>49</b> |
| 4.1 XRD Analizi Sonuçları.....       | 49        |
| 4.2 GDOES Analizi Sonuçları.....     | 51        |
| 4.3 Optik Mikroskop Görüntüleri..... | 56        |
| 4.4 Sertlik Sonuçları .....          | 57        |
| 4.5 Kalıntı Gerilme Sonuçları.....   | 61        |
| <b>5. SONUÇLAR .....</b>             | <b>67</b> |
| <b>KAYNAKLAR.....</b>                | <b>69</b> |
| <b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>                 | <b>73</b> |

## KISALTMALAR

|                      |                                                |
|----------------------|------------------------------------------------|
| <b>atm</b>           | : Atmosfer basıncı                             |
| <b>d</b>             | : Düzlemlerarası mesafe                        |
| <b>dak</b>           | : Dakika                                       |
| <b>GC</b>            | : Gaz kromatografi cihazı                      |
| <b>GDOES</b>         | : Glow deşarj optik emisyon spektrometrisi     |
| <b>GPa</b>           | : Gigapascal                                   |
| <b>h</b>             | : Batma derinliği                              |
| <b>HMK</b>           | : Hacim merkezli kübik                         |
| <b>HSP</b>           | : Hegzagonal sıkı paket                        |
| <b>HV</b>            | : Vickers sertlik                              |
| <b>K</b>             | : İndentasyon yöntemi için doğrulama katsayısı |
| <b>K<sub>N</sub></b> | : Nitrürleme potansiyeli                       |
| <b>L</b>             | : Litre                                        |
| <b>MPa</b>           | : Megapascal                                   |
| <b>µm</b>            | : Mikron                                       |
| <b>P</b>             | : Yük                                          |
| <b>SEM</b>           | : Taramalı elektron mikroskobu                 |
| <b>XRD</b>           | : X-Işınları difraktometresi                   |
| <b>YMK</b>           | : Yüzey merkezli kübik                         |



## ÇİZELGE LİSTESİ

|                                                                                                               | <b><u>Sayfa</u></b> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------|
| Çizelge 2.1 : Kalıntı gerilme ölçüm yöntemleri. ....                                                          | 21                  |
| Çizelge 2.2 : Williamson-Hall metodu için kullanılan formüllerin sembol tablosu..                             | 26                  |
| Çizelge 3.1 : 31CrMoV9 çeliğinin kimyasal bileşimi. ....                                                      | 41                  |
| Çizelge 3.2 : Nitrüleme deney parametreleri.....                                                              | 43                  |
| Çizelge 4.1 : 525°C’de 2 saat süreyle nitrülenmiş numunelerin difüzyon tabakası kalınlıkları. ....            | 57                  |
| Çizelge 4.2 : 525°C’de farklı $K_N$ değerlerinde ve sürelerde nitrülenmiş numunelerin yüzey sertlikleri. .... | 57                  |



## ŞEKİL LİSTESİ

### Sayfa

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Şekil 2.1 : Nitrür tabaka yapısı [6].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 4  |
| Şekil 2.2 : Gaz nitrürleme prosesindeki difüzyon mekanizması [10].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 6  |
| Şekil 2.3 : Gaz nitrürlenmiş $\alpha$ -Fe tabakasının Nital ile dağlandıktan sonraki optik mikroskop görüntüsü [12].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 7  |
| Şekil 2.4 : Nitrürleme prosesinin kademeleri.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 7  |
| Şekil 2.5 : (a) $\gamma$ -Fe <sub>4</sub> N ve (b) $\epsilon$ -Fe <sub>3</sub> N fazlarının kristal yapısı. Koyu küreler demir atomlarını, açık küreler azot atomlarını temsil etmektedir. Fe-Fe bağları kesikli, Fe-N bağları sürekli çizgilerle gösterilmiştir [12].....                                                                                                                                                 | 8  |
| Şekil 2.6 : Fe-N faz diyagramı [14].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 8  |
| Şekil 2.7 : Lehrer diyagramı [16].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 9  |
| Şekil 2.8 : Saf $\alpha$ -Fe matrisinin derinliğe bağlı olarak gösterdiği azot konsantrasyonu değişimi [12].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 11 |
| Şekil 2.9 : (a) Numune köşesinde azotça zenginleşmenin etkisi, (b) 500°C’de 10 saat $K_N=0.4 \text{ atm}^{-1/2}$ ’de nitrürlenmiş çeliğin mikroskop görüntüsü [2].....                                                                                                                                                                                                                                                     | 11 |
| Şekil 2.10 : (a) NH <sub>3</sub> ’ün ayrışması ve azotun difüzyonu, (b) nitrür çökeltilerinin etkisiyle nitrür zonunun irileşmesi, (c) basma kalıntı gerilmelerinin oluşması [18].....                                                                                                                                                                                                                                     | 12 |
| Şekil 2.11 : Nitrürleme süresinin kalıntı gerilmeye etkisi [20].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 15 |
| Şekil 2.12 : Alaşım elementi konsantrasyonunun kalıntı gerilmeye etkisi [20].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 15 |
| Şekil 2.13 : Alaşım elementi miktarının nitrürleme sonrası sertliğe etkisi [2].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | 16 |
| Şekil 2.14 : Düşük krom içeren çelikteki çökelti davranışı. (a) Nitrürlemenin ilk aşaması, koherent çökeltilerin oluşumu, (b) Nitrürleme devam ettikçe süreksizliklerin koherent çökeltilerin yerini alması ve basma yönünde kalıntı gerilme oluşturmaları, (c) Devam eden nitrürleme ile yüzeydeki çekme gerilmesinin süreksiz irileşen bölge ile koherent çökelti bölgesi arasında geçiş bölgesi oluşturmaları [21]..... | 18 |
| Şekil 2.15 : (a) Ağırlıkça %4 Cr içeren 580°C’de 1,5 saat $K_N=0.104 \text{ atm}^{-1/2}$ nitrürleme potansiyelinde nitrürlenmiş Fe-Cr alaşımının kalıntı gerilme - derinlik profili, (b) İlgili nitrür tabakasının optik mikroskop görüntüsü. 1. bölgede süreksiz irileşme, 2. bölgede sürekli irileşme mekanizması baskındır [21].....                                                                                    | 19 |
| Şekil 2.16 : Nitrürleme süresinin karekökünün bir fonksiyonu olarak Fe-Mo alaşımının (a) yüzey basma kalıntı gerilmesi, (b) yüzey sertliği [22].....                                                                                                                                                                                                                                                                       | 20 |
| Şekil 2.17 : Difraksiyon dedektörü [24].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 22 |
| Şekil 2.18 : Modern X-ışını tüpünün temel bileşenleri [24].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 23 |
| Şekil 2.19 : Gerilme sonucu piklerde meydana gelen değişim [25].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 25 |
| Şekil 2.20 : $\sin\theta - \beta \cdot \cos\theta$ grafiği. ....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 26 |
| Şekil 2.21 : Gerilme sonucu piklerde meydana gelen değişim [25].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 27 |
| Şekil 2.22 : İndentasyon test mekanizması [32].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | 30 |
| Şekil 2.23 : Yük (P) - batma derinliği (h) eğrisi [32].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | 31 |
| Şekil 2.24 : Vickers indantasyonunda çatlak oluşumu [32].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 32 |
| Şekil 2.25 : Malzemenin gerilmemiş ve gerilmeli durumlarındaki P-h eğrisi [32]....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 32 |
| Şekil 2.26 : Elastoplastik yükleme ve onu takip eden elastik boşaltma için yük (P) – derinlik (h) eğrisi [33].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 33 |
| Şekil 2.27 : Yüzeyi gerilmeli ve gerilmemiş numuneler için indantasyon yük – batma derinliği eğrisi [33].....                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 34 |

|                                                                                                                                                                                                                                       |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Şekil 2.28 :</b> %4 V içeren Fe-V alaşımındaki süresiz irileşme mekanizmasının (a) optik mikroskop görüntüsü, (b) SEM görüntüsü [34].                                                                                              | 36 |
| <b>Şekil 2.29 :</b> (a) Doğrudan nitrürlen, (b) dekarbürize edilerek nitrürlen 42CrMo4 çeliğinin azot - karbon konsantrasyon profilleri [35].                                                                                         | 37 |
| <b>Şekil 2.30 :</b> Plazma nitrürlen M2 takım çeliğinde (a) beyaz tabakadaki, (b) difüzyon bölgesindeki sıcaklık - kalıntı gerilme ilişkisi [36].                                                                                     | 37 |
| <b>Şekil 2.31 :</b> (a) 480°C’de farklı sürelerde, (b) 20 saat farklı sıcaklıklarda nitrürlen sıcak iş takım çeliklerinin derinliğe bağlı kalıntı gerilme profilleri [37].                                                            | 38 |
| <b>Şekil 2.32 :</b> 560°C’de %6 azot içeren gaz atmosferinde farklı sürelerde nitrürlenmiş çeliğin derinliğe bağlı kalıntı gerilme profili [38].                                                                                      | 39 |
| <b>Şekil 2.33 :</b> M2 çeliğinde düşük basınçta ve geleneksel nitrürleme işlemleri sonrası oluşan kalıntı gerilmelerin derinliğe bağlı olarak değişimi [39].                                                                          | 39 |
| <b>Şekil 2.34 :</b> M2 çeliğinde tavlama sıcaklığının kalıntı gerilme üzerindeki etkisi [39].                                                                                                                                         |    |
| <b>Şekil 3.1 :</b> Nitrürleme deneyinde kullanılan numuneler.                                                                                                                                                                         | 42 |
| <b>Şekil 3.2 :</b> Nitrürleme işleminde izlenen aşamalar.                                                                                                                                                                             | 42 |
| <b>Şekil 3.3 :</b> Laboratuvar tipi tüp fırın, kontrol paneli ve gaz kromatografi cihazı.                                                                                                                                             | 43 |
| <b>Şekil 3.4 :</b> Philips PW-3710 model XRD cihazı.                                                                                                                                                                                  | 45 |
| <b>Şekil 3.5 :</b> Jobin Yvon Horiba GDOES marka GDOES analiz cihazı.                                                                                                                                                                 | 45 |
| <b>Şekil 3.6 :</b> Veeco marka Wyko 1100 model optik profilometre.                                                                                                                                                                    | 46 |
| <b>Şekil 3.7 :</b> Leica marka optik mikroskop.                                                                                                                                                                                       | 47 |
| <b>Şekil 3.8 :</b> Fischer HP100 X-Y Prog model ultra mikrosertlik indentasyon cihazı.                                                                                                                                                | 48 |
| <b>Şekil 4.1 :</b> 525°C’de 2 saat süreyle farklı nitrürleme potansiyellerinde nitrürlenmiş 31CrMoV9 çeliğinin 1°’lik giriş açısıyla elde edilen XRD paternleri.                                                                      | 49 |
| <b>Şekil 4.2 :</b> 525°C’de 2 saat süreyle farklı nitrürleme potansiyellerinde nitrürlenmiş 31CrMoV9 çeliğinin “Gonio” modunda çekilen XRD paternleri.                                                                                | 50 |
| <b>Şekil 4.3 :</b> 525°C’de $K_N=1.0$ nitrürleme potansiyelinde farklı sürelerde nitrürlenmiş 31CrMoV9 çeliğinin “Gonio” modunda çekilen XRD paternleri.                                                                              | 51 |
| <b>Şekil 4.4 :</b> 525°C’de 2 saat süreyle farklı nitrürleme potansiyellerinde nitrürlenmiş numunelerin azot konsantrasyon profilleri.                                                                                                | 52 |
| <b>Şekil 4.5 :</b> 525°C’de 2, 3, 4 ve 6 saat sürelerinde $K_N=1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ nitrürleme potansiyelinde nitrürlenmiş numunelerin azot konsantrasyon profilleri.                                                              | 53 |
| <b>Şekil 4.6 :</b> 525°C’de $K_N=$ (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ , de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin azot-karbon konsantrasyon profilleri.                                                | 54 |
| <b>Şekil 4.7 :</b> 525°C’de $K_N=1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ , de (a) 2, (b) 3, (c) 4, (d) 6 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin azot - karbon konsantrasyon profilleri.                                                                | 55 |
| <b>Şekil 4.8 :</b> Nitrürleme öncesi 31CrMoV9 çeliğinin sertleştirme ve temperleme işlemleri sonrası oluşan mikroyapısı (1500x büyütme).                                                                                              | 56 |
| <b>Şekil 4.9 :</b> 525°C’de $K_N=$ (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ , de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin mikroyapı görüntüleri (100x büyütme).                                                | 58 |
| <b>Şekil 4.10 :</b> 525°C’de $K_N=$ (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ , de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin derinliğe bağlı sertlik değerleri.                                                  | 59 |
| <b>Şekil 4.11 :</b> 525°C’de $K_N=1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ , de (a) 2, (b) 4, (c) 6 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin derinliğe bağlı sertlik değerleri.                                                                           | 60 |
| <b>Şekil 4.12 :</b> 525°C’de $K_N=$ (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ , de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin doğrulama katsayısı kullanılmadan önceki derinliğe bağlı kalıntı gerilme değerleri. | 62 |
| <b>Şekil 4.13 :</b> 525°C’de $K_N=$ (a) 0.4, (b) $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ , de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin doğrulama katsayısı kullanılarak bulunmuş indentasyon sonuçlarının XRD ölçümleri ile karşılaştırılması.        | 63 |

|                                                                                                                                                                                        |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Şekil 4.14 :</b> 525°C’de $K_N = (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ , de 2 saat süreyle nitrülenmiş numunelerin doğrulanmış kalıntı gerilme değerleri. | 64 |
| <b>Şekil 4.15 :</b> 525°C’de 2 saat süreyle nitrülenmiş numunelerin kalıntı gerilme değerleri.....                                                                                     | 65 |
| <b>Şekil 4.16 :</b> 525°C’de $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ nitrüleme potansiyelinde (a) 4, (b) 6 saat süreyle nitrülenmiş numunenin kalıntı gerilme profili. ....                     | 65 |
| <b>Şekil 4.17 :</b> 525°C’de $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ nitrüleme potansiyelinde farklı sürelerde nitrülenmiş numunelerin 250 mN yük altında kalıntı gerilme profili....           | 66 |



# GAZ NİTRÜRLENEREK SERTLEŞTİRİLMİŞ 31CrMoV9 ÇELİĞİNDE İNDENTASYON YÖNTEMİYLE KALINTI GERİLME VE SERTLİK DEĞİŞİMLERİNİN İNCELENMESİ

## ÖZET

Yakıt verimliliğinin artırılması ve karbondioksit emisyon değerlerinin düşürülmesi, gelişen teknoloji ve değişen çevre anlayışı ile birlikte her geçen gün daha da önem kazanmaktadır. Yakıtın daha efektif yanması ve dolayısıyla buharlaşmasının daha iyi olabilmesi için özellikle otomotiv endüstrisinde, dizel enjeksiyon sistemlerinde kullanılan enjektörlerin daha yüksek basınçlara dayanıklı olması gerekmektedir. Günümüzde indüksiyonla sertleştirme ile elde edilen 1800-2000 bar basınçların 2500-3000 bar değerlerine çıkartılması ihtiyacı doğmuştur. Dizel enjektörlerin bu yüksek basınç değerlerinde çalışabilmeleri, çevrimsel yük altında çalışan parçalarının yüksek yorulma direncine sahip olmaları ile mümkündür. Bunun yanında enjektörlerde yanma sırasında oluşacak nemin ve enjektörlerin taşınması sırasında ortaya çıkabilecek korozyona uğrama riskinin de göz ardı edilmemesi gerekir. Sertleştirme ve menevişleme ısıtma işlemleri yeni nesil dizel motorlarda kullanılan yüksek basınçlı enjeksiyon sistemlerinde bu ihtiyacı karşılayamamaktadır. Beynitlenme gibi alternatif ısıtma işlem yöntemleri de parçalarda çarpılmaya neden olmaları ve işlem sonrası ilave talaşlı imalat gerektirmeleri nedeniyle ekonomik açıdan rekabet edilebilir parça üretimine izin vermemektedir. Diğer bir alternatif olan ofofretaj tekniği, istenilen yorulma direncinde parça üretimine imkân tanınmasına rağmen, bu parçaların ısıtma kararlılıkları sınırlı olmaktadır. Bu nedenle dizel enjektör parçaları için, hem yüksek yorulma direnci hem de iyi bir korozyon dayanımı sağlayabilecek, kontrollü gaz nitrüleme prosesi geliştirilmiştir. Gaz nitrüleme prosesinde, amonyakın parçalanması ile yüzeye azot difüzyonunun gerçekleşmesi sonucunda oluşan çökeltilerin, işlem süresince giderek irileşmesi ile birlikte, malzeme içerisinde kalıntı gerilmeler meydana gelmektedir. Meydana gelen bu basma kalıntı gerilmeleri, çatlak oluşumunu ve oluşan çatlakların ilerlemesini engelleyerek malzemenin yorulma direncini artırmaktadır.

Yapılan çalışmada, 31CrMoV9 çeliği kontrollü olarak gaz nitrülenmiş, nitrüleme potansiyeli ( $K_N$ ) ve nitrüleme süresi olmak üzere iki farklı parametrenin malzemenin derinliğe bağlı kalıntı gerilme ve sertlik profillerindeki değişime etkisi incelenmiştir. Öncelikle her parçanın kalınlığı 13 mm olacak şekilde eşit parçalara ayrılan çeliklere sertleştirme (870°C’de, 1 saat) ve temperleme (560°C’de, 2 saat) ısıtma işlemleri uygulanmış, ısıtma işlemlerin ardından eşit boydaki parçalar taşlanmıştır. Numuneler taşlandıktan sonra alkol ve asetonla temizlenmiş ve her deney için 3’er adet numune fırına yerleştirilerek gaz nitrüleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Fırın tüm deneylerde belirlenen sıcaklığa (525°C) oda sıcaklığından 10°C/dak ısıtma hızıyla azot atmosferinde (200 L/saat) ısıtılmıştır. 525°C’ye ulaşılmasıyla birlikte numuneler 2 saat boyunca  $K_N = 0.2, 0.4, 0.6, 0.8$  ve  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrüleme potansiyellerinde ve  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrüleme potansiyelinde 2, 3, 4 ve 6 saat sürelerle nitrüledikten sonra fırın azot atmosferinde (200 L/saat) oda sıcaklığına soğutulmuştur.

Nitrürleme sonrası yapılan X-ışını difraksiyonu analizlerinde, düşük nitrürleme potansiyeline ( $K_N = 0.2$  ve  $0.4 \text{ atm}^{-1/2}$ ) sahip numunelerde herhangi bir demir nitrür fazı oluşumu görülmemiştir.  $K_N = 0.6 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyeline sahip malzemede yalnızca beyaz tabakadaki  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N fazı oluşurken  $K_N = 0.8$  ve  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyeline sahip numunelerde her iki fazın da ( $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N ve  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N) olduğu gözlenmiştir. XRD analizi, artan nitrürleme potansiyeli ve artan süre ile birlikte beyaz tabakanın oluştuğunu göstermiştir. Aynı şekilde nitrürleme potansiyeli arttıkça yapıdaki basma gerilmesi artmış, pikler bu nedenle daha küçük açılara doğru kaymıştır. Nitrürleme işlemi sonucunda en yüksek azot konsantrasyonunun numunelerin yüzeyinde olduğu görülmüştür. Azot konsantrasyonu numunenin merkezine doğru azalırken, karbonların yüzeye yakın bölgede ve beyaz tabakanın altında biriktiği gözlemlenmiştir. Nitrürleme potansiyelindeki ve nitrürleme süresindeki artışla birlikte numunelerin yüzeyindeki azot konsantrasyonunun arttığı, beyaz tabakanın oluşmaya başladığı ve yine artan nitrürleme potansiyeli ve süre ile birlikte beyaz tabaka kalınlığının da arttığı gözlemlenmiştir. 2 saat boyunca  $K_N = 0.8$  ve  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyellerinde nitrürlenmiş numunelerde beyaz tabaka  $0.5\text{-}1 \text{ }\mu\text{m}$  kalınlığında oluşurken, 6 saat boyunca  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelinde nitrürlenmiş numunede  $2 \text{ }\mu\text{m}$  kalınlığında beyaz tabaka oluşumu görülmüştür. Adler çözeltisi ile yapılan dağlama işlemi sonrasında optik mikroskop ile incelenen difüzyon tabakası kalınlıklarının, nitrürleme potansiyelindeki ve nitrürleme süresindeki artışla birlikte arttığı gözlemlenmiştir. Nitrürleme potansiyelinin düşük veya yüksek oluşuna göre, 2 saat nitrürlemenin ardından difüzyon tabakası kalınlıklarının  $120\text{-}160 \text{ }\mu\text{m}$  aralığında değiştiği görülmüştür. 6 saat boyunca  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelinde nitrürlenmiş numunede ise bu değer  $190\text{-}200 \text{ }\mu\text{m}$  civarındadır. Yapılan kesitten sertlik ölçümleri ile optik mikroskoptan edinilen difüzyon tabakası kalınlıkları doğrulanmış ve yüzeyden merkeze doğru azalan bir sertlik profili çıkarılmıştır. İndentasyon yöntemiyle kalıntı gerilme ölçümleri yapıldığında numunelerin hepsinde basma kalıntı gerilmesinin olduğu ve basma kalıntı gerilmesinin yüzeyden numunenin merkezine doğru gidildikçe azaldığı gözlemlenmiştir. Artan nitrürleme potansiyeli ve süreyle birlikte yüzeydeki basma kalıntı gerilmesinin de arttığı belirlenmiştir. İç bölgelere gidildikçe farklı nitrürleme potansiyelleri ve farklı sürelerde nitrürlenmiş numuneler için kalıntı gerilme değerlerinin birbirlerine yaklaştığı görülmüştür.

Çalışma sonucunda, nitrürleme potansiyeli ve nitrürleme sürelerinin, malzemenin kalıntı gerilmesini, sertliğini, nitrürleme sonucu oluşan beyaz tabaka ve difüzyon bölgesi kalınlıklarını doğrudan etkilediği, dolayısıyla malzemenin aşınma, korozyon ve yorulma davranışının belirlenmesinde ana etkenler oldukları ortaya çıkmıştır. Beyaz tabaka aşınma ve korozyon direncini artırmasına rağmen kalınlığı fazla olduğunda yapıyı gevrekleştirip çatlak oluşumunu hızlandırdığı için endüstride  $1\text{-}3 \text{ }\mu\text{m}$  arasında oluşması istenmektedir. Difüzyon tabakası kalınlığının artması yapıdaki basma kalıntı gerilmelerini, dolayısıyla malzemenin yorulma direncini artırdığından yüksek olması istenmektedir. Numunelerin hepsinde basma gerilmesi olduğundan, kullanım alanına göre bu çalışmadaki her bir deney parametresi için nitrürleme işlemi yapmak uygundur.  $K = 0.1$  doğrulama katsayısı kullanılarak 31CrMoV9 çeliğinin kalıntı gerilme değerleri indentasyon yöntemi ile hesaplanabilmektedir.

## **DETERMINATION OF RESIDUAL STRESS AND HARDNESS PROFILE OF GAS NITRIDED 31CrMoV9 STEEL BY INDENTATION METHOD**

### **SUMMARY**

Decreasing carbon dioxide emission to the atmosphere and enhancing fuel efficiency become more and more important by developments in the technology and changes in environmental perception. In diesel engines, increasing the pressure of combustion mixture that is supplied to injectors is one of the key parameters for increasing the efficiency and decreasing the detrimental exhaust gas emissions in automotive industry. Thus injectors need to sustain their stability at 2500 - 3000 bar pressure instead of current injectors hardened by induction process and work at 1800 - 2000 bar pressure. For being able to use these injectors at higher pressures that are working under high cycle fatigue conditions, structural changes of the injector material is required. Hardening and tempering methods that are used in the current practice are not enough to overcome fatigue cracking problems. It is not economically possible to produce component parts by modification of the tempering methods like austempering because they cause distortions that require machining after the process. The other alternative process is autofrettage, with this process it is possible to reach the desired fatigue resistance, however its limited thermal stability may create problems during operations. Another alternative is gas nitriding process which has a high potential for maintaining both high fatigue and corrosion resistance for diesel injector components.

Depending on the composition of the steel and nitriding parameters, it is possible to tune the structure of the nitrided layer. Different form and thickness of diffusion and compound layers develop during nitriding depending on the temperature, time, composition of the steel and nitriding potential. Thus nitriding process should be conducted in a controlled manner for obtaining the desired thickness of compound and diffusion layers because not only hardness but also thicknesses of these layers have significant effects on fatigue strength of materials. In controlled gas nitriding the most important parameter to be under control is nitriding potential ( $K_N$ ).  $K_N$  is the ratio of ammonia and hydrogen gas partial pressures. For controlled nitriding it is necessary to control and continuously adjust the amount of ammonia and hydrogen gas by a system composed of mass flow controllers and gas sensors.

This study aims to investigate the effects of gas nitriding parameters on hardness, case depth, thickness of compound layer, depth dependent internal stress of 31CrMoV9 nitriding steel. Therefore sensor controlled nitriding process is performed in this study. The depth dependent magnitude and type of stress (compressive or tensile) are the most important parameter to control fatigue strength of components. Depth dependent internal stress of these components are measured by XRD techniques. This technique requires controlled removal by mechanical and/or electrochemical methods and concurrent XRD measurements after each removal step. Thus the technique is time consuming and cumbersome, and also requires

special shape of samples (for most conventional XRD systems, parts should be flat and parallel). In this study special stress is given to adaptation of the indentation method for depth dependent stress measurements on nitrided samples. This method has a high potential for being a simpler alternative to XRD stress measurements.

For achieving the above stated aims the following experimental procedure is used. 31CrMoV9 steel rods were cut in cylindrical slices with 27 mm diameters and 13 mm thickness. Samples are then heat treated by heating them 870°C for 1 hour and then oil quenched followed by tempering at 560°C for 2 hours. After heat treatment, surfaces of the samples were mechanically ground. Gas nitriding was conducted in lab scale tubular furnace which is equipped with mass flow controllers for ammonia, hydrogen and nitrogen gas, and hydrogen and oxygen gas sensors. Hydrogen gas sensor and mass flow controller are controlled through micro processors for a reliable adjustment of  $K_N$  during the nitriding process. In each nitriding run, three samples are placed in the homogenous temperature zone of the furnace. Furnace was heated to determined temperature (525°C) from room temperature with 10°C in a minute heating rate at nitrogen atmosphere (200 L/h). At nitriding temperature (525°C), 5 tests were made with different nitriding potential ( $K_N = 0.2, 0.4, 0.6, 0.8$  and  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ ) for 2 hours. 3 additional tests were made with different time (3, 4 and 6 hours) at the same nitriding potential ( $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ ) for determining the influence of nitriding time on the structure and properties of the nitrided layer. Finally, after the accomplishment of the nitriding step of process, furnace was cooled to room temperature from 525°C at nitrogen atmosphere (200 L/h).

The results of X-ray diffraction analysis of the samples that are nitrided by using different  $K_N$  values showed that iron nitride phases (compound layer) did not form on samples that are produced with low nitriding potential ( $K_N = 0.2$  and  $0.4 \text{ atm}^{-1/2}$ ). For samples nitrided at  $K_N = 0.6 \text{ atm}^{-1/2}$ , a compound layer composed of only  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N was formed. By the increase of  $K_N$  to 0.8 and  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ , a compound layer composed of both of two phases ( $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N and  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N) are observed. Additionally a  $K_N$  dependent negative shift of the iron peaks in the XRD patterns was observed that indicated an increase in the compressive residual stress in the diffusion layer.

Glow discharge optical emission spectrometry (GDOES) analysis was performed on nitrided specimens for the determination of qualitative depth dependent concentration changes in the nitrided layer. These results demonstrated that nitrogen concentration has maximum value at the top of the surface and decreased by approaching deeper into the specimen. Carbon accumulated on the near surface and beneath the compound layer. With increasing nitriding potential and nitriding time, nitrogen concentration on the surface of the samples were increased, compound layer formed and thickness of the compound layer was also increased. Compound layers with a 0.5-1  $\mu\text{m}$  thickness formed in samples which were nitrided at  $K_N = 0.8$  and  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitriding potentials for 2 hours, the thickness of the compound layer has reached 2  $\mu\text{m}$  for sample nitrided in  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitriding potential for 6 hours.

The cross sections of the nitrided samples were subjected to a detailed metallographic investigation by etching them with suitable etchants for exposing diffusion layer. It was observed that thickness of the diffusion layer increased with increasing nitriding potential and time. According to the nitriding potential, thickness

of diffusion layers was changed between the range of 120-160  $\mu\text{m}$  after 2 hours nitriding. The thickness value was reached to 190-200  $\mu\text{m}$  for the sample was nitrided with  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitriding potential for 6 hours. Results of optical microscope was verified with hardness analysis by indentation method. Hardness analysis also showed that hardness of steel surface has maximum value and it decreases with increasing depth.

Indentation method was performed for analyzing depth dependent residual stress profile of nitrided layer and the results were also verified by XRD using  $\sin^2\Psi$  technique. The results of indentation tests are corrected by using the depth dependent stresses from XRD measurements. Multiplication of the calculated stress values from indentation test with 0.1 (correction coefficient, K) resulted in a very good correlation between the stresses measured with the XRD method. Indentation analysis was done by applying 250 mN maximum load in 50 steps with the interval of one second. Results of indentation showed that compressive residual stress developed in all specimens and compressive internal stress values decreased by approaching deeper regions into the specimen. Compressive stress of the specimens increased with increasing nitriding potential and time. Depending on the nitriding potential and time, residual stress values varied between -200 MPa to -1100 MPa.

Results of the study showed that nitriding potential and nitriding time affect residual stress, hardness, thickness of compound layer and diffusion layers as expected. By controlling  $K_N$  through gas sensors and feedback systems it became possible to tune the thickness and internal stress of the nitrided layer in a very controlled manner. One of the most important outcome of this study is the potential of indentation method for depth dependent stress measurements of nitrided layers. This method can be used instead of time consuming XRD measurements and also on irregularly shaped parts that does not allow XRD measurements due to geometrical restrictions.



## 1. GİRİŞ VE AMAÇ

Gelişen teknoloji ve değişen çevre anlayışı ile birlikte, yakıt verimliliğinin artırılması ve karbondioksit emisyon değerlerinin düşürülmesi çok önemli konular haline gelmiştir. Yakıtın daha efektif yanması ve dolayısıyla buharlaşmasının daha iyi olabilmesi için özellikle otomotiv endüstrisinde, dizel enjeksiyon sistemlerinde kullanılan enjektörlerin daha yüksek basınçlara dayanıklı olması gerekmektedir. Günümüzde indüksiyonla sertleştirme ile elde edilen 1800-2000 bar basınçlar gelecekte yerini 2500-3000 bar değerlerine bırakacaktır. Dizel enjektörlerin bu yüksek basınç değerlerinde çalışabilmeleri, çevrimsel yük altında çalışan parçalarının yüksek yorulma direncine sahip olmaları ile mümkündür. Sertleştirme ve menevişleme ısıt işlemleri yeni nesil dizel motorlarda kullanılan yüksek basınçlı enjeksiyon sistemlerinde bu ihtiyacı karşılayamamaktadır. Beynitlenme gibi alternatif ısıt işlem yöntemleri de parçalarda çarpılmaya neden olmaları ve işlem sonrası ilave talaşlı imalat gerektirmeleri nedeniyle ekonomik açıdan rekabet edilebilir parça üretimine izin vermemektedir. Diğer bir alternatif olan otofretaj tekniği, istenilen yorulma direncinde parça üretimine imkân tanınmasına rağmen, bu parçaların ısıt kararlılıkları sınırlı olmaktadır. Ayrıca, enjektörlerde yanma sırasında oluşacak nemin ve enjektörlerin taşınması sırasında ortaya çıkabilecek korozyona uğrama riskinin de göz ardı edilmemesi gerekir. Bu nedenle dizel enjektör parçaları için, hem yüksek yorulma direnci hem de iyi bir korozyon dayanımı sağlayabilecek, kontrollü gaz nitrüleme prosesi geliştirilmiştir.

Nitrüleme, azotun ferrit fazındaki demir içine difüzyonu ile mikroyapı içinde metal-nitrür bileşiklerinin bulunduğu sert bir yüzey tabakası elde etme yöntemidir. Yüzeye yakın bölgelerde malzemeye yüksek sertlik kazandırmasına ilave olarak, basma kalıntı gerilmelerinin de oluşumunu sağlamaktadır. Nitrüleme prosesinde, amonyakın parçalanması ile yüzeye azot difüzyonunun gerçekleşmesi sonucunda oluşan çökeltilerin, işlem süresince giderek irileşmesi ile birlikte, malzeme içerisinde kalıntı gerilmeler meydana gelmektedir. Meydana gelen bu basma gerilmeleri, çatlak oluşumunu ve oluşan çatlağın ilerlemesini engelleyerek malzemenin yorulma

direncini artırır. Kontrolsüz olarak gaz nitr lenen par alarda kalıntı gerilmeler kontrol edilemediğinden yorulma direnci istenen y ksek deėerlere ulařamamaktadır. Sens r kontroll  gaz nitr leme iřleminde ise, azotun kimyasal potansiyeli gaz atmosferinde kontrol edilerek, malzemenin yorulma direncini istenen deėerlere artırmak m mk n olabilmektedir. Ayrıca kontroll  gaz nitr leme sayesinde, y zeyde oluřan beyaz tabakanın b y mesi de kontrol altına alınarak malzemeye korozyona karřı diren  de kazandırılabilir.

İstenilen yorulma direnci deėerlerine ulařabilmek i in  ncelikle malzemede oluřturulan kalıntı gerilmelerin  l  lebilmesi gerekir. İ  gerilmeleri  l mek i in var olan ultrasonik, manyetik veya termoelastik y ntemler seri  retim kontrolleri i in uygun deėildir. Kalıntı gerilme  l  m  i in en g venilir y ntem X-ıřını difraksiyonu y ntemi olmakla birlikte, bu y ntem i in kullanılan cihazın olduk a pahalı olmasından dolayı alternatif tekniklere ihtiya  duyulmuřtur. Bu baėlamda indentasyon y ntemi ile kalıntı gerilme  l  m  konusunda pek  ok geliřme kaydedilmiř ve bu indentasyon tekniėi sayesinde, X-ıřını difraksiyonu ile hemen hemen aynı g venilirlikte sonu lar veren, daha ekonomik bir  l  m y ntemi geliřtirilmiřtir.

Bu  alıřmanın amacı, kontroll  gaz nitr leme iřlemi ile sertleřtirilmiř 31CrMoV9  eliėinde, nitr leme potansiyelindeki ve nitr leme s resindeki deėiřime baėlı olarak kalıntı gerilme ve sertlik deėerlerindeki deėiřimi indentasyon tekniėiyle incelemek,  eliėin y zeyinden merkezine doėru gidildik e sertlik ve kalıntı gerilmelerinde g sterdiėi davranıřı belirlemek ve indentasyon y nteminin kalıntı gerilme  l  m  i in uygunluėunu arařtırmaktır.

## 2. TEORİK BİLGİLER

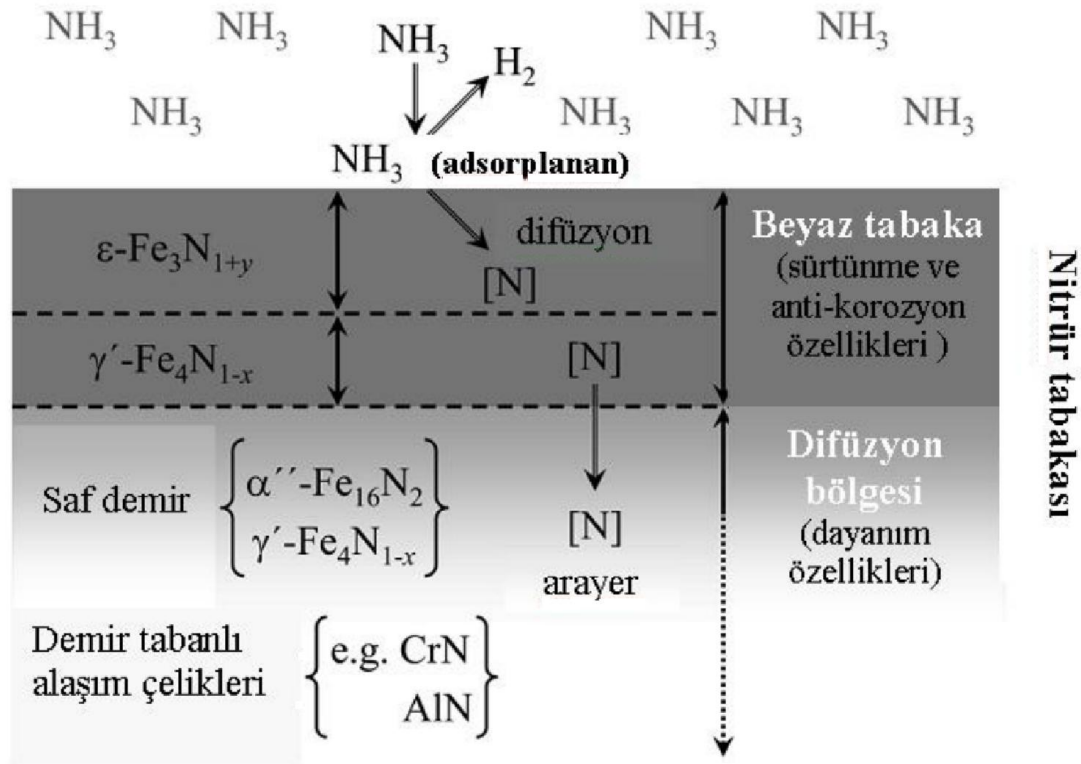
### 2.1 Nitrürleme

Nitrürleme, malzemelerin yüzey sertliğini ve yorulma dayanımını artırdığı kadar, aşınma ve korozyon direçlerini de geliştirmeye yarayan termokimyasal bir yüzey işlemidir [1]. Azotun ferrit fazındaki demir içine difüzyonu ile mikroyapı içinde metal-nitrür bileşiklerinin bulunduğu sert bir yüzey tabakası elde edilmesini sağlar. Çelik parça yüzeyine azot atomlarının ara yer atomu olarak gönderilmesi esasına dayanır. Nitrürleme ilk olarak 1900'li yılların başlarında hidrojen içeren azot ortamında Machlet tarafından gerçekleştirilmiş, günümüze kadar birçok endüstriyel uygulamadaki önemli yerini korumaya devam etmiştir [2, 3].

Nitrürlemenin; karbürleme, karbonitrürleme, nitrokarbürleme ve borlama gibi diğer yüzey sertleştirme işlemlerine kıyasla en büyük avantajı, 450-590°C gibi görece olarak daha düşük sıcaklıklarda yapılmasıdır. Bu sıcaklık aralığında işlem süresince herhangi bir faz dönüşümü meydana gelmemektedir. Malzeme yapısı ne ferritten östenite, ne de östenitten martenzite dönüşür. Diğer bir deyişle, işlem boyunca çelik, alaşımın yapısına göre ferrit veya sementit olarak değişmeden kalır. Bu, karbürleme gibi diğer geleneksel sertleştirme yöntemlerinde olduğu gibi, hacim merkezli kübik (HMK) ferrit yapısının büyüyerek yüzey merkezli kübik (YMK) östenit yapısına dönüşmemesi anlamına gelir. Ayrıca, hızlı soğutma ya da su verme gerektirmedikinden, östenitten martenzite dönüşüm de meydana gelmemektedir. Düşük sıcaklıkta uygulanması ve yüksek soğutma hızları gerektirmemesinden dolayı, nitrürlenmiş iş parçalarında çarpılma (distorsiyon) minimum seviyededir. Nitrürlemede boyutsal bir değişim de söz konusu değildir, yalnızca azotun difüzyonundan dolayı çelik yüzeyindeki hacim artışından ötürü hafif bir büyüme gerçekleşir [2].

Nitrürleme sonrasında çelik yüzeyinde alaşım tabakası ve hemen altında difüzyon bölgesi oluşmaktadır. Beyaz tabaka olarak da bilinen bu alaşım tabakası, ağırlıklı olarak hegzagonal sıkı paket (HSP) yapıdaki  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N ve YMK yapıdaki  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N

fazlarından meydana gelir [4]. Bu iki fazdan yalnızca biri oluştuğunda daha iyi mekanik özellikler elde edilmektedir. Tabakanın kalınlığı arttıkça süneklik de azaldığından, beyaz tabakanın optimum özelliklerine, tek fazlı ve minimum kalınlıktaki yapıda ulaşılabileceği söylenebilir. Beyaz tabakanın hemen altındaki bölge ise difüzyon tabakası olarak adlandırılır ve burada dışarıdan gelen azot, ferrit latisinin içerisinde çözünür. Saf demir yerine nitrür yapıcı elementleri (krom, molibden, vanadyum, alüminyum gibi) içeren bir çelik alaşımı kullanılırsa, difüzyon bölgesinde alaşım elementlerinin de nitrürleri oluşur [5]. Şekil 2.1’de nitrürlenmiş çeliğin beyaz tabaka ve difüzyon bölgesi şematik olarak gösterilmiştir [6].



Şekil 2.1 : Nitrür tabaka yapısı [6].

Beyaz tabaka malzemenin aşınma ve korozyon dirençlerinin gelişmesini sağlarken, difüzyon tabakası yorulma dayanımının artırılmasında önemli rol oynamaktadır [4]. Bununla birlikte beyaz tabaka,  $\epsilon$  ve  $\gamma'$  fazlarının farklı kafes yapıları içermesi nedeniyle yüksek iç gerilmelere sahip olduğundan bu bölgede, ufak bir kuvvetin etkisinde dahi mikro çatlaklar oluşabilmektedir [7]. Beyaz tabaka aynı zamanda yüksek sertlikte ve gevrek bir yapıda olduğundan nitrürleme sürecinde oluşumu istenmemektedir. Özel nitrürleme yöntemleriyle bu tabaka kalınlığı azaltılabilmekte veya daha az gevrek hale getirilebilmektedir.

### **2.1.1 Nitrürleme Yöntemleri**

Çeliğin içerisine difüze olacak azotun sağlandığı ortama bağlı olarak nitrürleme prosesi; gaz nitrürleme, plazma nitrürleme, tuz banyosu nitrürleme gibi çeşitli alt kategorilerde sınıflandırılabilir.

#### **2.1.1.1 Gaz nitrürleme**

Gaz nitrürlemede azotun çelik yüzeyine difüzyonu kontrollü bir atmosferde gerçekleşir. Çelik parçanın bulunduğu fırının içerisinden uygun sıcaklıkta azot içeren gaz (genellikle amonyak,  $\text{NH}_3$ ) geçirildiğinde azot içeren gaz parçalanır ve açığa çıkan azot metal parçasına nüfuz eder. Özellikle yüzeyinin homojen sertleştirilmesi istenen karmaşık şekilli bazı mühendislik parçalarında, gaz nitrürleme yüzey özelliklerini geliştirmek için en etkili yöntemlerden biridir [8].

#### **2.1.1.2 Plazma nitrürleme**

İyon nitrürleme olarak da bilinen plazma nitrürleme yönteminde, malzeme yüzeyine iyonize edilmiş azotu yaymak için aktif ve reaktif plazma hali kullanılır. Plazma hali, vakum altında yüksek voltajlı elektrik enerjisinden elde edilir. Azot iyonları, katot görevi gören iş parçasına hızla çarparlar. Bu iyon bombardımanı iş parçasını ısıtır, yüzeyini temizler ve açığa çıkan azotun çeliğe difüze olmasını sağlar [9].

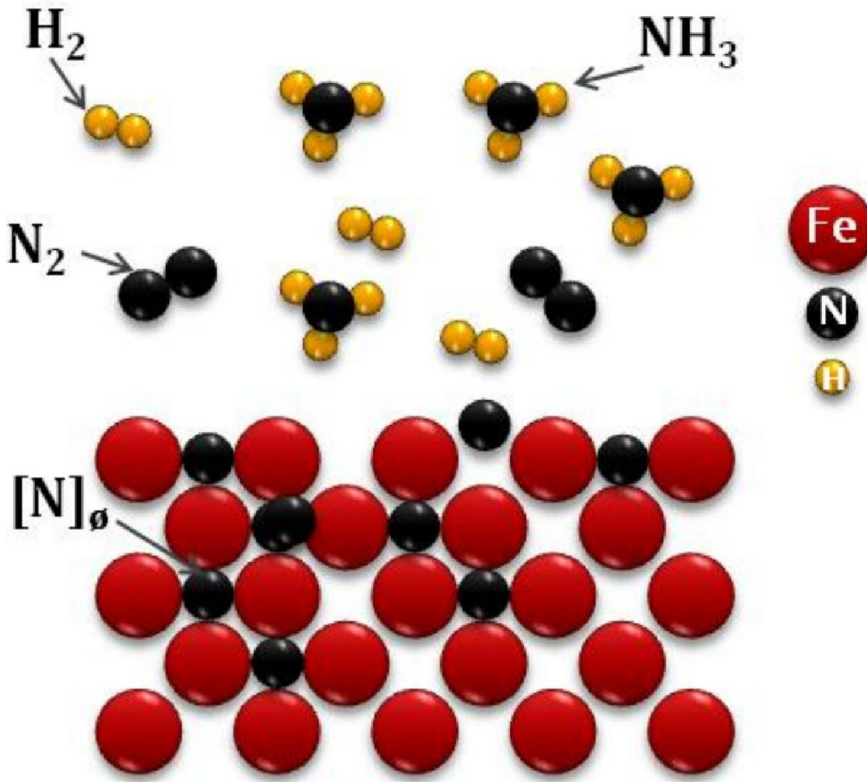
#### **2.1.1.3 Tuz banyosu nitrürleme**

Tuz banyosu nitrürleme işlemi karbon çeliklerine, düşük alaşımlı çeliklere, takım çeliklerine, paslanmaz çeliklere ve dökme demirlere uygulanabilir. Yüzey sertleştirme ortamı siyanitleri ve siyanatları içeren erimiş tuz banyosudur. İşlem süresince iş parçasının boyutsal kararlılığı korunur, dolayısıyla bir daha işlem görmeyecek tamamlanmış iş parçalarının bu yöntemle nitrürlenmesi uygundur [10].

### **2.1.2 Gaz Nitrürlemenin Kinetiği ve Termodinamiği**

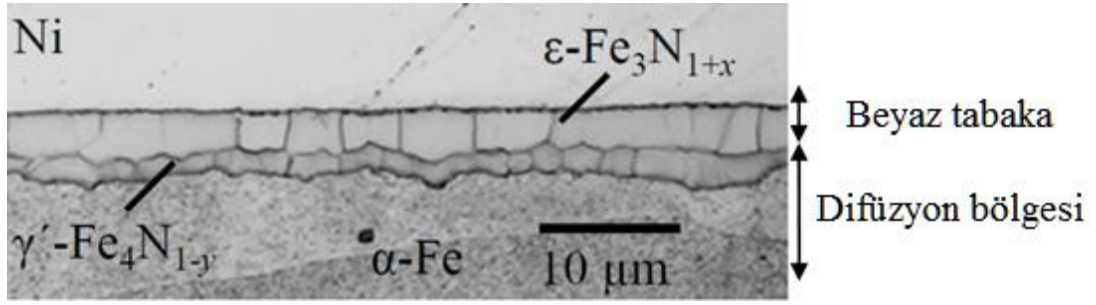
Gaz nitrürleme işleminde çelik iş parçası, taşıyıcı gaz atmosferine maruz bırakılır. Burada taşıyıcı gaz olan amonyak parçalanır ve azotun çelik yüzeyine yayılımı gerçekleşir. Genellikle 490-580°C sıcaklık aralıklarında çalışılan bir yöntemdir. Gaz nitrürleme prosesi dört aşamadan oluşur. İlk aşamasını gaz fazındaki reaksiyonlar oluşturur. Bu aşama genellikle  $\text{N}_2$ ,  $\text{H}_2$  ve  $\text{NH}_3$  gazlarının reaksiyonlarını içermektedir. İkinci aşamada çözünmüş  $\text{N}_2$  ve  $\text{H}_2$  ile saf haldeki amonyakın gaz

atmosferi boyunca difüzyonu gerçekleşir. Gaz nitrürlemenin üçüncü aşamasını çelik yüzeyindeki reaksiyonlar oluşturur. Azot burada demirle  $Fe_3N$  ve  $Fe_4N$  bileşiklerini oluşturarak çok sert ve kırılgan bir faz meydana getirir. Dördüncü ve son aşamada ise çeliğin içerisine difüzyon gerçekleşir. Azotun çelik içerisine difüzyonunun, nitrürleme hızı üzerinde büyük etkisi vardır. Prosesin hızını belirlemek için işlemin en yavaş basamağı seçilmelidir [11]. Gaz nitrürleme prosesindeki temel ayrışma reaksiyonu aşağıdaki gibidir. Prosesin difüzyon mekanizması ise şematik olarak Şekil 2.2’de gösterilmiştir [10].



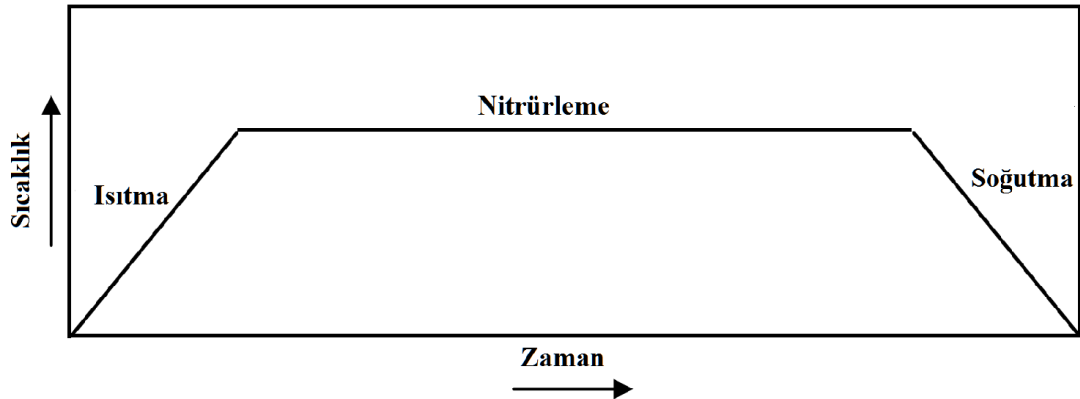
**Şekil 2.2 :** Gaz nitrürleme prosesindeki difüzyon mekanizması [10].

Gaz nitrürleme, genellikle  $NH_3$  ve  $H_2$  gaz akışlarının gerçekleştiği bir fırın atmosferinde metalik iş parçasının konumlandırılması ve gazların bu iş parçasına çarparak meydana getirdikleri gaz-metal reaksiyonunu içerir. Nitrürlenmiş bölge, içerisinde demir nitrürleri ihtiva eden alaşım tabakası ve çözünmüş veya alaşım elementleriyle nitrür çökeltisi oluşturmuş azotun yer aldığı difüzyon tabakası olmak üzere alt gruplara ayrılmaktadır. Şekil 2.3’te  $\alpha$ -Fe nitrür tabakasının Nital ile dağlandıktan sonraki optik mikroskop görüntüsü verilmiştir [12].



**Şekil 2.3 :** Gaz nitrülenmiş  $\alpha$ -Fe tabakasının Nital ile dağlandıktan sonraki optik mikroskop görüntüsü [12].

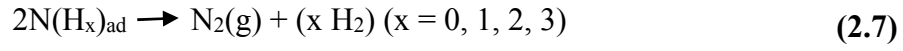
Gaz nitrüleme prosesi ısıtma, nitrüleme ve soğutma olmak üzere üç farklı aşamadan meydana gelir, bu aşamalar Şekil 2.4'te gösterilmiştir. Isıtma süresince malzemenin sahip olduğu iç gerilmeler giderilmektedir. Nitrüleme kademesinde işlem düşük sıcaklıkta yapıldığı için herhangi bir faz dönüşümü meydana gelmemektedir ve malzeme boyutsal olarak kararlı durumdadır. Soğutma sürecinde yine östenit sıcaklığının altında çalışılmasından ötürü faz dönüşümü gerçekleşmemektedir.



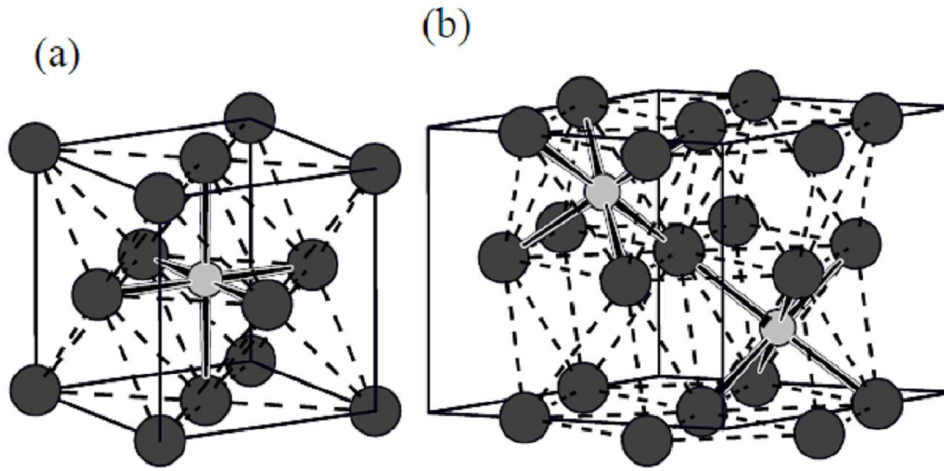
**Şekil 2.4 :** Nitrüleme prosesinin kademeleri.

$\text{NH}_3$  molekülleri ile katalitik olarak aktif yüzeylerin arasındaki etkileşimin kesin olarak tanımlanması, katalitik reaksiyonlar boyunca seçiciliğin hangi faktörler tarafından belirlendiğinin anlaşılması açısından önemlidir.  $\text{NH}_3$  adsorpsiyonunu ve ayrışmasını içeren ana reaksiyonlar aşağıda verilmiştir [13].

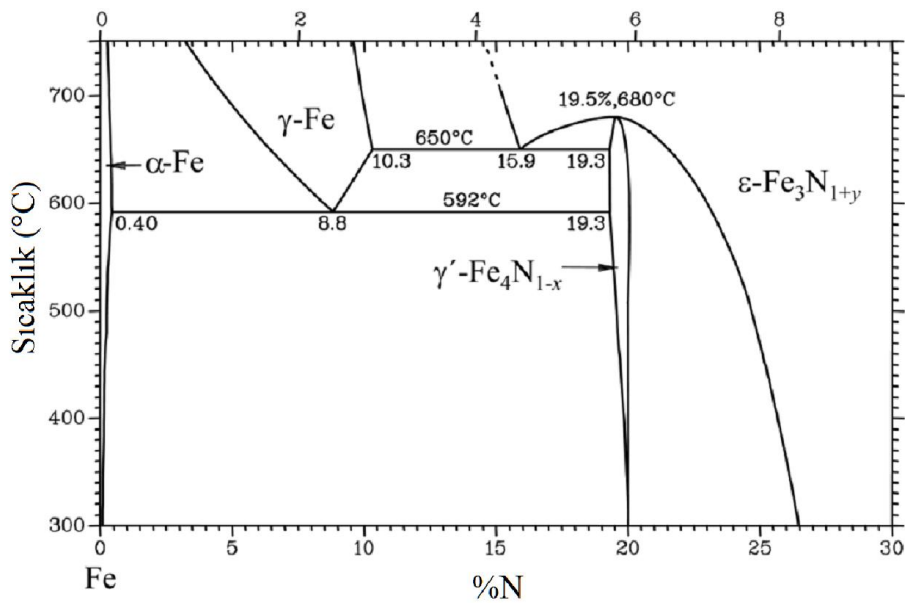




Nitrüleme boyunca alaşım tabakasında meydana gelen en önemli fazlar HSP yapıdaki  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$  ve YMK yapıdaki  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$  bileşikleridir. Her iki fazda da oktahedral boşluklar azot tarafından kısmen işgal edilmiştir. Şekil 2.5'te  $\epsilon$  ve  $\gamma'$  fazlarının kristal yapısı şematik olarak gösterilmiştir [12].



**Şekil 2.5 :** (a)  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$  ve (b)  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$  fazlarının kristal yapısı. Koyu küreler demir atomlarını, açık küreler azot atomlarını temsil etmektedir. Fe-Fe bağları kesikli, Fe-N bağları sürekli çizgilerle gösterilmiştir [12].

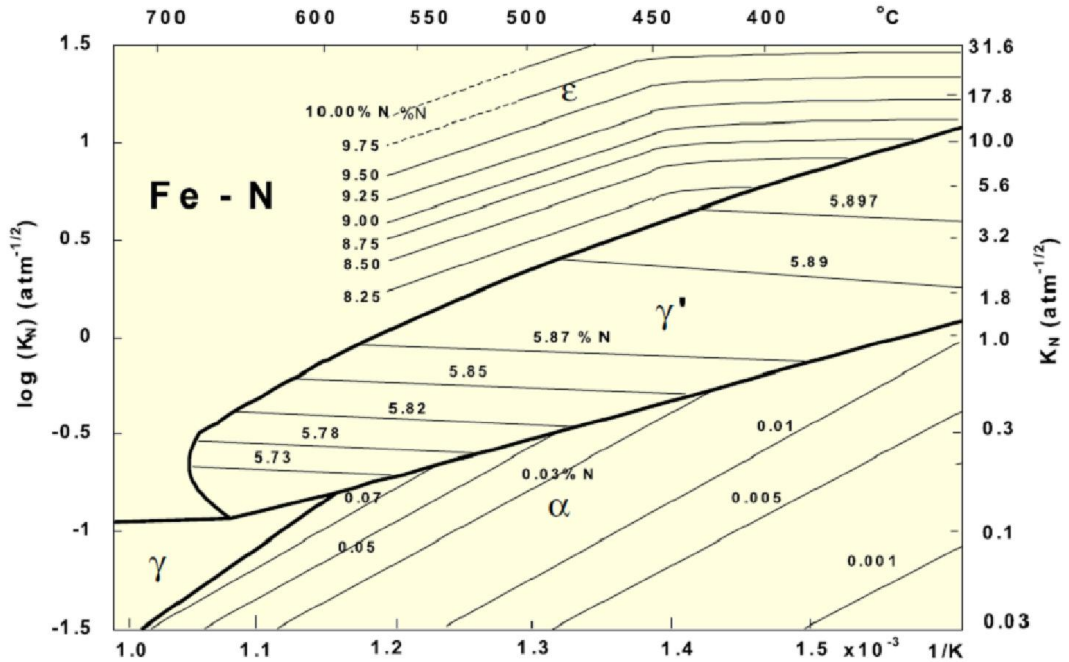


**Şekil 2.6 :** Fe-N faz diyagramı [14].

Standart Fe-N ikili faz diyagramının bir kısmı Şekil 2.6'da verilmiştir. Diyagramda ferrit ( $\alpha$ -Fe), östenit ( $\gamma$ -Fe),  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ve  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N faz bölgeleri belirtilmiştir [14]. İşlem parametreleri ve elde edilen yüzey tabakasının morfolojisi arasındaki ilişki, önceden tanımlanan kompozisyon, yapı ve özelliklerin gerçekleştirilmesine bağlıdır. Bu nedenle yeniden üretilebilir ve kontrol edilebilir bir prosese ihtiyaç duyulmaktadır. İyi bir kontrollü nitrürleme işlemi için kimyasal potansiyel bilgisi ve kontrolünün yanı sıra, NH<sub>3</sub>/H<sub>2</sub> gaz karışımından sağlanan azot aktivitesi de bilinmelidir. Azot sağlayıcı ortam olarak N<sub>2</sub> kullanılmamaktadır çünkü atmosfer basıncında azotun aktivitesi oldukça düşüktür [14].

Ferrit ve NH<sub>3</sub>/H<sub>2</sub> gaz karışımı arasında termodinamik bir eşitlikten söz edilebilmesi için azotun gaz fazındaki ve katı fazındaki kimyasal potansiyeli birbirine eşit olmalıdır. Sabit sıcaklıkta katı içerisinde çözülmüş azotun aktivitesi bir oran sayesinde kontrol edilir. Aşağıdaki denklemde verilen bu orana nitrürleme potansiyeli ( $K_N$ ) denilmektedir.

$$K_N = \frac{p_{NH_3}}{p_{H_2}^{3/2}} \quad (2.8)$$



Şekil 2.7 : Lehrer diyagramı [16].

Nitrürleme potansiyeli (numune yüzeyinde azot aktivitesi) fırın boyunca geçirilen gaz karışımının kompozisyonuyla ayarlanır. Gaz karışımının kontrolü kalibre edilmiş

yüksek hassasiyette kütle akışı kontrol cihazlarıyla sağlanır. Nitrürleme potansiyeli, sıcaklık ve süre de dahil olmak üzere kontrollü nitrürleme prosesi için en önemli parametredir. Nitrürleme potansiyeli gaz fazındaki azotun kimyasal potansiyelini, dolayısıyla Fe ve  $\text{NH}_3/\text{H}_2$  gaz karışımının arayüzeyinde çözünen azot aktivitesini etkiler. Lehrer adlı bir araştırmacı, Fe-N ikili faz diyagramından faydalanıp, sıcaklık ve nitrürleme potansiyeline bağlı olarak oluşan Fe-N faz bölgelerini belirlemiştir [15]. Lehrer'in tanımladığı nitrürleme potansiyeli ile gaz atmosferindeki hidrojen/amonyak ilişkisi belirlenebilmektedir. Bu diyagram sayesinde nitrürleme potansiyeli ile beyaz tabaka kalınlığı optimize edilebilir. Lehrer diyagramı olarak adlandırılan bu grafiğin izokonsantrasyon çizgilerini de içeren genişletilmiş hali Şekil 2.7'de gösterilmiştir [16]. Faz sınırlarının yanı sıra Lehrer diyagramı, sabit azot konsantrasyon çizgilerini de göstermektedir. Lehrer diyagramı nitrürleme sonunda oluşacak kesin fazı ayarlamayı sağlamasına ek olarak, demir numune yüzeyindeki kesin azot konsantrasyonunun da bilinmesini sağlamaktadır [14].

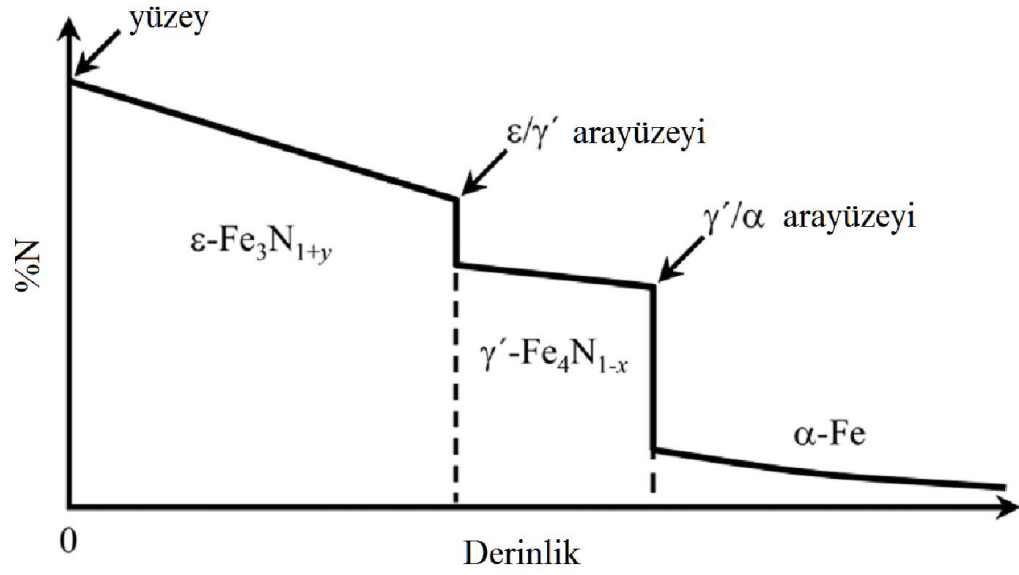
### 2.1.3 Nitrür Tabakasının Morfolojisi ve Yapısı

Nitrürleme işlemi boyunca nitrürlenmiş bölgelerdeki büyüme, demir altkafesindeki oktohedral arayerlerine azot atomlarının difüzyonu ile kontrol edilmektedir. Ferrit matrisindeki çözünmüş azot ile  $\text{NH}_3/\text{H}_2$  gaz karışımı arasındaki lokal eşitlik, yalnızca numune yüzeyinde sağlanabilmektedir. Yüzeyin hemen altında azot konsantrasyonu azalmaktadır, bunun nedeni içe doğru difüzyonun devam etmesi ve dolayısıyla artan derinlikle birlikte ferrit içerisindeki azotun kimyasal potansiyelinin azalmasıdır [12].

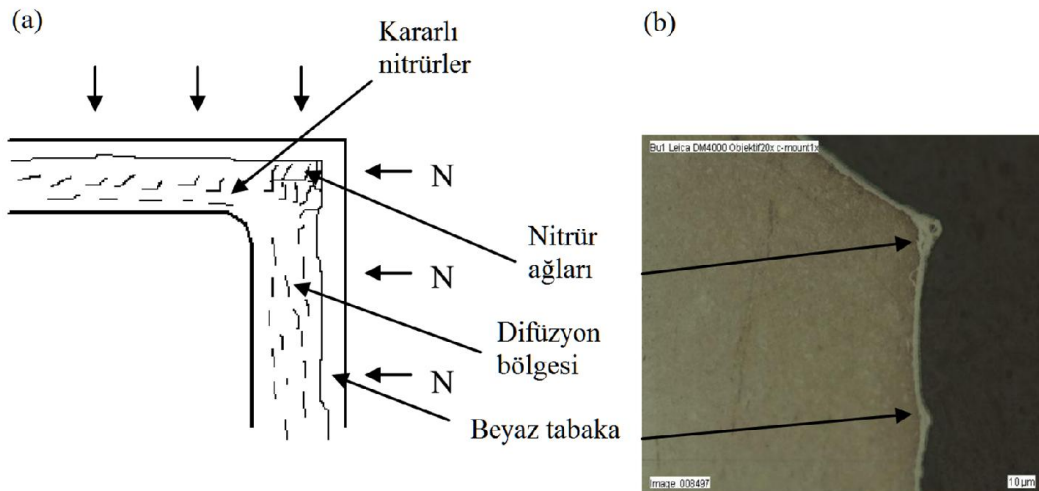
Alaşım tabakasının büyümesine etki eden parametrelerden bir tanesi nitrürleme potansiyelidir. Nitrürleme potansiyeli demir nitrür oluşumuna olanak tanımadığı sürece nitrür bölgesi yalnızca çözünmüş azot içeren ferrit fazını içerecektir. Nitrürleme potansiyeli demir nitrür oluşumunu mümkün kıldığı takdirde ise yüzeydeki azotun lokal eşitlik konsantrasyonuna bağlı olarak ya yalnızca  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$  bileşiği ya da  $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$  ile  $\gamma\text{'-Fe}_4\text{N}$  bileşikleri bir arada oluşacaktır. Saf  $\alpha\text{-Fe}$  matrisinin nitrür bölgesindeki derinliğe bağlı azot konsantrasyonu Şekil 2.8'de verilmiştir [12].

Özellikle iki aşamalı gaz nitrürleme proseslerinde, alaşım tabakasının meydana gelmesini sağlayan bir diğer parametre de sıcaklıktır. İşlemin temel prensibi, yüzey difüzyonu için uygun azot miktarını azaltmak ve sıcaklığı artırarak hızlı difüzyonun sağlandığından emin olmaktır. İkinci aşamanın sıcaklığı dikkatli seçilmelidir çünkü

yüksek sıcaklık, tane sınırlarının dış yüzeylerinde oluşacak demir nitrürlerden dolayı özellikle keskin köşelerde, hata oluşumuna sebep olma riski taşımaktadır. Şekil 2.9'da numune köşelerindeki azotça zenginleşmenin oluşturduğu nitrür ağlarının illüstrasyonu (a) ve nitrürlenmiş çeliğin optik mikroskoptaki görüntüsü (b) verilmiştir. Bununla birlikte yüksek sıcaklık, numunenin son sertlik değerine etki etmemekte, yalnızca difüzyon hızını artırmaya yaramaktadır [2].



**Şekil 2.8 :** Saf  $\alpha$ -Fe matrisinin derinliğe bağlı olarak gösterdiği azot konsantrasyonu değişimi [12].

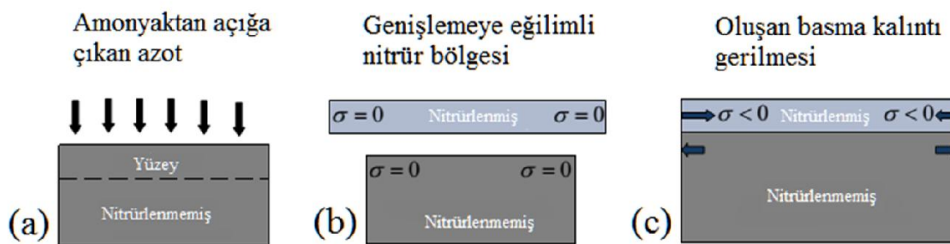


**Şekil 2.9 :** (a) Numune köşesinde azotça zenginleşmenin etkisi, (b) 500°C'de 10 saat  $K_N=0.4 \text{ atm}^{-1/2}$  de nitrürlenmiş çeliğin mikroskop görüntüsü [2].

Nitrüleme boyunca nitrürlerin oluşumu, ferrit matrisinin mikroyapısına (saf demir, alaşımlı demir veya çelik oluşuna) göre değişiklik göstermektedir. İstenen tribolojik ve anti korozyon özellikler beyaz tabaka tarafından sağlanır. Beyaz tabakanın hemen altındaki azotun ferrit matrisi içerisinde büyük oranda çözüldüğü difüzyon tabakasında  $\alpha$ -Fe,  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ve  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> fazları görülmektedir. Demir tabanlı alaşım veya çeliklerde, Ti, V, Mo, Al gibi nitrür yapıcı elementlerin de çökeltileri oluşmakta ve bu alaşım elementlerinin oluşturduğu nitrürler yorulma davranışını geliştirmektedir [14].

## 2.2 Kalıntı Gerilme

Nitrürlenmiş malzemelerde aşırı azotun ve kalıntı gerilmelerin yorulma dayanımı üzerinde büyük etkisi vardır. Nitrür tabakasındaki aşırı azotun varlığı, yapıda uyumsuz çökeltiler oluşturarak kalıntı gerilme davranışını değiştirebilmektedir. Kalıntı gerilme, dışarıdan yük uygulaması olmadan bir malzeme içinde var olabildiği gibi, malzeme içinde sabit ve çevresi ile denge durumunda olan gerilme olarak da tanımlanabilir [17]. Kalıntı gerilmeler malzeme içerisinde genellikle ısıtılma işlem ve talaş kaldırma gibi işlem basamaklarının sonucunda ortaya çıkmaktadır. Kalıntı gerilmelerin mekanik, termal, plastik, faz dönüşümü gibi pek çok farklı kaynağı vardır. Kalıntı gerilmeye neden olan bütün bu sebepler esas olarak yapıdaki uyumsuzluklardan kaynaklanmaktadır. Bu uyumsuzluklar; farklı parçalar arasında, farklı fazlar arasında veya aynı parçadaki farklı bölgeler arasında görülebilmektedir. Nitrür çökeltileri ile ferrit matrisi arasında görülen bu uyumsuz eşleşmeler dislokasyon hareketini engelleyerek sertliğin artmasına neden olmaktadır. Artan sertliğin ve kalıntı gerilme oluşumunun kaynağı, Şekil 2.10'da şematik olarak gösterilmiştir [18].



**Şekil 2.10 :** (a) NH<sub>3</sub>'ün ayrışması ve azotun difüzyonu, (b) nitrür çökeltilerinin etkisiyle nitrür zonunun irileşmesi, (c) basma kalıntı gerilmelerinin oluşması [18].

Nitrüleme devam ettikçe, oluşan nitrür çökeltlerinde irileşme meydana gelir. Bu irileşme mekanizması iki şekilde ortaya çıkar. İlk mekanizmada sürekli irileşme ile daha küçük tanelerin yerini daha büyük partiküller almaktadır. İkinci mekanizmada ise süreksiz irileşme ile alternatif bir ferrit - nitrür lamel yapısı büyümektedir. Bu irileşme mekanizmasının hangi şekilde gerçekleşeceği, çeliğin yapısındaki alaşım elementlerine bağlı olarak değişmektedir. Örneğin alaşımdaki krom ve vanadyum miktarı %2'nin altında ise sürekli büyüme meydana gelmektedir, %2-10 arasında ise hem sürekli hem süreksiz büyüme gerçekleşmektedir, %10'un üzerinde ise yalnızca süreksiz irileşme görülmektedir. Nitrür çökeltleri nitrürlenmiş alaşım ve çeliklerde kalıntı gerilmelerin meydana gelmesinde büyük öneme sahiptir. Azot alaşım elementleriyle nitrürler oluşturup çökelerken nitrülenmemiş bölgeler sabit kaldığından, nitrülenmiş bölgeler hacim değişikliğinden dolayı genişleme eğiliminde olurlar. Nitrülenmiş bölge ile nitrülenmemiş bölge birbirlerine bağlı olduklarından nitrülenmiş bölgenin genişlemesi kolay değildir. Aradaki farklılıkları denkleştirmek için iki farklı bölge arasında basma kalıntı gerilmeleri oluşur. Ayrıca mekanik eşitliğin korunması amacıyla, nitrülenmiş bölgenin altında çekme gerilmesi de oluşabilmektedir [18].

Malzemeye uygulanmış tüm yük giderildikten sonra malzemede arta kalan gerilmenin kalıntı gerilme olarak adlandırıldığı bilinmektedir. Kalıntı gerilmeler homojen olmayan elastik veya plastik deformasyon sonucu meydana gelirler. Uygulanan gerilmelerin aksine, kalıntı gerilmelerin ölçümü oldukça zordur. Kalıntı gerilmeler makrogerilmeler ve mikrogerilmeler olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Makrogerilmelerde uyumsuzluklar geniş aralıklara dağılmıştır. Mikrogerilmeler ise iki farklı faz arasında görülür ve farklı fiziksel karakteristik özellikler gösterirler. Örneğin inklüzyon ve matriste mikrogerilmeler, gömülü partiküller arasında bulunabilirler. Uyumsuzluklar makrogerilmelere görece olarak daha kısa aralıklarla konumlanmışlardır [19].

### **2.2.1 Nitrüleme Parametrelerinin Etkisi**

Nitrüleme potansiyeli, sıcaklık ve zaman, nitrülenmiş çelik ve alaşımlarında kalıntı gerilme profilini etkileyen çok önemli parametrelerdir. Buna ilave olarak kalıntı gerilmeyi etkileyen diğer parametreler olarak, soğutma hızı ve pasifleştiriciler örnek verilebilir [19]. Kalıntı gerilmenin ana sebepleri aşağıda gösterilmektedir.

- Difüzyon bölgesi ve çökelme mekanizmasında gerçekleşen faz dönüşümleri
- Difüzyon bölgesinde kimyasal kompozisyonun değişmesi
- Faz dönüşümlerine ve oluşan çökeltilerin irileşmesine bağlı olarak meydana gelen hacimce büyüme
- Tabaka oluşumu boyunca genişleme katsayısındaki farklılıklardan dolayı oluşan termal etkiler
- Alaşım tabakasında demir nitrürlerin oluşumu
- Ferrit matrisinin içerisinde çözünen azot
- Difüzyon bölgesinde meydana gelen dekarbürizasyon
- Soğutma boyunca tabaka ve altlık malzeme arasında meydana gelen termal çekme farklılıkları [20].

Azot ve nitrür yapıcı elementlerin kimyasal afinitesine göre, difüzyon bölgesi ve beyaz tabaka farklılık göstermektedir. Kalın, tek fazlı  $\epsilon$  tipi beyaz tabaka arzu edildiği zaman yüksek işlem sıcaklıklarına çıkılması gerekir. Üiform, düzenli dağılmış çökeltiler ile nitrür tabakası oluşturulduğunda difüzyon bölgesinde yüksek sertlik değerlerine ulaşılır. Nitrüleme potansiyeli yüksek tutulduğunda çelik yüzeyinde oluşan beyaz tabaka kalınlığı artar. Yüksek işlem sıcaklıklarına çıkılması sertlik değerlerini çok etkilemeyip kalıntı gerilmelerin azalmasına neden olur [20].

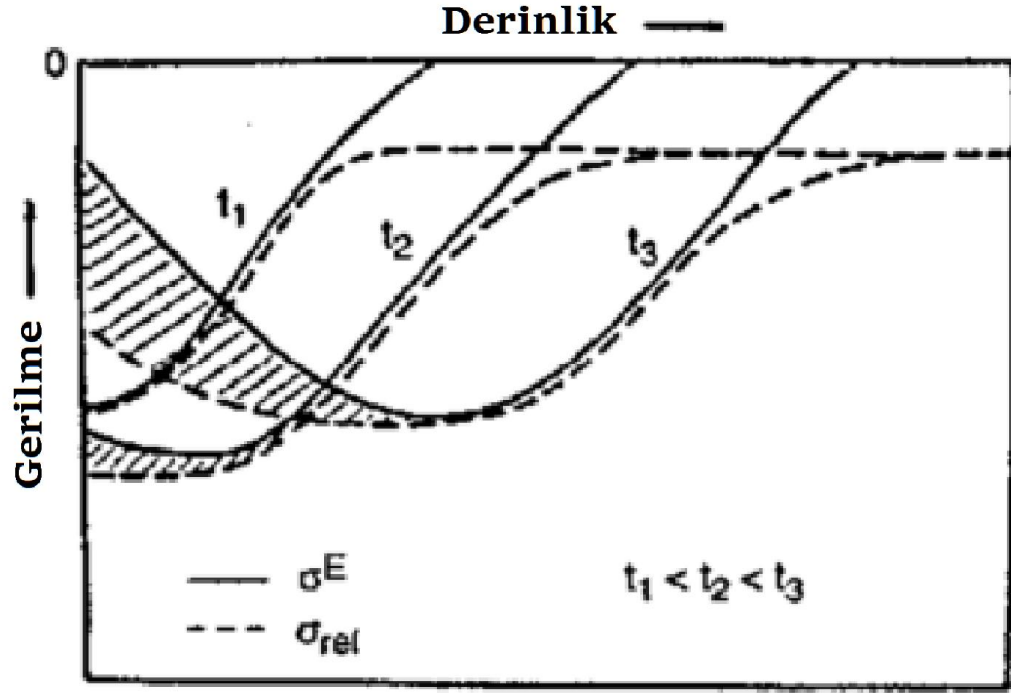
Diğer bir önemli parametre çelik yüzeyinin aktivitesidir. Hafif imalat ya da yıkama gibi prosesler, çelik yüzeyinin pasifleşmesine neden olabilir. Bu pasifleşme daha sonradan nitrürlemenin verimsiz yapılmasına sebep olmaktadır [20].

Nitrüleme süresi de nitrürlenmiş çeliklerdeki kalıntı gerilmeyi etkileyen faktörlerden biridir. Uzun nitrürasyon süreleri çelik yüzeyinde çekme gerilmesi oluşumuna ya da basma kalıntı gerilmelerin minimum değerlerde olmasına neden olur. Nitrüleme süresinin kalıntı gerilmeye etkisi Şekil 2.11’de şematik olarak gösterilmiştir.

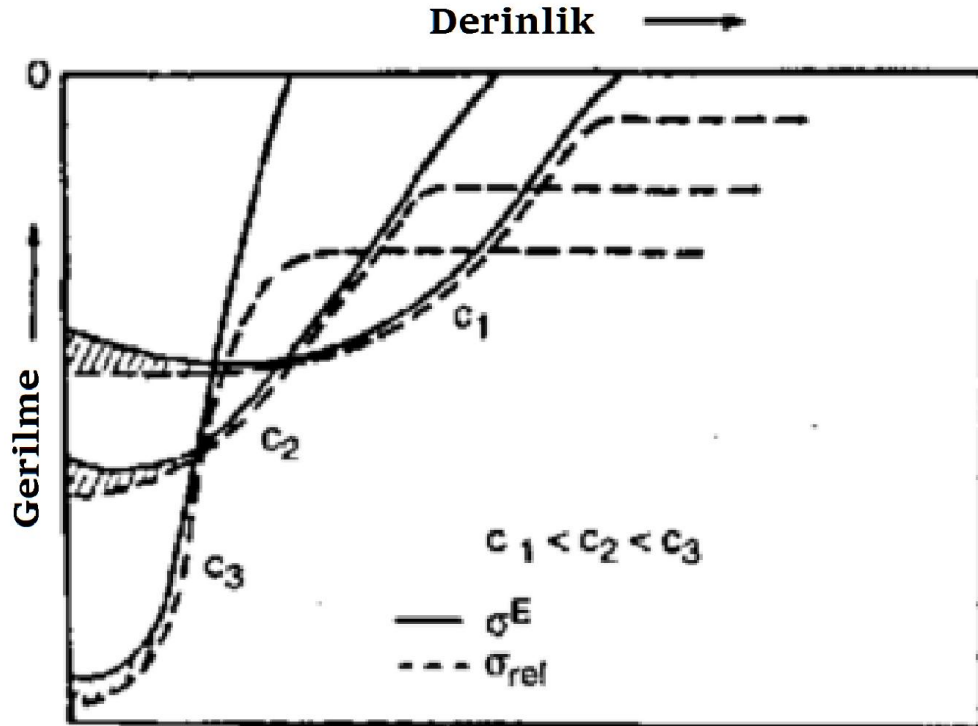
### **2.2.2 Alaşım Elementlerinin Etkisi**

Malzeme kompozisyonu nitrürlenmiş çeliklerde kalıntı gerilmelerin durumunu etkilemektedir. Kullanılan çelik bileşimi hem çökelti morfolojisini hem de difüzyon bölgesinde azotun nasıl davranış göstereceğini belirler. İçeriğinde etkili nitrür yapıcılar bulunan çelikler yüksek basma gerilmesine sahip tabakalar oluştururlar.

Alaşım elementi konsantrasyonunun kalıntı gerilmeye etkisi Şekil 2.12’de gösterilmiştir.

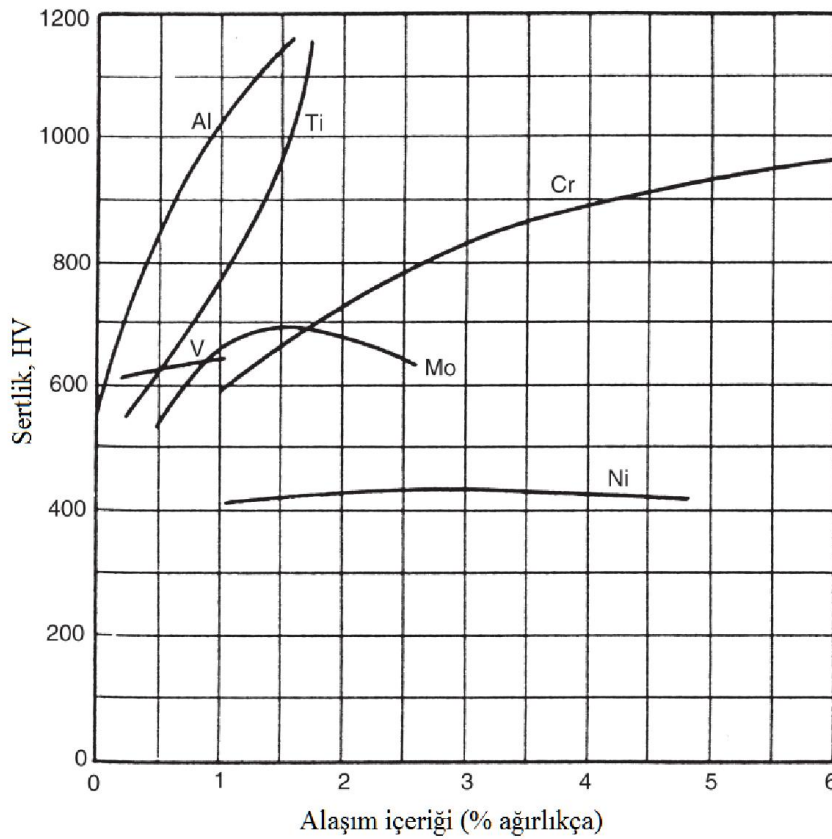


Şekil 2.11 : Nitrürleme süresinin kalıntı gerilmeye etkisi [20].



Şekil 2.12 : Alaşım elementi konsantrasyonunun kalıntı gerilmeye etkisi [20].

Nitrür yapıcı elementin tipinin yalnızca kalıntı gerilme üzerinde değil, nitrür zonunun sertliği ve morfolojisi üzerinde de önemli etkisi vardır. Alüminyum en güçlü nitrür yapıcıdır, %1.5 oranında optimum özellikleri sağlamaktadır. Düşük alaşımlı krom içeren çelikler alüminyum içeren düşük alaşımlı çeliklere göre daha sünek davranış göstermektedir ancak bu çeliklerin de sertlikleri düşüktür. Yüksek krom oranlarında, etkileri hemen hemen alüminyum ile aynı olmaktadır. Molibden kararlı nitrürler oluşturan bir elementtir, gevrekleşmeyi azaltıcı etki göstermektedir. Vanadyum kararlı ve sert nitrür yapıcı bir elementtir. Nikel, bakır, silisyum ve mangan elementleri nitrür oluşumu üzerinde çok az bir etkiye sahiptir. Kurşun ilavesi ise nitrürleme üzerinde negatif etkiye sahiptir, nitrür tabakasının derinliğini azaltır ve sertliğini düşürür. Alaşım elementi ilavesinin nitrürleme sonrası sertliğine etkisi Şekil 2.13’de gösterilmiştir [2].



**Şekil 2.13 :** Alaşım elementi miktarının nitrürleme sonrası sertliğe etkisi [2].

Çeşitli araştırmalar demir-alaşım elementi ikili sistemleri üzerinden nitrürleme davranışını anlamaya yoğunlaşmıştır. Bu araştırmalar genel olarak nitrürleme işlemi boyunca alaşım elementi ile azot arasındaki ilişkiye bağlı olarak çökelti oluşumunun kinetiği üzerine olmuştur. Bu etkileşimler zayıf, güçlü veya orta seviyede

olabilmektedir. Arařtırmalar yapılırken daha çok Fe-Cr, Fe-Mo, Fe-Al gibi nitrür yapıcı elementlerin ikili etkileřimleri üzerinde durulmuřtur.

### **2.2.2.1 Demir-krom alařımları**

Krom güçlü bir nitrür yapıcı olarak nitrürleme proseslerinde genellikle kullanılan bir alařım elementidir. Nitrürlemenin bařlangıcında, koherent CrN bileřimi çökelmektedir, bu sayede sertlik artmaktadır. Sertlikteki bu artışın nedeni řekil deęiřtirme bölgelerinin ferrit matrisi ile CrN partikülleri arasında uyumsuzluęa neden olan çökelti tarafından kuřatılmasıdır. Bu çökelti ve neden oldukları uyumsuzluk, dislokasyon hareketini engellemektedir [21].

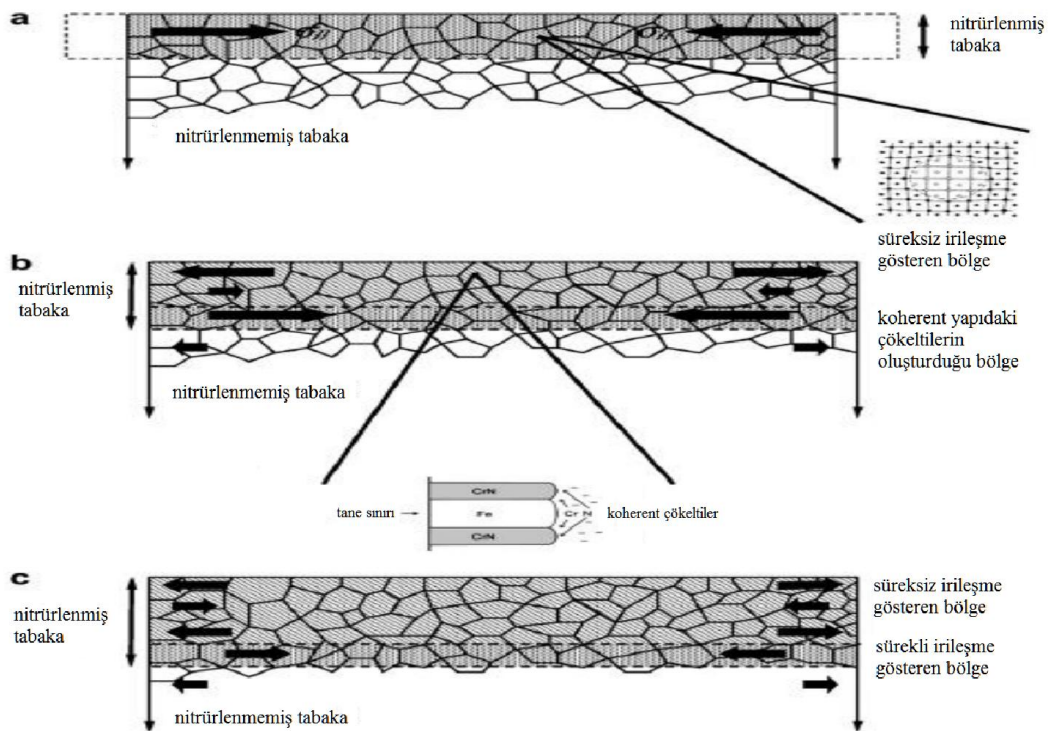
Nitrürleme süresi artırıldığında, CrN partiküllerinde irileřme meydana gelir. Bu irileřme olayı, koherent yapının kaybolması ve řekil deęiřtirme enerjisinin azalması ile iliřkilidir. İrileřme prosesi sürekli ve süreksiz irileřme olmak üzere iki řekilde gerçekteřir. Sürekli irileřme mekanizmasında küçük partiküller genişleyerek büyük partiküller haline gelmektedir. Süreksiz irileřmede ise ferrit matrisi ve CrN çökeltisinin alternatif katmanlı bir yapıda büyüdüęü görölmektedir [21].

Bu iki tür reaksiyon da aynı řekilde davranıř gösterir ve sertlikte düşüře neden olurken katmanlı mikroyapıya etki ederler. Temelde, bu irileřme mekanizması çelięin yapısındaki krom miktarına göre deęiřiklik gösterir. Aęırlıkça %0-2 arasında Cr içeren yapıda genel olarak sürekli irileřme görölürken %2-10 arasında Cr içeren çelikte hem sürekli hem süreksiz irileřmeler meydana gelir. %10'un üzerindeki Cr içeriklerinde ise tamamen süreksiz irileřme mekanizması yapıya hakimdir [21].

Çökeltielerin oluřum mekanizmasını anlamak için pek çok sayıda çalıřma yapılmasına raęmen bu mekanizmalar ile kalıntı gerilme profili arasındaki korelasyon halen problem yaratmaktadır. Diaz ve arkadaşlarının yaptıkları çalıřma çökelti mekanizmasını ve kalıntı gerilme profiliyle iliřkisini açığa çıkarmak için yapılan son çalıřmalardan biridir. Bu çalıřmada ařaęıdaki bulgulara ulařılmıřtır.

- Nitrürleme boyunca düşük ve yüksek yüzdeli krom içeren demir bazlı alařımlarda nitrürlenmiř bölgelerde kompleks kalıntı makrogerilmeleri oluřmuřtur. Bu oluřan gerilmeler mikroyapıdaki deęiřiklikler ile doğrudan iliřkilidir.

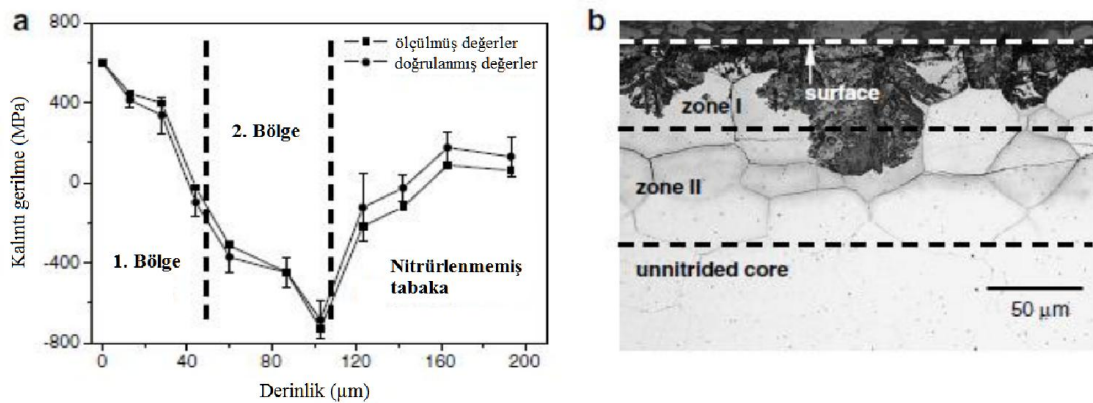
- Nitrürlenmiş bölgenin mikroyapısı farklı oranlarda meydana gelen iki mekanizmaya bağlıdır. Bunlardan ilki nitrür zonunun, ikincisi ise süreksiz irileşme bölgesinin büyümesidir. Düşük Cr içeren Fe-Cr alaşımları için süreksiz irileşme bölgesinin büyüme hızı, nitrürlenme hızından daha küçüktür. Cr yüzdesi yüksek olan Fe-Cr alaşımları içinse süreksiz irileşmenin büyüme hızı nitrürlenme hızına ya eşittir ya da daha büyüktür. Bunun sonucunda bu alaşımların nitrür zonu, tamamen süreksiz irileşmiş tanelerden meydana gelmiştir.
- Süreksiz irileşmelerin meydana gelmesi, genellikle serbest yüzey olarak adlandırılan başlangıçtaki basma gerilmesinin kısmi gevşemesi ile alakalıdır. Yüksek Cr içeren alaşımların nitrürlenme işlemi devam ettikçe, kalıntı gerilme – derinlik profillerinde yüzeye yakın bölgelerde çekme gerilmesi, nitrürlenmiş bölgenin daha iç kısımlarında ise basma gerilmeleri oluşmuştur.



**Şekil 2.14 :** Düşük krom içeren çelikteki çökelti davranışı. (a) Nitrürlemenin ilk aşaması, koherent çökeltilerin oluşumu, (b) Nitrürlenme devam ettikçe süreksizliklerin koherent çökeltilerin yerini alması ve basma yönünde kalıntı gerilme oluşturması, (c) Devam eden nitrürlenme ile yüzeydeki çekme gerilmesinin süreksiz irileşen bölge ile koherent çökelti bölgesi arasında geçiş bölgesi oluşturması [21].

- Düşük Cr içeren alaşım için nitrürlemenin ilerleyen kademelerinde, mikroskopaltı koherent yapıda oluşan nitrürleşmiş bölgenin yüksek basma kalıntı gerilmelerine neden olduğu görülmüştür. Bu yüksek basma gerilmeleri, bölgenin hemen altındaki ve üstündeki çekme gerilmesi sayesinde dengelenmektedir. Sonuç olarak derinliğe bağlı değişen kalıntı gerilme profilinin iki farklı bölgeyle karakterize edildiği görülmüştür. Birinci bölgede yüzeyde çekme gerilmesi ve yüzeyin hemen altında orta karar bir basma gerilmesi oluşurken, ikinci bölgede artan derinlikle birlikte yüksek basma gerilmelerinin meydana geldiği görülmüştür [21].

Şekil 2.14'te düşük krom içeren çelikteki çökeltme mekanizmasının aşamaları, Şekil 2.15'te nitrürleşmiş Fe-Cr alaşımının kalıntı gerilme – derinlik profili ve ilgili nitrür tabakasının optik mikroskop görüntüleri verilmiştir [21].



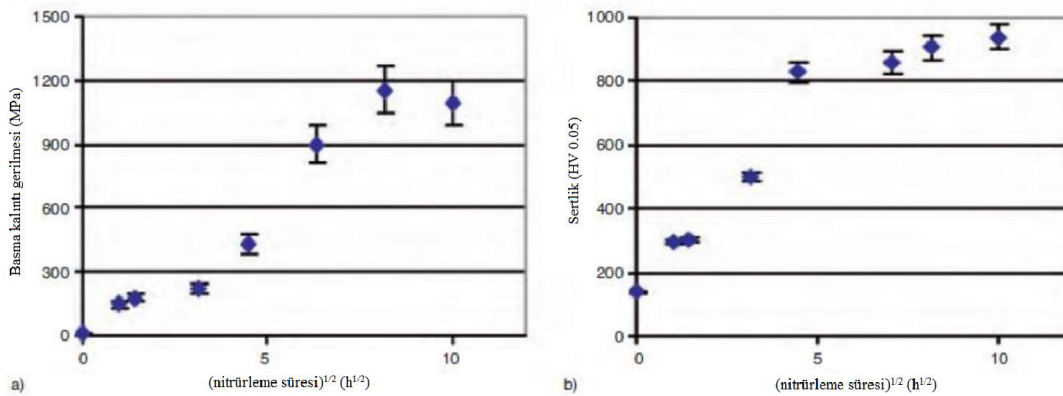
**Şekil 2.15 :** (a) Ağırlıkça %4 Cr içeren 580°C'de 1,5 saat  $K_N=0.104 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrüleme potansiyelinde nitrürleşmiş Fe-Cr alaşımının kalıntı gerilme - derinlik profili, (b) İlgili nitrür tabakasının optik mikroskop görüntüsü. 1. bölgede süresiz irileşme, 2. bölgede sürekli irileşme mekanizması baskındır [21].

#### 2.2.2.2 Demir-molibden alaşımları

Molibden de krom gibi güçlü nitrür yapıcı bir element olmasına karşın çökelti morfolojisi kromda olduğu kadar belirgin değildir. 480°C'de  $\text{NH}_3/\text{H}_2$  gaz karışımı atmosferinde  $0.25 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrüleme potansiyelinde nitrürleşmiş Fe-Mo alaşımı  $\langle 100 \rangle$   $\alpha$ -Fe yönünde sürekli bir yayılım göstermiştir. Bu, nitrüleme sonrası oluşan yapının, ferrit matrisin  $\{100\}$  düzlemlerine paralel koherent arayüzeyinde uygun, nano boyutta levhacık şeklinde çökeldiği anlamına gelmektedir. X-ışını difraktometresi, ferrit matrisi yansımalarında asimetric genişleme göstermiştir. (200)

yansıması olarak adlandırılan bu yansıma, ferrit matrisinin etrafını kaplayan çökeltilerin mikrogerilmelerinin tetragonal distorsiyonu hakkında ipucu vermektedir. Bu uygunsuzluklar, nitrürlenmiş yüzeyde sertlik artışına ve yüzeye yakın bölgelerde basma kalıntı gerilmelerinin oluşumuna sebebiyet vermektedir [22].

Sonuç olarak, molibdenin azota afinitesi iyi olduğu için yüzeye yakın bölgede azot ile çökelti oluşturabilmektedir. Çökelti davranışı çok iyi bilinmemesine rağmen, oluşan çökeltinin boyu, kompozisyonu ve yapısının; Mo içeriğine, nitrüleme sıcaklığı ve nitrüleme potansiyeline bağlı olduğu rapor edilmiştir. İrileşen  $\text{Mo}_2\text{N}$  taneleri yüzey merkezli kübik yapıdadır. Yapılan çalışmada basma kalıntı gerilmesi ve sertlik değerleri, nitrüleme süresinin kareköküyle doğru orantılı olarak artmıştır. Şekil 2.16'da nitrüleme süresine bağlı olarak yüzey basma gerilmesi ve yüzey sertlik değerleri verilmiştir [22].



**Şekil 2.16 :** Nitrüleme süresinin karekökünün bir fonksiyonu olarak Fe-Mo alaşımının (a) yüzey basma kalıntı gerilmesi, (b) yüzey sertliği [22].

### 2.2.3 Kalıntı Gerilme Ölçüm Yöntemleri

Kalıntı gerilme ölçümleri temel olarak, tahribatsız yöntemler ve tahribatlı yöntemler olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Çizelge 2.1'de kalıntı gerilme ölçüm yöntemleri verilmiştir. Tahribatlı yöntemlerin diğer bir adı da mekanik yöntemlerdir. Bu yöntemlerde malzemeye kanal açılması, malzemedan talaş kaldırılması veya malzemedan tabaka kaldırılması gibi işlemler yapıldıktan sonra, parçadaki denge durumunun belirlenmesine göre kalıntı gerilme ölçümü yapılmaktadır. Tahribatsız yöntemlerde ise malzemenin fiziksel ve kristalografik özellikleri kullanılarak kalıntı gerilmeler hesaplanmaktadır. Yöntemlerden hangisinin kalıntı gerilme ölçümünde kullanılacağına; malzemenin türüne, kalıntı gerilmenin tipine, ölçme sırasında

oluşabilecek problemlere, ölçüm alma sayısına, parça geometrisine, laboratuvar şartlarına, ölçüm hassasiyetine ve maliyete göre karar verilmektedir [23].

**Çizelge 2.1 : Kalıntı gerilme ölçüm yöntemleri.**

| <b>Tahribatlı Yöntemler</b> | <b>Tahribatsız Yöntemler</b> |
|-----------------------------|------------------------------|
| Tabaka Kaldırma             | X-Işını Kırınımı             |
| Delik Delme                 | Ultrasonik Yöntemler         |
| Halka Çekirdek              | Manyetik Yöntemler           |
| Kanal Açma                  | Termoelastik Yöntemler       |
| Kesit Profili Ölçümü        | Fotoelastik Yöntemler        |
| Tüp Yarma                   |                              |
| İnce Kesitlere Ayırma       |                              |

#### **2.2.3.1 Tahribatsız yöntemler**

Tahribatsız ölçüm yöntemlerinde malzemenin çeşitli fiziksel ve kristalografik özelliklerinden faydalanılarak kalıntı gerilmeler hesaplanabilmektedir. Kalıntı gerilmeleri ölçmek için en çok kullanılan tahribatsız yöntemler; X-ışını difraksiyonu, ultrasonik, manyetik, termoelastik ve fotoelastik yöntemlerdir.

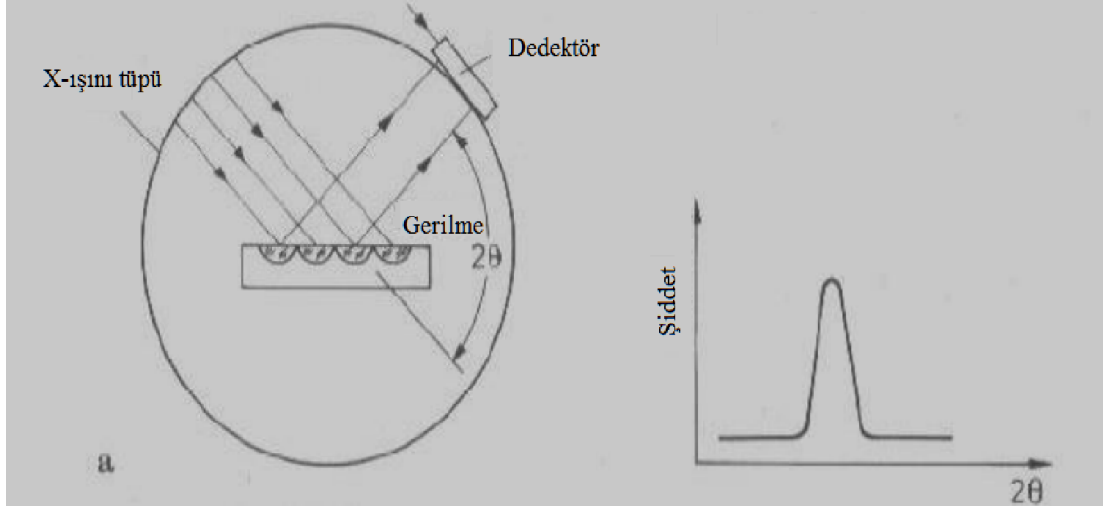
##### **X-ışını difraksiyonu**

Kristal yapıdaki bir malzeme X-ışınına maruz bırakıldığında, kalıntı gerilmeleri hesaplamak için maksimum difraksiyon şiddeti ölçülür. Bu ölçümün amacı Bragg yasalarını kullanarak difraksiyon düzlemlerinin düzlemlerarası mesafelerini hesaplamaktır. Kalıntı gerilmenin hesaplanması, gerilmeli ve gerilmesiz malzeme arasındaki düzlemlerarası mesafenin gözlemlenmesine bağlıdır. Düzlemlerarası mesafedeki farklılıktan kalıntı gerilme ölçümü gerçekleştirilmektedir [24].

Dedektör  $2\theta$  açısında konumlandırıldığında, Bragg yasaları  $\theta$  değerinin bulunması için kullanılır. Difraksiyon, atomun tanelerinde “d” kadar mesafe ile düzlemler üzerinde oluşur. Difraksiyon bölgesi yaklaşık 20  $\mu\text{m}$  kadardır. Bragg yasası

kullanılarak buradan bilinmeyen değerler bulunabilir. Bragg yasası Denklem 2.9’da, difraksiyon dedektörünün şematik gösterimi Şekil 2.17’de verilmiştir. Denklemde  $\lambda$ ; dalga boyunu,  $d$ ; düzlemlerarası mesafeyi,  $\theta$  ise yansıma açısını temsil etmektedir.

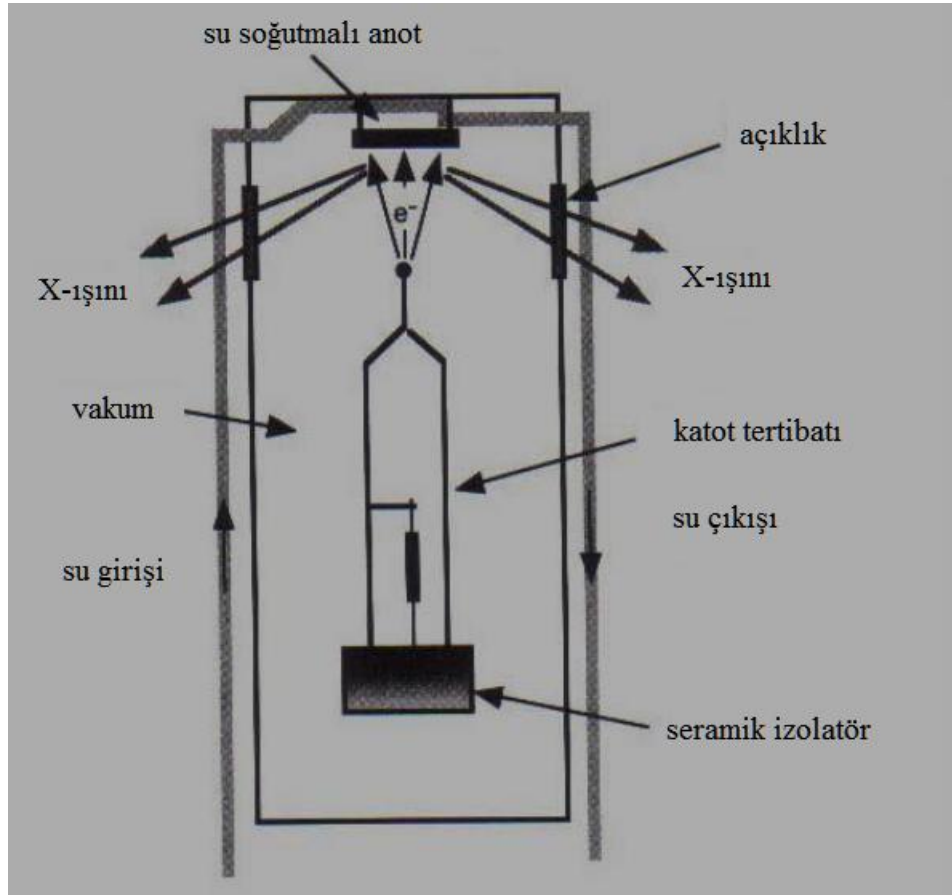
$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (2.9)$$



**Şekil 2.17 :** Difraksiyon dedektörü [24].

Difraksiyona uğramış bölgede bir basma etkisi varsa, “d” değeri gerilmesiz hale göre daha büyük olacaktır. Bu, Poisson etkisinden dolayı oluşan bir durumdur. Diğer bir deyişle, yana yatırılmış yüzey nedeniyle, X-ışınları diğer yeni taneleri difrakte etmeye başlayacağından difraksiyon düzlemlerinin yönlenmesi gerilme yönüne göre daha dik olacaktır. Böylece,  $2\theta$  değeri büyüyecek ve düzlemlerarası mesafe gerinim ölçer gibi davranacaktır. Dolayısıyla bu yöntem ile yapılan ölçümler makro ve mikro gerilmelerin toplamını verecektir [24].

X-ışını kaynağının ölçüm üzerinde önemli ölçüde etkisi vardır. Elektronlar yüksek voltajlı vakum tüpünde hızlanıp cam veya metal yüzeye çarparlar. 1895’li yıllarda, W.C. Röntgen (1845-1923) katot ışınlarından farklı olan yeni bir tip ışın bulmuştur. Bu radyasyon tipi X-ışını olarak adlandırılmıştır ve bu tip radyasyonların miktarı belirgin değildir. X-ışını teknolojisi Röntgen teknolojisine benzemektedir. Günümüzde tungsten filamanlı katotlarda vakum altında ısıtarak üretilen elektronların metal bir hedefle çarpışması mümkündür. Elektronlar anot doğrultusunda hızlandırılırlar çünkü katot negatif potansiyele sahiptir. Anoda çok yüksek hızda çarpan elektronlar X-ışını üretmektedir. Şekil 2.18’de modern X-ışını tüpünün temel bileşenleri şematik olarak gösterilmiştir [24].



**Şekil 2.18 :** Modern X-ışını tüpünün temel bileşenleri [24].

Numuneye X-ışını demeti etkiğinde fotonlar elektronlarla çarpışır ve farklı yönlere saçılırlar. Bu çarpışmalar elastik veya elastik olmayan çarpışma olarak ikiye ayrılmaktadır. Çarpışma sonucunda, saçılmalar da iki türde oluşur. Foton ve elektron arasında bir momentum transferi olmadığı zaman koherent bir saçılma meydana gelirken, ikili arasında momentum transferi olduğunda koherent olmayan, inelastik bir saçılma gerçekleşir. Bu momentum transferi, enerji kaybına ve daha uzun dalga boyu oluşumuna neden olmaktadır [24].

Atomlar arasındaki mesafe düzenli aralıklarda olduğunda, saçılan radyasyon ara kesişim noktalarından geçmektedir. Bragg yasası, yapısal ara kesişim noktalarının anlaşılmasını sağlar. Ayrıca yapısal analiz ile kalıntı gerilme ölçümlerinin de temelini oluşturur. X-ışınları kristal yapıdaki bir malzemeye çarptığında, bu çarpma yalnızca yüzeydeki atomlarla ilgili değil; yüzeyden merkeze doğru yaklaşık 20  $\mu\text{m}$  derinliklerdeki atomlarla da ilgilidir [24].

Bragg yasalarının daha net anlaşılabilmesi için aşağıda birtakım varsayımlar verilmiştir.

1. X-ışınları hareketli dalgalar olarak kabul edilmektedir.
2. Bir noktaya ulaşan dalgalar arasındaki yörünge farkı düzlemlerarası mesafenin lineer bir fonksiyonudur.
3. Saçılma elastiktir ve çarpışma sırasında enerji muhafaza edilir. Bu gelen ve difrakte olan ışın arasında faz farkı olmadığı anlamına gelmektedir.
4. Numune içerisinde saçılmış dalgalar tekrardan saçılmamaktadır [24].

X-ışını difraksiyon tekniği ile gerilme ölçümü Lester ve Aborn tarafından 1925 yılında bulunmuştur. Daha sonraları, Sachs ve Weerts bu yöntemin doğruluğunu kanıtlamıştır. X-ışını difraksiyonu kalıntı gerilmeleri hesaplamak için en sık kullanılan tekniklerden biridir [24].

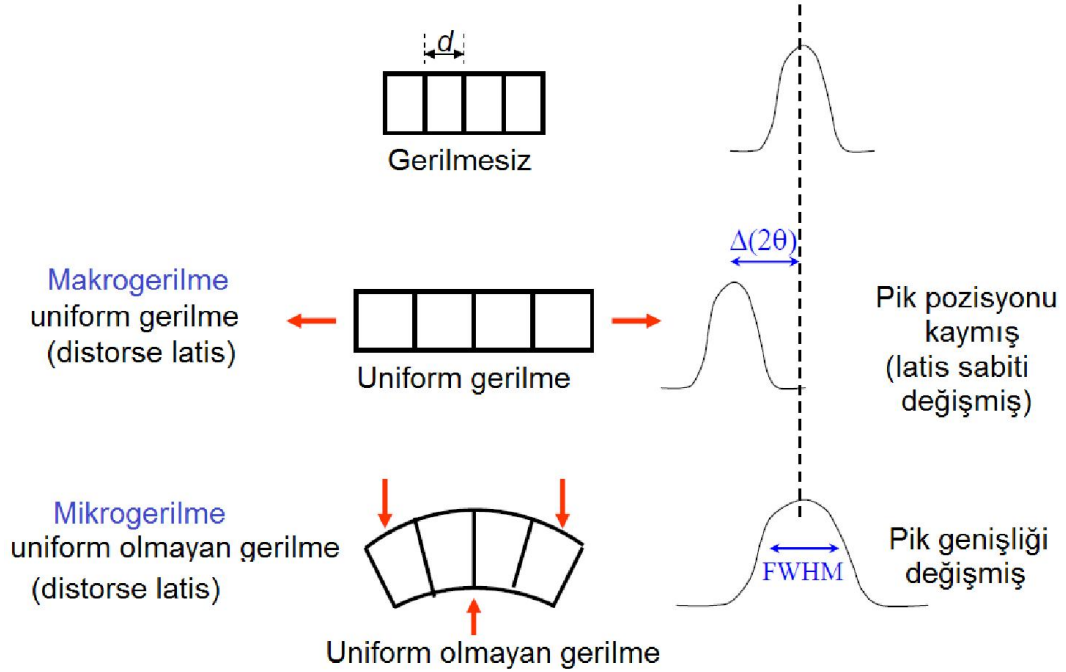
X-ışını difraksiyonu ile kalıntı gerilme ölçümü için farklı yöntemler geliştirilmiştir. Bunlar, Williamson-Hall metodu,  $\sin^2\Psi$  (Rocking) tekniği, FIM metodu ve Warren-Averbach tekniğidir.

Williamson-Hall metodunda malzemeye düşük giriş açılarıyla ( $1-5^\circ$ ) XRD analizi yapılır ve bütün pikler için değişik numune döndürme açılarında ( $\Psi$ ) düzlemler arasındaki mesafe değişimi kullanılarak kalıntı gerilme hesaplanır [25]. X-ışınları difraksiyon analiz sonuçlarından elde edilen piklerin incelenmesi sonucunda tane boyutu ve kalıntı gerilmeler hakkında bilgi alınabilmektedir. Tane boyutu hesaplamalarında Scherrer bağıntısı yaygın olarak kullanılmaktadır (Denklem 2.10).

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.10)$$

Ancak bu bağıntıda pik genişlemesinin nedeninin tane boyutundaki küçülme olduğu kabul edilmektedir. Bununla birlikte mühendislik malzemelerinin çoğunda kristal içerisinde homojen olmayan kafes deformasyonları da bulunabilmektedir. Bu deformasyonlar difraksiyon piklerinin kalıntı gerilme kaynaklı olarak da genişlemesine neden olmaktadır. Tane boyutu ve kafes deformasyonunun pik genişlemesine olan ortak etkisinin ayırt edilmesinde Scherrer formülü yetersiz kalmaktadır. Bu yetersizliği ortadan kaldırmak amacıyla çeşitli çalışmalar yapılmış ve Williamson-Hall (modifiye Scherrer formülü) bağıntısı geliştirilmiştir. Temel olarak Williamson-Hall yönteminin kullanılmasıyla, kafes içerisindeki

deformasyonlar hesaplanabilmektedir. Bu deformasyon değerlerinden hareketle tane içerisindeki kalıntı gerilmelerin hesaplanması mümkün olabilmektedir. Kalıntı gerilme içermeyen bir örnek numunede düzlemler arası mesafenin basma ve çekme yönündeki gerilme ile değişimi Şekil 2.19’da verilmiştir [25].



**Şekil 2.19 :** Gerilme sonucu piklerde meydana gelen değişim [25].

Pik genişlemesindeki tane boyutunun, kalıntı gerilmelerinin ve cihazın ortak etkisinin hesaplanması  $\beta_\varepsilon$ ,  $\beta_D$  ve  $\beta_{cihaz}$  değerlerinin aşağıda verildiği gibi toplanmasıyla mümkündür.

$$\beta_{ölçüm} = \beta_\varepsilon + \beta_D + \beta_{cihaz} \quad (2.11)$$

$$\beta_{ölçüm} - \beta_{cihaz} = \beta_\varepsilon + \beta_D \quad (2.12)$$

$$\beta_{tot} = \beta_\varepsilon + \beta_D \quad (2.13)$$

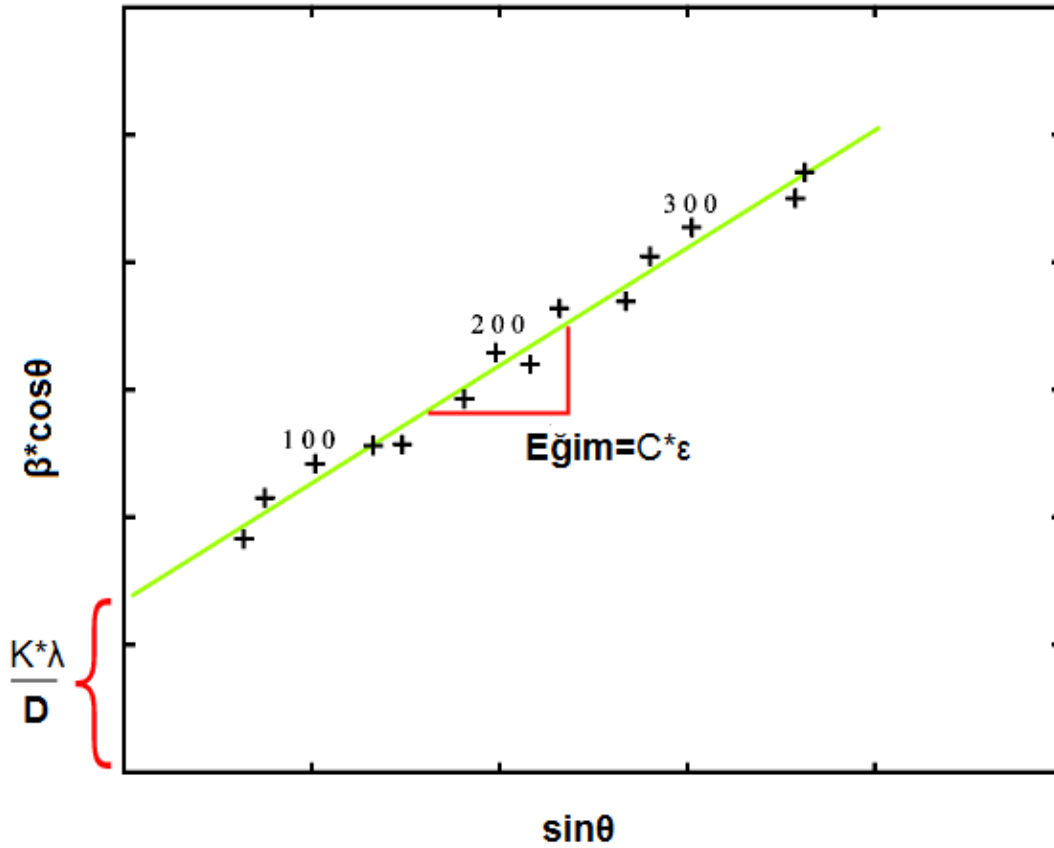
$$\beta_{tot} = \beta_\varepsilon + \beta_D = C\varepsilon \tan \theta + \frac{K\lambda}{D \cos \theta} \quad (2.14)$$

$$\beta_{tot} \cos \theta = 4\varepsilon \sin \theta + \frac{K\lambda}{D} \quad (2.15)$$

**Çizelge 2.2 :** Williamson-Hall metodu için kullanılan formüllerin sembol tablosu.

| Semboller              | Açıklamaları                                |
|------------------------|---------------------------------------------|
| $\beta_{\text{ölçüm}}$ | Deney sonucu bulunan pik genişlemesi (FWHM) |
| $\beta_{\epsilon}$     | Kalıntı gerilme kaynaklı pik genişlemesi    |
| $\beta_D$              | Tane boyutu kaynaklı pik genişlemesi        |
| $\beta_{\text{cihaz}}$ | Cihaz kaynaklı pik genişlemesi              |
| $\epsilon$             | Kalıntı gerilme                             |
| $D$                    | Tane boyutu                                 |
| $\theta$               | Bragg açısı                                 |
| $\lambda$              | Dalga boyu ( = 1,5418 Å)                    |
| $K$                    | Scherrer sabiti ( = 1)                      |
| $C$                    | Stokes-Wilson sabiti ( = 4)                 |

Denklem 2.15'teki formül kullanılarak x eksenini  $\sin\theta$ , y eksenini de  $\beta^*\cos\theta$  olacak şekilde çizilen grafiğin eğimi  $4*\epsilon$  değerini, y eksenini kestiği nokta ise  $(K\lambda)/D$  değerini vermektedir.

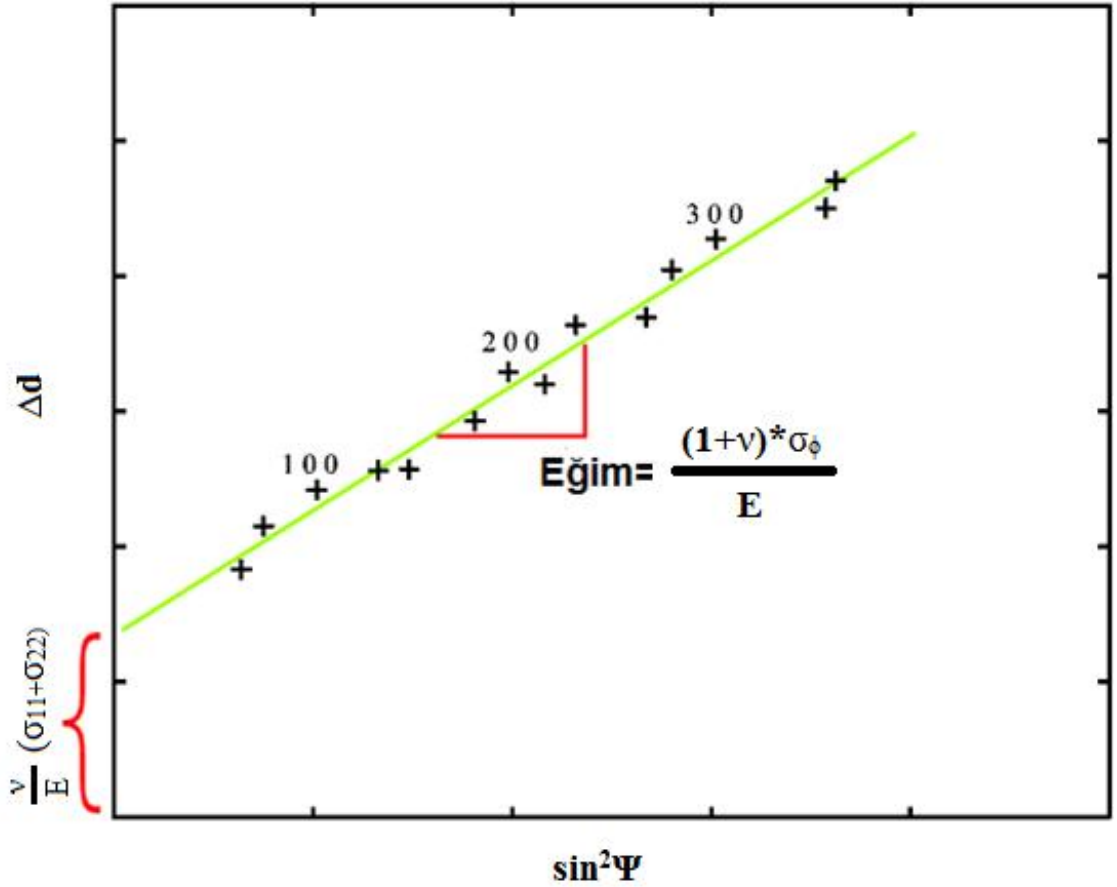


**Şekil 2.20 :** Sinθ - β\*cosθ grafiği.

Kalıntı gerilme hesaplamalarında Williamson-Hall tekniğine ek olarak,  $\sin^2\Psi$  (Rocking) yöntemi de kullanılmaktadır. Bu teknikte malzemeye ait XRD analiz sonucunun yüksek açılardaki uygun şiddete sahip bir piki seçilir ve bu pik için değişik numune döndürme açılarında ( $\Psi$ ) düzlemler arasındaki mesafe değişimi kullanılarak kalıntı gerilmesi hesaplanır.

FIM metodunda Williamson-Hall metodunda olduğu gibi ince film XRD tekniği kullanılmaktadır. İncelenecek numunenin XRD analizi yapıp  $\sin^2\Psi$  -  $\Delta d$  grafiği çizilmektedir.  $a$ , grafiğin eğimini; E, malzemenin elastisite modülünü;  $\nu$ , Poisson oranını;  $\sigma_\phi$  ise malzemedeki kalıntı gerilmeyi vermektedir. Şekil 2.21’de verilen grafiğin eğimi bulunduğunda, malzemenin elastisite modülü ve Poisson oranı bilineceğinden; kalıntı gerilme ölçümü mümkün olacaktır.

$$\sigma_\phi = \frac{a * E}{1 + \nu} \quad (2.16)$$



Şekil 2.21 : Gerilme sonucu piklerde meydana gelen değişim [25].

Diğer bir adı da Fourier analizi olan Warren-Averbach yönteminde çok küçük taneli (nanometre mertebelerinde) malzemelerde tane boyutu ve kalıntı gerilmesi analizi yapılmaktadır. Bu teknik daha çok dislokasyon ve hata yoğunluğunu tespit etmek için kullanıldığından kalıntı gerilme ölçümlerinde çok fazla kullanılmamaktadır [26].

### **Diğer yöntemler**

Tahribatsız yöntemlerde X-ışını difraksiyonuna ek olarak; ultrasonik, manyetik, fotoelastik ve termoelastik yöntemlerle de kalıntı gerilme ölçümü yapılabilmektedir.

#### **2.2.3.2 Tahribatlı yöntemler**

Tahribatlı yöntemlerde öncelikle analiz edilen parçadan bilinçli olarak malzeme kaldırılarak yeni bir gerilme durumu oluşturulur, ardından yer değiştirmeler ölçülerek gerilmedeki bölgesel değişim belirlenir ve son olarak elastisite teorisi kullanılarak kalıntı gerilmeler hesaplanır [27]. En çok kullanılan tahribatlı yöntemlere örnek olarak; tabaka kaldırma, delik delme, halka çekirdek, kanal açma ve kesit profili ölçme yöntemi verilebilir.

#### **Tabaka kaldırma**

Tabaka kaldırma yönteminde elektrokimyasal veya kimyasal işlemler kullanılarak, malzeme yüzeyindeki kalıntı gerilme barındıran ince tabakalar kademe kademe kaldırılır, böylece momentlerin ve iç gerilmelerin dengelenmesi sağlanmış olur. Bu dengelenmeden dolayı oluşan şekil değiştirmeler, kaldırılan tabakadaki gerilmelerle ilişkilendirilerek kalıntı gerilme ölçümü yapılır [28].

#### **Delik delme**

Bu yöntemde numuneye özel olarak tasarlanmış rozet tipi gerinim ölçerler yapıştırılır. Ardından geometrik merkezde, genel olarak 0,4 - 2 mm derinliğinde, sıkı bir delik delinir. Delik içerisindeki gerilmeli tabakanın uzaklaştırılması, malzeme çevresindeki gerilmeleri yeniden düzene sokmakta ve rozetteki gerinim ölçerler buradaki gerilme gevşemelerini hesaplamaktadır [29].

### **Halka çekirdek**

Delik delme yönteminin bir başka biçimi olan halka çekirdek yönteminde delik delme metodundaki gibi bir delik delineceğine rozetin dış kenarı civarında çevresel bir kanal açılır. Bu yöntem genel anlamda 0,1 - 6 mm derinlikteki kalıntı gerilmeleri ölçebilmektedir [30].

### **Kanal açma**

Bu yöntemde kalıntı gerilmeleri belirlemek için numune yüzeyinde küçük bir kanal açılmaktadır. Kanalin açılması ile bağlantılı olarak kanala dik kalıntı gerilmeler gevşemektedir. Bunun neticesinde numune içerisindeki gerilmeler yeniden düzene girmekte ve kanal çevresinde oluşan kanala dik gerilme gevşemeleri gerinim ölçerler vasıtasıyla hesaplanmaktadır [29].

### **Kesit profili ölçümü**

Malzemedeki kalıntı gerilmeleri hesaplamak maksadıyla numune kesilerek ikiye ayrılır. Parçada kalıntı gerilme bulunuyorsa yüzey kesit profili kesme düzleminden ayrılacaktır. Kesme işlemi neticesinde ortaya çıkan kesit profili kalıntı gerilmelerle bağdaştırılır. Yöntem tahribatlı olmasına karşın kullanımı kolaydır ve tüm kesit düzlemi boyunca kalıntı gerilmeleri ucuz ve hızlı bir şekilde hesaplayabilmektedir. Yöntemin en eksik yönü yalnızca kesme düzlemine dik kalıntı gerilmelerin ölçülebilmesidir [31].

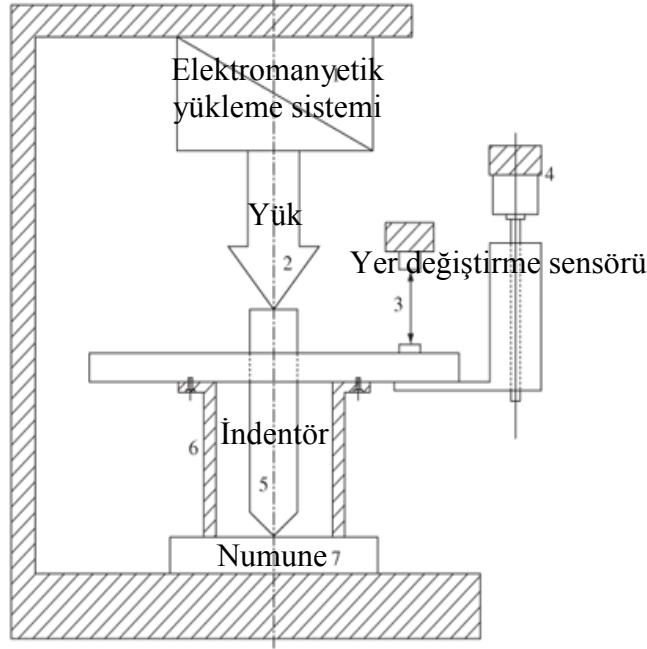
### **2.2.3.3 Alternatif yöntemler**

#### **İndentasyon metodu**

Kalıntı gerilme ölçümü için pek çok yöntem geliştirilmesine karşın, bu yöntemlerin genel kullanımları yaygın değildir ve maliyetleri yüksektir. Bu nedenle alternatif metodlara ihtiyaç duyulmuştur ve bu yöntemler üzerinde araştırmalar sürmektedir.

İndentasyon yöntemi malzemenin küçük derinlik skalalarında mekanik özelliklerini ölçmek için kullanışlı bir yöntemdir. İndentasyon prosesinde temel olarak yüke bağlı olarak yer değiştirme gözlemlenir. Yük-derinlik dataları sertlik, elastisite modülü, kırılma tokluğu ve akma gerilmesi gibi farklı mekanik özelliklerin bilinmesini sağlamaktadır. İndentasyon sisteminde elektromanyetik bir yükleme sistemi bulunur

ve yük malzemeye bu sistemin yardımıyla uygulanır. İndentör numune ile temas eder ve yer değiştirme sensörü yer değiştirmeyi hesaplar. İndentasyon test mekanizması Şekil 2.22’de şematik olarak gösterilmiştir [32].



**Şekil 2.22 : İndentasyon test mekanizması [32].**

Malzemenin mekanik özelliklerinin tayini için yükleme-boşaltma eğrileri çizilir. Yükleme evresi malzemenin elastik-plastik deformasyonunu içerir ve uygulanan yük Denklem 2.17 ile hesaplanır.

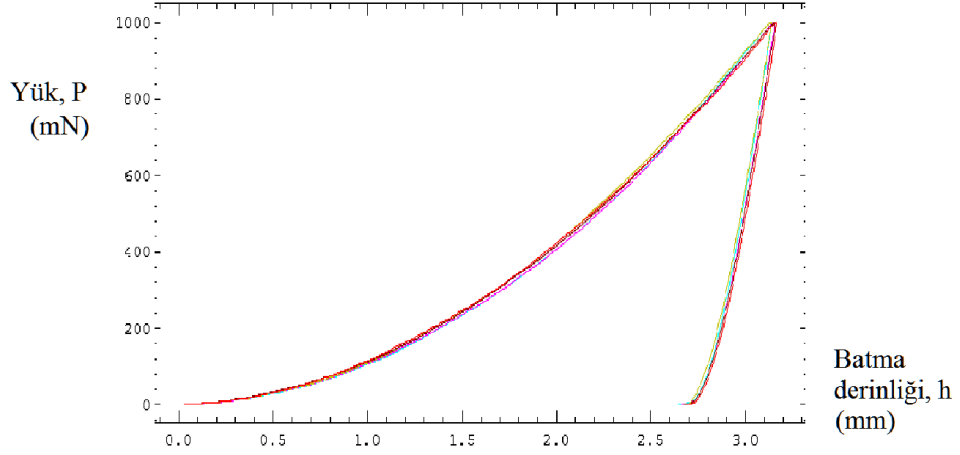
$$P = Ah^2 \quad (2.17)$$

P, indantasyon yükünü; A, indentörün geometrisine ve malzemenin mekanik özelliklerine bağlı olarak değişen bir sabiti ve h, batma derinliğini verir. Tipik bir P-h eğrisi Şekil 2.23’te verilmiştir.

İndantasyon yöntemiyle malzemenin mekanik özelliklerini belirlemedeki en önemli kademe, kalıntı etkilerinin tahmini alanını hesaplamaktır. Tahmini alan hesaplanırken indentörün geometrisi ve azami yük altında numuneye temas derinliği büyük önem arz etmektedir [32].

Genel olarak indantasyon yöntemiyle kalıntı gerilme ölçümü iki farklı yolla yapılmaktadır. Bunlardan biri indantasyon kırılma tekniği iken bir diğeri P-h eğrileri kullanılarak yapılan indantasyondur. Kırılma tekniğinde kalıntı gerilme içeren alanda

oluşturulan dairesel çatlaklar vasıtasıyla kalıntı gerilmeler hesaplanır. Çatlakların uzunluğu kalıntı gerilmenin yönü ve şiddeti hakkında bilgi vermektedir. Bu yöntem yalnızca seramik gibi kırılman malzemelere uygulanır [32].

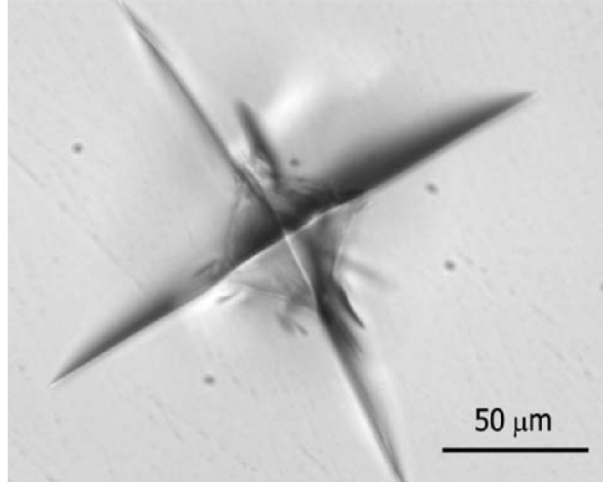


**Şekil 2.23 : Yük (P) - batma derinliği (h) eğrisi [32].**

#### **a) İndentasyon kırılma metodu**

İndentasyon kırılma yönteminde klasik kırılma mekanizması etkindir. Genel olarak Şekil 2.24'te görüldüğü gibi açılmal yönelmiş çatlaklar ile kalıcı bir deformasyon yaratılmaktadır. Kırılman malzemelerde Vickers ve Knoop gibi sert indenter uçları kullanıldığında açılmal, orta ve yanal çatlaklar oluşmaktadır. Uygulanan yük düşük olduğunda açılmal çatlaklar malzemenin derinliklerine kadar genişleyemeyebilirler. Yük yeteri kadar yüksek olduğunda açılmal ve orta çatlakların birbirinden ayırt edilmeleri mümkün olmamaktadır. Bu yöntemde kalıntı gerilme Denklem 2.18 kullanılarak bulunmaktadır. Formülde  $\sigma_r$  kalıntı gerilmeyi,  $K_c$  kırılma tokluğunu,  $c_0$  kalıntı gerilme içermeyen çatlak uzunluğunu,  $c$  gerilme durumundaki çatlak uzunluğunu vermektedir. Kalıntı gerilmenin işareti  $c$  ve  $c_0$  değerlerinin kıyaslanmasıyla hesaplanır.  $c$  daha büyükse çekme gerilmesi, daha küçükse basma gerilmesi etkindir. Bu davranışın temel nedeni, çekme gerilmesi çatlakları genişletme eğiliminde iken, basma gerilmesinin çatlakları daraltma eğiliminde olmasıdır [32].

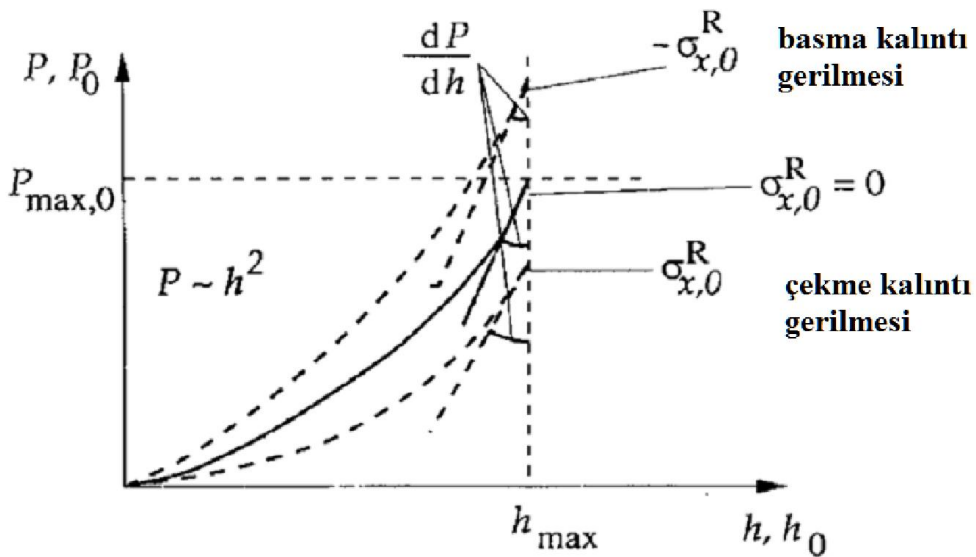
$$\sigma_r = \pm K_c \left[ \frac{1 - (c_0 - c)^{3/2}}{\psi \sqrt{c}} \right] \quad (2.18)$$



**Şekil 2.24 :** Vickers indentasyonunda çatlak oluşumu [32].

#### **b) P-h eğrisi metodu**

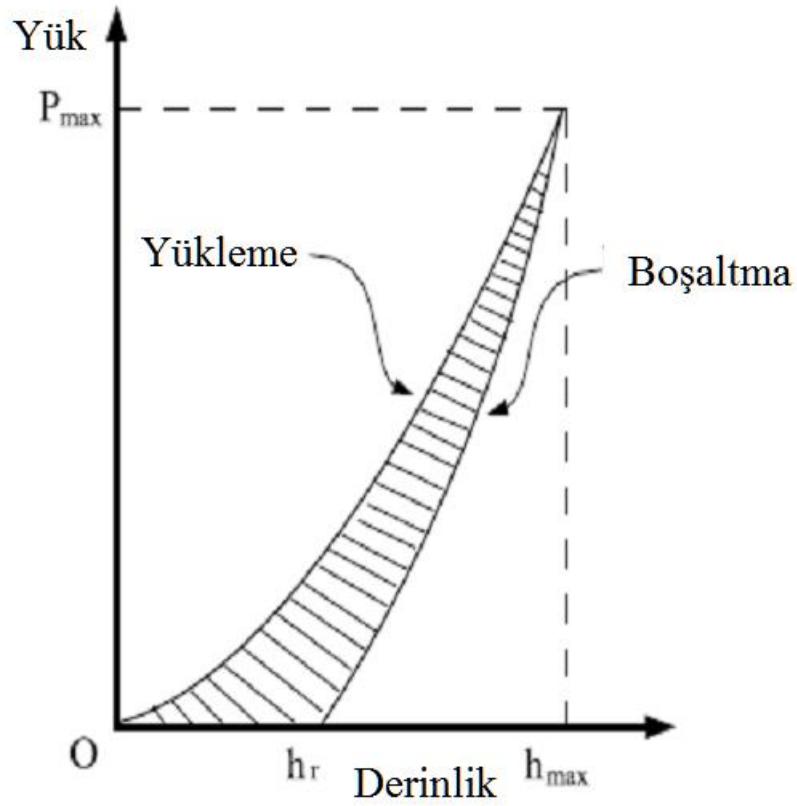
İndentasyon P-h eğrisi yönteminde ise malzemenin deformasyon davranışı hakkında daha fazla bilgi elde edilmesi mümkündür. Yöntemin temeli gerilmeli ve gerilmesiz malzemenin temas alanları arasındaki farka dayanmaktadır. Basma kalıntı gerilmeli malzemenin gerçek temas alanı gerilmesiz malzemeden büyük olurken, çekme kalıntı gerilmeli malzemenin temas alanı daha küçük olur. Bu durum, basma gerilmesi altındaki malzemelerin aynı derinliğe nüfuz edebilmesi için daha fazla yük uygulanmasına ihtiyaç duymasından kaynaklanır. Şekil 2.25'te gerilmesiz, basma gerilmeli ve çekme gerilmeli malzemenin P-h grafiği verilmiştir [32].



**Şekil 2.25 :** Malzemenin gerilmesiz ve gerilmeli durumlarındaki P-h eğrisi [32].

### c) Q. Wang metodu

Q. Wang adlı araştırmacı derinlik sensörlü indentasyon yöntemiyle iyon aşıl原因arak, endüklenen kalıntı gerilmeleri araştırmıştır. Yöntemde numunenin iyon aşıl原因an ve aşıl原因mayan bölgeleri kullanılmıştır. Şekil 2.26'da sürtünmesiz, yarı statik indentasyon uygulandığı durumdaki elastoplastik yükleme ve elastik boşaltma eğrileri görülmektedir. Eş iki eksenli kalıntı gerilme girintili yüzeye uygulanmış ve kalıntı gerilme indentasyon derinliğine üniform olarak dağılmıştır. İndentör için yük ve batma derinliği, Kick kanunu ile ilişkilidir. Kick kanunu Denklem 2.19 ve Denklem 2.20'de belirtilmiştir [33].



**Şekil 2.26 :** Elastoplastik yükleme ve onu takip eden elastik boşaltma için yük (P) – derinlik (h) eğrisi [33].

$$P = C_p h^2 \text{ (elastoplastik yükleme durumu için)} \quad (2.19)$$

$$P = C_e (h - h_r)^2 \text{ (elastik boşaltma durumu için)} \quad (2.20)$$

$C_p$  elastoplastik kısmın katsayısı iken  $C_e$  elastik kısmın katsayısıdır. Bu katsayıların karakteristiğini malzeme özellikleri ve indenter geometrisi belirlemektedir [33].

S-11100711110A AB CD E F G H I J K L M N O P Q R S T U V W X Y Z

$$U_{OAB} = U_{OAC} - U_{OBC} = \frac{P_1 - P_2}{3} h_r \quad (2.22)$$

Eş iki eksenli kalıntı gerilme durumunda kalıntı gerilmeden kaynaklı enerji Denklem 2.23'teki formülle hesaplanmaktadır [33].

$$U_{OAB} = \int_0^{h_r} 2\pi h^2 \tan^2 \alpha \sigma_{res} dh = \frac{2}{3} \pi \tan^2 \alpha h_r^3 \sigma_{residual} \quad (2.23)$$

Burada  $\alpha$  diğer keskin indentörler için geometrik faktördür. Sonuç olarak, derinlik sensörlü indentasyon ile kalıntı gerilme ölçümü için Q. Wang yönteminde kullanılan formül Denklem 2.24'te verilmiştir. Burada  $\alpha$  konik uçlu indentörün yarımaçısıdır ve keskin uçlu diğer indentörler için indentör geometrisine bağlı olarak değişiklik gösteren bir doğrulama katsayısı olarak da düşünülebilir.

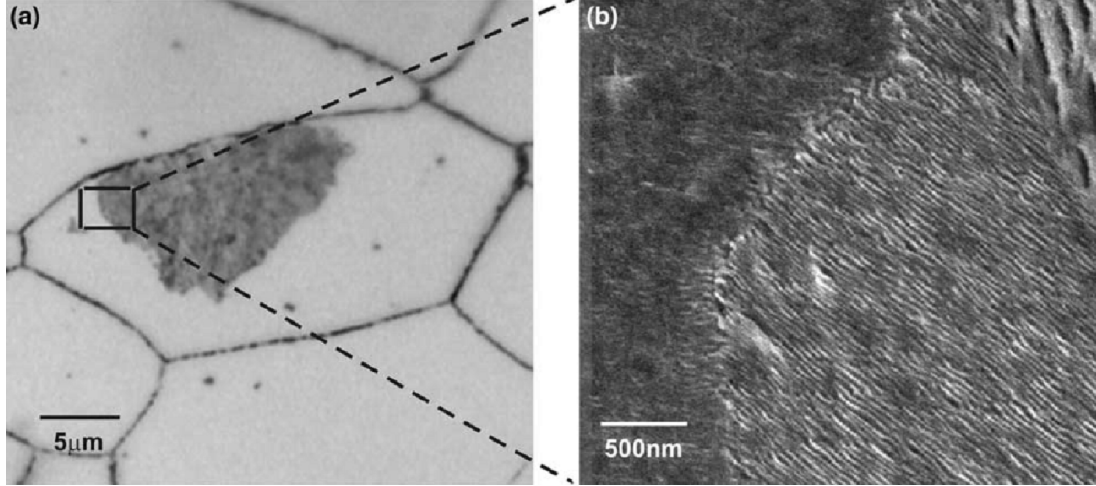
$$\sigma_{res} = \frac{P_1 - P_2}{2\pi \tan^2 \alpha h_r^2} \quad (2.24)$$

Bu çalışmada, Q. Wang metodu kullanılmıştır.

### 2.3 Daha Önce Yapılmış Çalışmalar

Hosmani ve arkadaşlarının, vanadyum alaşım elementinin nitrüleme davranışına etkisini incelemek üzere yaptıkları çalışmada [34], ağırlıkça %2 ve %4 V içeren Fe-V alaşımlı numunelere 580°C'de,  $K_N = 0.103 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrüleme potansiyelinde, 10 saat boyunca nitrüleme yapılmış ve nitrülenen malzemeler su verilerek soğutulmuştur. Çalışma sonucunda %4 V içeren Fe-V alaşımının yüzeyinde katmanlı VN yapısının olduğu görülmüştür. Difüzyon bölgesinde ise çok iyi dağılmış, mikroskopta, koherent VN çökeltileri meydana gelmiştir. Katmanlı VN yapısının görece olarak daha düşük sertlikte olduğu ve koherent VN çökeltilerinin olduğu bölgede yüksek sertlik değerlerine ulaşıldığı tespit edilmiştir. Yüzeydeki katmanlı VN çökelti davranışı süresiz irileşme mekanizmasından kaynaklanmaktadır. Ferrit matrisindeki koherent VN çökeltilerinin yerini nitrüleme devam ettikçe, serbest yüzeyden ve tane sınırlarından başlayarak süresiz irileşen VN kolonileri almaktadır. Süresiz irileşme mekanizmasının itici gücü, alaşımdaki vanadyum konsantrasyonudur. %2 V içeren Fe-V alaşımında vanadyum miktarı süresiz irileşme oluşumu için yeterli olmamıştır. Nitrülenmiş numunelere yapılan analiz

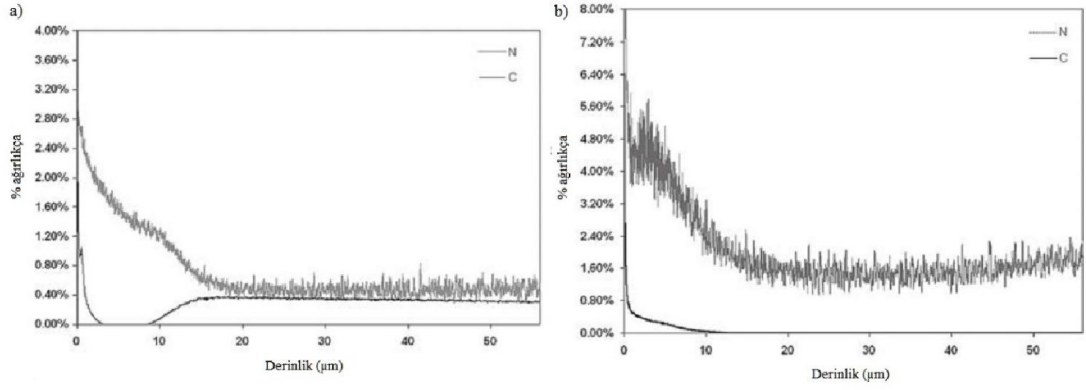
sonucunda nitr rl nmiř b lgede, vanadyumun VN olarak   kelti oluřturması ve ferrit matrisine dif ze olan azotun doygunluęa ulaşması i in gerekli olan miktardan daha fazla azot bulunmuřtur. Yapıdaki bu azot fazlalığı, dif zyonun  ekirdeęe doęru devam etmesini saęlamıř ve dif zyon tabakasının kalınlığını artırmıřtır [34].



**řekil 2.28 :** %4 V i eren Fe-V alařımındaki s reksiz irileřme mekanizmasının (a) optik mikroskop g r nt s , (b) SEM g r nt s  [34].

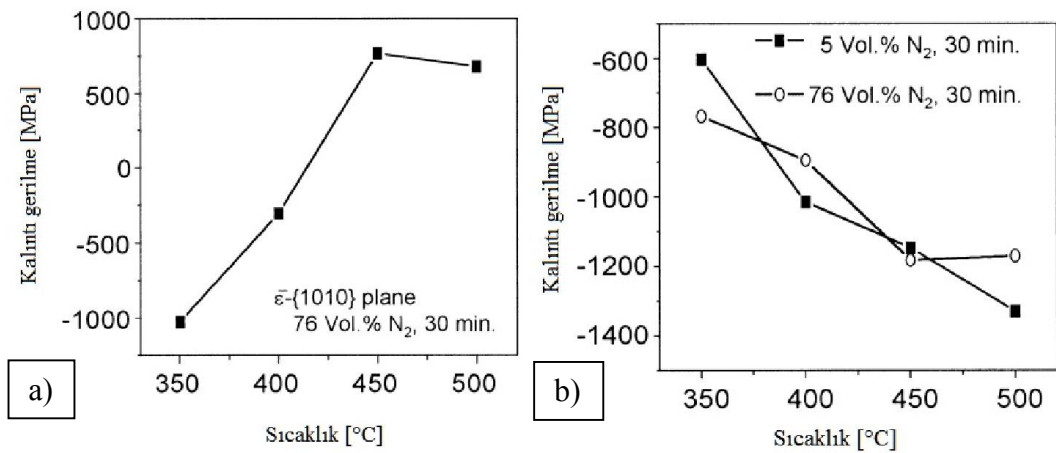
řekil 2.28’de ferrit matrisindeki koherent   keltilerin yerini kısmi olarak alan s reksiz irileřme g stermiř inkoherent VN yapısının optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) g r nt leri verilmiřtir.

Calliari ve arkadaşlarının yaptıkları  alıřmada [35],  nceden dekarb rizasyonu ger ekleřtirilen  elikler nitr rl nerek mikroyapıları incelenmiřtir.  alıřmada kullanılan 42CrMo4  elięi 800-900 C sıcaklıklarında farklı s relerde dekarb rize edilmiř, numunelerin dekarb rizasyon b lgeleri 150-500 µm aralıęında deęiřmiřtir. Daha sonra farklı kořullarda nitr rl nen numuneler Nital ile daęlanıp mikroyapıları incelenmiřtir.  alıřma sonucunda y zey sertlięinin dekarb rizasyon ile birlikte az da olsa d řt ę  g r lm řt r. Dekarb rizasyonun end striyel anlamda  ok b y k teknolojik  zellikler kazandırmadıęı, yalnızca y zey sertlięi ve dif zyon tabakası kalınlıklarında k  k bir d ř ř meydana getirdięi g r lm řt r. řekil 2.29’da dekarb rizasyon yapılan ve dekarb rizasyon yapılmayan iki farklı  elięin nitr rleme sonrası GDOES analizi sonu ları verilmiřtir [35]. Bu sonu lara g re  nceden dekarb rize edilmiř numunelerde azot konsantrasyonu y zeyde ciddi oranda artmıřtır. Bu durum beyaz tabakanın poroz ve kırılgan bir yapıya sahip olmasına neden olmuřtur [35].



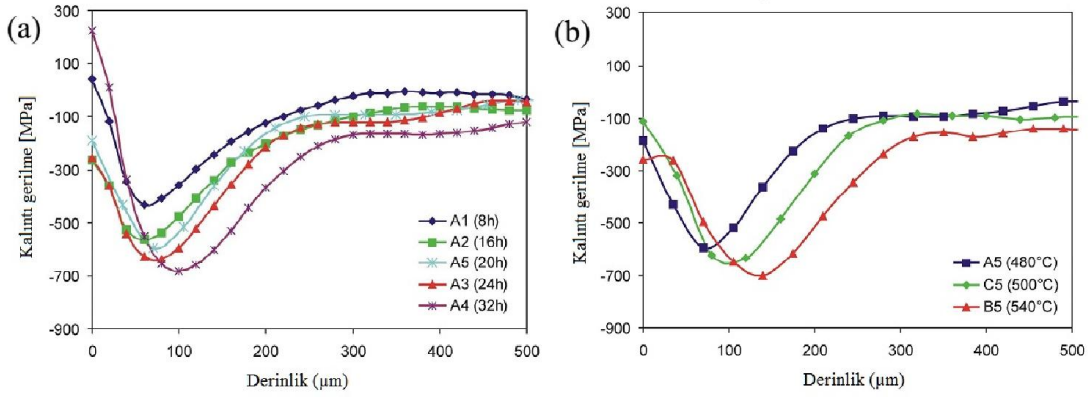
**Şekil 2.29 :** (a) Doğrudan nitrürlenene, (b) dekarbürize edilerek nitrürlenene 42CrMo4 çeliğinin azot - karbon konsantrasyon profilleri [35].

Rocha ve arkadaşlarının yaptığı bir diğer çalışmada [36], plazma nitrürlenene M2 çeliğinin mikroyapısı ve kalıntı gerilmeleri incelenmiştir. Nitrürlenme işlemi 350, 400, 450 ve 500°C sıcaklıklarında iki farklı gaz karışımında (hidrojen atmosferinde %5 ve %76 azot) gerçekleştirilmiştir. Çalışma sonucunda yapılan metalografik ölçümlerde %5 azot içeren deney numunelerinde beyaz tabaka oluşumuna rastlanmamıştır. %76 azot içeren deney numunelerinde ise sıcaklık arttıkça beyaz tabaka kalınlığının arttığı belirlenmiştir. Bu numunelerde beyaz tabakadaki kalıntı gerilme ölçümleri incelendiğinde sıcaklıkla birlikte artan tabaka kalınlığı nedeniyle yapı gevrekleşmiş ve basma gerilmesi yerini çekme gerilmesine bırakmıştır (Şekil 2.30a). Şekil 2.30b’de iki farklı gaz karışımı için difüzyon bölgesindeki kalıntı gerilme değerleri sıcaklığa bağlı olarak verilmiştir. Sıcaklık arttıkça basma kalıntı gerilmesinin arttığı, dolayısıyla oluşan yapının koherent olduğu görülmektedir.



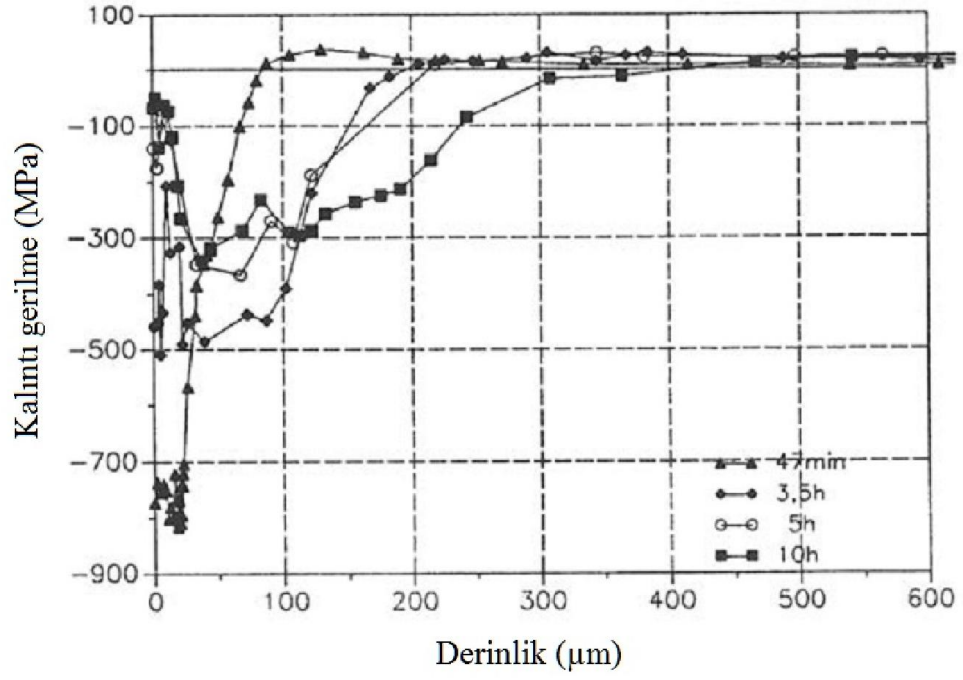
**Şekil 2.30 :** Plazma nitrürlenene M2 takım çeliğinde (a) beyaz tabakadaki, (b) difüzyon bölgesindeki sıcaklık - kalıntı gerilme ilişkisi [36].

Podgornik ve arkadaşlarının çalışmasında ise [37], nitrürlenmiş takım çeliklerinde kalıntı gerilme analizi yapılmıştır. Nitrüleme işlemi 480, 500 ve 540°C sıcaklıklarında 8, 16, 20, 24 ve 32 saat sürelerinde gerçekleştirilmiştir. Çalışma sonucunda plazma nitrürlenmiş numunelerde sıcaklık ve süre arttıkça, beyaz tabaka ve difüzyon tabakası kalınlıklarının arttığı görülmüştür. Şekil 2.32’de sıcak iş takım çeliklerinin 480°C ve 20 saat için derinliğe bağlı kalıntı gerilme sonuçları verilmiştir. Bu sonuçlara göre nitrüleme süresi arttıkça yüzeydeki gerilmenin basma gerilmesinden çekme yönüne doğru kaydığı ve difüzyon tabakasında koherent yapıların çökeldiği bölgede oluşan maksimum basma kalıntı gerilmesinin süre ile birlikte giderek arttığı görülmüştür. Sıcaklık artışı ise yüzey gerilmesini fazla etkilemezken difüzyon tabakasında meydana gelen maksimum basma kalıntı gerilmesi değerini artırmıştır [37].

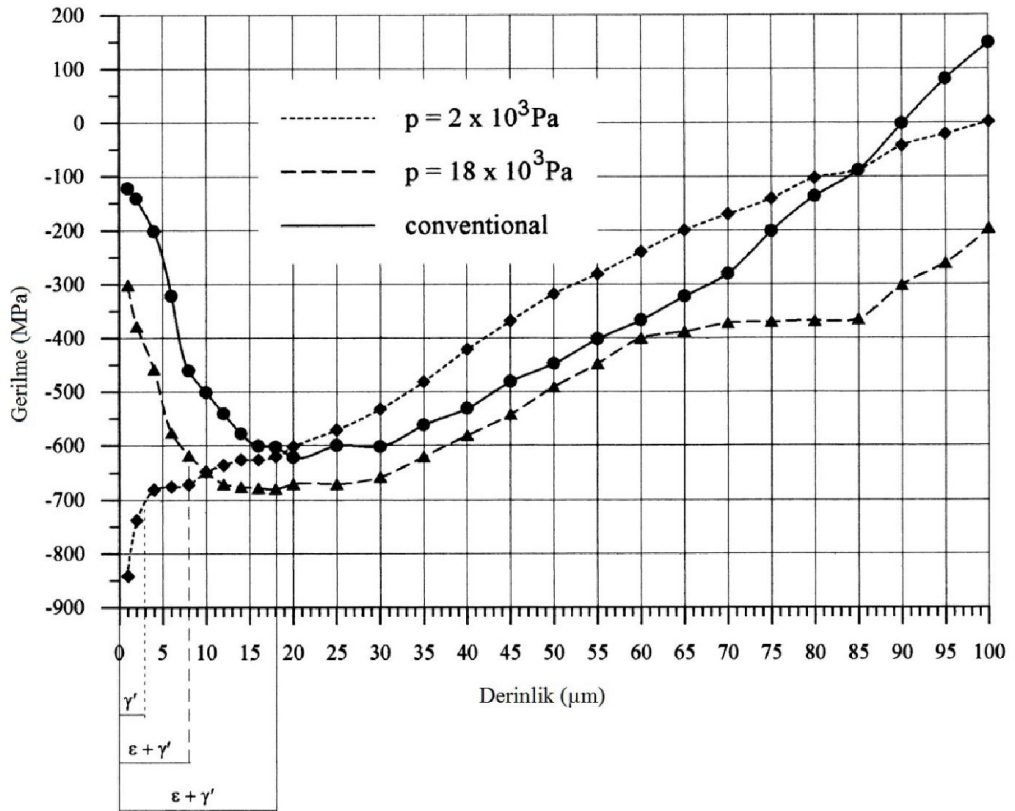


**Şekil 2.31 :** (a) 480°C’de farklı sürelerde, (b) 20 saat farklı sıcaklıklarda nitrürlenmiş sıcak iş takım çeliklerinin derinliğe bağlı kalıntı gerilme profilleri [37].

Buchhagen ve Bell’in yaptıkları çalışmada [38] ise, nitrürlenmiş düşük alaşımlı çeliklerin difüzyon bölgelerinde oluşan kalıntı gerilmeler incelenmiştir. 560°C’de %6 azot içeren gaz atmosferinde, farklı sürelerde yapılan nitrüleme işlemleri sonucunda numunelerde oluşan kalıntı gerilmeler Şekil 2.32’de verilmiştir. Bu sonuçlara göre kısa süre nitrürlenmiş numunenin yüzeyinde 800 MPa’lık bir basma kalıntı gerilmesi oluşmuş ve süre arttıkça diğer numunelerde bu gerilme değeri giderek azalmıştır. Yine aynı çalışma sonucunda, uzun süre yapılan nitrüleme işlemlerinde karbonun kalıntı gerilme üzerinde önemli bir etkisinin olduğu, kısa süre yapılan nitrüleme işlemlerinde ise bu etkinin ihmal edilebileceği görülmüştür.

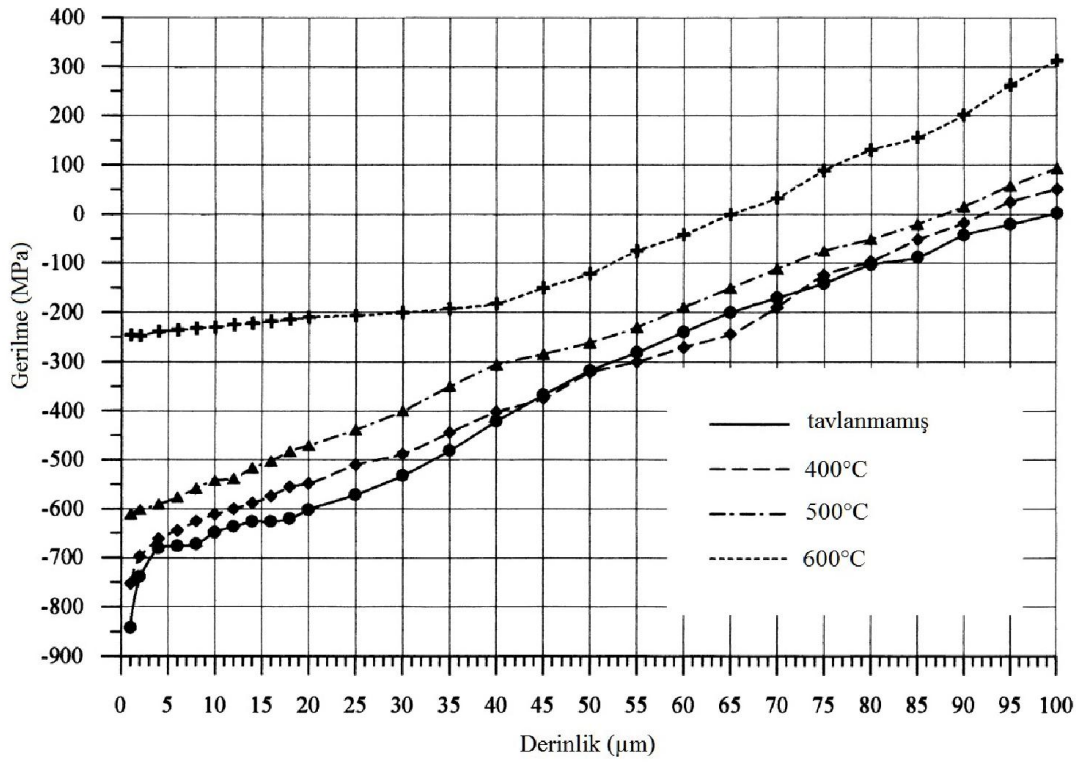


Şekil 2.32 : 560°C'de %6 azot içeren gaz atmosferinde farklı sürelerde nitrülenmiş çeliğin derinliğe bağlı kalıntı gerilme profili [38].



Şekil 2.33 : M2 çeliğinde düşük basınçta ve geleneksel nitrürlenme işlemleri sonrası oluşan kalıntı gerilmelerin derinliğe bağlı olarak değişimi [39].

Gavronski'nin yaptığı bir diğer çalışmada [39], geleneksel ve düşük basınçta nitrüleme sonrası M2 çeliğinde oluşan kalıntı gerilmeler incelenmiştir. Düşük basınçta nitrüleme sonrası geleneksel nitrülemeye göre yüzeyde oldukça yüksek basma gerilmeleri elde edilmiş olup sonuçlar Şekil 2.33'de gösterilmiştir. Aynı çalışmada incelenen tavlamanın ve tavlama sıcaklığının kalıntı gerilme üzerindeki etkileri Şekil 2.34'te verilmiştir. Bu sonuçlara göre tavlama sıcaklığı arttıkça yüzeydeki yüksek basma gerilmesi değerleri azalmakta ve tavlınmamış numunede yaklaşık 100  $\mu\text{m}$  derinlikte başlayan çekme gerilmesi, 600°C'de yapılan tavlama sonrası 65  $\mu\text{m}$  derinlikten itibaren oluşmaya başlamaktadır [39].



Şekil 2.34 : M2 çeliğinde tavlama sıcaklığının kalıntı gerilme üzerindeki etkisi [39].

### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Önceden su verilmiş ve temperlenmiş 31CrMoV9 çeliği çalışma kapsamında gaz nitrürleme ile sertleştirilmiş; sertleştirilen numunelerin faz analizleri için X-ışınları difraktometresi (XRD), mikroyapı analizleri ve difüzyon tabakası kalınlığının belirlenmesi için optik mikroskop, yüzeydeki azot konsantrasyonunun ve beyaz tabaka kalınlığının tespiti için GDOES (Glow Deşarj Optik Emisyon Spektrometrisi), sertlik ve kalıntı gerilme ölçümleri için ise indentasyon test cihazı kullanılmıştır.

#### 3.1 Numunelerin Hazırlanması

Nitrürleme deneylerinde kullanılan 31CrMoV9 kalite çelik numunelerinin hazırlanması ve ısıt işlemleri BOSCH firması tarafından gerçekleştirilmiştir. Tedarik edilen çelikler yaklaşık 5 metrelik çubuk formunda olup çelikler öncelikle her bir parçanın kalınlığı 13 mm olacak şekilde kesilmiştir. Daha sonra eşit parçalara ayrılmış olan çeliklere sertleştirme ve temperleme ısıt işlemleri uygulanmıştır. Sertleştirme işlemi 870°C’de gerçekleştirilmiş olup işlem süresi 60 dakikadır. Sertleştirme işleminin ardından 560°C’de 2 saatlik süreyle temperleme işlemi yapılmıştır. Çeliklerin ısıt işleminin ardından eşit boydaki parçalar taşlanmıştır. Isıt işlem ve mekanik işlemlerin ardından nitrürlemeye hazır hale gelen numuneler Şekil 3.1’de görülmektedir. Nitrürleme deneyleri öncesinde yüzeylerinin korunması amacıyla yağlanan numuneler alkol ve asetonla temizlenmiş ve her deney için 3’er adet numune, sıcaklık dağılımının en iyi olduğu yer olan fırının ortasına yerleştirilmiştir. Deneyde kullanılan 31CrMoV9 çeliği nitrürasyon çeliği olup kimyasal bileşimi Çizelge 3.1’de verilmiştir.

**Çizelge 3.1 : 31CrMoV9 çeliğinin kimyasal bileşimi.**

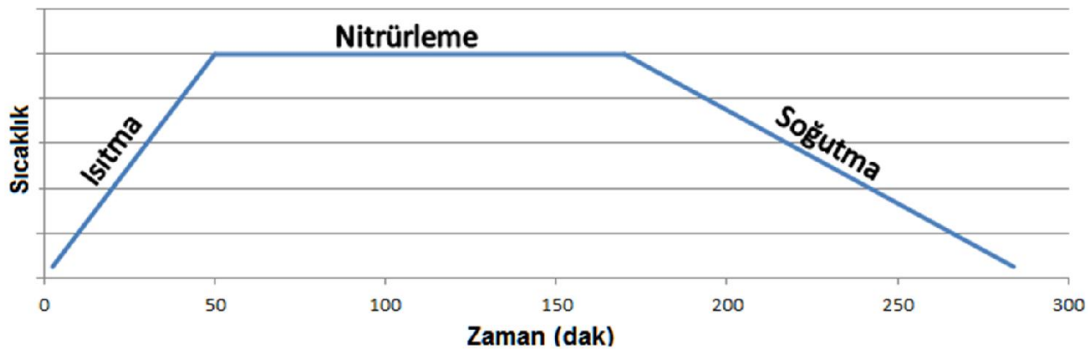
| Kimyasal Bileşim (%) | C    | Si   | Mn   | Cr   | Mo   | V    |
|----------------------|------|------|------|------|------|------|
|                      | 0,31 | 0,40 | 0,55 | 2,50 | 0,20 | 0,15 |



**Şekil 3.1 :** Nitrürleme deneyinde kullanılan numuneler.

### 3.2 Numunelerin Gaz Nitrürlenmesi

Nitrürleme deneyleri genel olarak ısıtma, nitrürleme ve soğutma olmak üzere üç aşamada gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.2). Fırın tüm deneylerde belirlenen sıcaklığa (525°C) oda sıcaklığından 10°C/dak ısıtma hızıyla azot atmosferinde (200 L/saat) ısıtılmıştır. Sıcaklığın belirlenen nitrürleme sıcaklığına ulaşmasıyla birlikte numuneler nitrürleme potansiyeline göre değişen farklı azot, amonyak ve hidrojen akış hızlarında 2, 3, 4 ve 6 saat sürelerle nitrürlenmiştir. Nitrürleme aşamasının ardından fırın azot atmosferinde (200 L/saat) oda sıcaklığına soğutulmuştur.



**Şekil 3.2 :** Nitrürleme işleminde izlenen aşamalar.

Yapılan ilk nitrürleme deneylerinde öncelikle farklı  $K_N$  değerlerinde nitrürleme davranışının incelenmesi amaçlanmış, bu sebeple nitrürleme süresi sabit tutulmuştur.

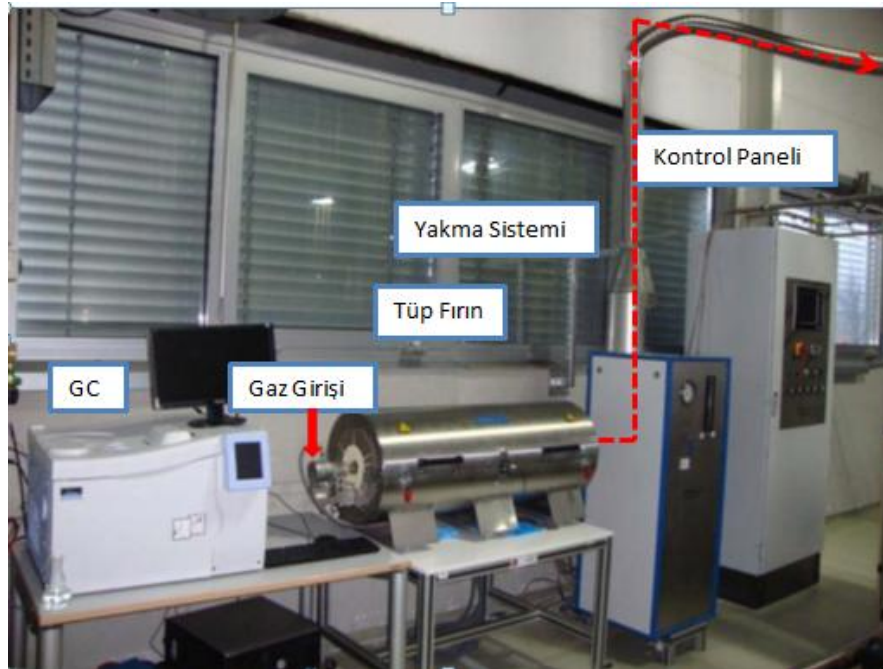
Deneylerde kullanılan nitrürleme potansiyeli  $K_N = \frac{P_{NH_3}}{P_{H_2}^{3/2}}$  formülüyle hesaplanmıştır.

Deneylerde kullanılan  $H_2$  gazının debisi, nitrürleme sıcaklığı, nitrürleme potansiyeli ve nitrürleme süresi Çizelge 3.2’de verilmiştir.  $H_2$  gazı nitrürleme prosesinde

seyreltici gaz olarak kullanıldığından  $H_2$  gazının debisi, nitrürleme potansiyelini ayarlamak için değiştirilmiştir.  $N_2$  ve  $NH_3$  gazlarının debileri ise bütün deneylerde sabit tutulmuştur ( $N_2$  için 200 L/saat,  $NH_3$  için 75 L/saat).  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelinde numuneler 2, 3, 4 ve 6 saat sürelerde nitrürlenip nitrürasyona sürenin de etkisi incelenmiştir.

**Çizelge 3.2 : Nitrürleme deney parametreleri.**

| Deney | $H_2$ Gazının Debisi | Nitrürleme Potansiyeli         | Süre   | Sıcaklık            |
|-------|----------------------|--------------------------------|--------|---------------------|
| 1     | 475 L/saat           | $K_N = 0.2 \text{ atm}^{-1/2}$ | 2 saat | $525^\circ\text{C}$ |
| 2     | 265 L/saat           | $K_N = 0.4 \text{ atm}^{-1/2}$ | 2 saat | $525^\circ\text{C}$ |
| 3     | 195 L/saat           | $K_N = 0.6 \text{ atm}^{-1/2}$ | 2 saat | $525^\circ\text{C}$ |
| 4     | 150 L/saat           | $K_N = 0.8 \text{ atm}^{-1/2}$ | 2 saat | $525^\circ\text{C}$ |
| 5     | 125 L/saat           | $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ | 2 saat | $525^\circ\text{C}$ |
| 6     | 125 L/saat           | $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ | 3 saat | $525^\circ\text{C}$ |
| 7     | 125 L/saat           | $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ | 4 saat | $525^\circ\text{C}$ |
| 8     | 125 L/saat           | $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ | 6 saat | $525^\circ\text{C}$ |



**Şekil 3.3 : Laboratuvar tipi tüp fırın, kontrol paneli ve gaz kromatografi cihazı.**

Şekil 3.3'te nitrürleme prosesinde kullanılan laboratuvar ölçekli tüp fırın, kontrol paneli ve gaz kromatografi cihazı (GC) görülmektedir. Nitrürleme süresince azot,

hidrojen ve amonyak olmak üzere üç farklı gaz kullanılmaktadır. Sistemde bir adet daimi azot temizleme hattı, üç adet de proses gazı için olacak şekilde kütle akış kontrol cihazları bulunmaktadır. Fırının dengeli olarak çalışabilmesi için gaz giriş basınçları  $\pm 50$  mbar gibi düşük bir basınç değişim aralığında ayarlanmıştır. Fırın sisteminde birer adet oksijen ve hidrojen sensörü bulunmaktadır. Oksijen seviyesi %1 değerinin altına düşmeden amonyak geçişi sağlanamamaktadır. O<sub>2</sub> sensörü fırına oksijen girdiği anda deneyi otomatik olarak durdurmakta ve böylece oksijen kaçaklarını engelleyerek güvenli bir deney ortamı tesis etmektedir. Hidrojen sensörü, amonyağın parçalanma miktarını göstermekte ve aynı zamanda K<sub>N</sub> hesaplamasında kullanılmaktadır. Fırından çıkan gazlar, doğalgaz yardımıyla yakılarak sistemden uzaklaştırılmaktadır.

### **3.3 Numunelerin Karakterizasyonu**

Nitrürlenmiş numunelerde iki farklı nitrürlenme parametresinin numunedeki kalıntı gerilme üzerindeki etkisi incelenmiştir. 5 farklı nitrürlenme potansiyelinde (0.2, 0.4, 0.6, 0.8 ve 1.0 atm<sup>-1/2</sup>) ve 4 farklı sürede (2, 3, 4 ve 6 saat) gaz nitrürlenme yapılan numunelerin çeşitli cihazlarla karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

#### **3.3.1 X-ışını difraktometresi**

Nitrürlenme deneylerinin ardından nitrürlenme sonrası oluşan fazların tayini için numunelere XRD analizleri yapılmıştır. Nitrürlenmiş numunelerin faz yapılarının tayininde ince film ataçmanlı, “Philips PW-3710” model X-ışını difraktometresi kullanılmıştır. Kaplamaların X-ışını paternlerinin eldesi için 40kV/40mA akım değerinde (voltaj/akım) Cu-K<sub>α</sub> ışınması kullanılmıştır. Öncelikle nitrürlenmiş numunelerde beyaz tabaka oluşumunun daha net gözlemlenebilmesi için numune yüzeylerine 1°'lik sabit giriş açısında X-ışını gönderilerek X-ışını paternleri elde edilmiştir. İnce film modunda gerçekleştirilen XRD analizlerinin ardından “Gonio” modunda X-ışınları paternleri çekilerek yapıda meydana gelen değişiklikler gözlemlenmiştir. Elde edilen XRD paternleri JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) paternleriyle karşılaştırılarak numunelerin fazları tayin edilmiştir. Kullanılan XRD cihazı Şekil 3.4’te görülmektedir.



**Şekil 3.4 : Philips PW-3710 model XRD cihazı.**

### **3.3.2 Glow deşarj optik emisyon spektrometrisi (GDOES)**

Nitrülenmiş numunelerin derinliğine bağlı bileşiminin değişimi Jobin Yvon Horiba GDProfiler marka GDOES analiz cihazı ile ölçülmüştür (Şekil 3.5). Numunelerin yüzeyi yaklaşık 5 mm çapa sahip dairesel bir alan boyunca argon (Ar) gazı ile sıçratılmıştır. Sıçratılan hedeflerden elde edilen optik emisyonlar ile derinliğe bağlı elemental bir profil elde edilmiştir. Elde edilen derinliğe bağlı karbon ve azot bileşim profilleri ile beyaz tabakanın kalınlığı ölçülmüştür. Difüzyon tabakası kalınlığı ölçümleri optik mikroskop ve kesitten sertlik ölçümleri ile bulunduğundan GDOES analizleri beyaz tabaka bölgesi bulunduktan sonra devam ettirilmemiştir.



**Şekil 3.5 : Jobin Yvon Horiba GDProfiler marka GDOES analiz cihazı.**

Azot profilindeki penetrasyon derinliğini belirten eksen, GDOES analizi sonucu numune yüzeyinde oluşan iz derinliğinin ölçülmesiyle hesaplanmıştır. Normalde GDOES analizi, element bileşimindeki değişimi süreye bağlı olarak vermektedir. Belli sürelerde Ar gazı ile sıçratılan nitrülenmemiş numuneler referans alınarak yapılan tekrarlı deneyler sonucunda oluşan izin derinliği Veeco marka Wyko 1100 model optik profilometre ile ölçülerek ne kadar sürede hangi derinlikte iz oluştuğu hesaplanmıştır. Yapılan hesaplamalar sonucunda oluşan iz derinliğinin gerçekleştirilen analiz süresi ile birlikte lineer olarak arttığı kabul edilerek GDOES analizinin verdiği süreye bağlı olarak değişen kimyasal bileşim sonuçları, derinliğe bağlı olarak değişen kimyasal bileşim sonuçları olarak güncellenmiştir. İz derinliği ölçümünde kullanılan optik profilometre Şekil 3.6’da görülmektedir.

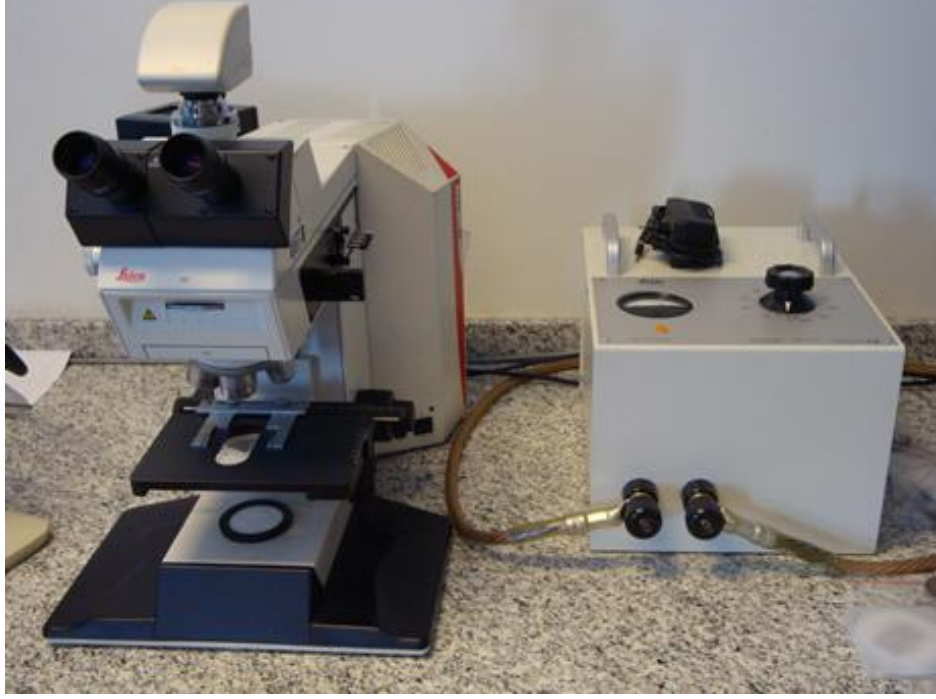


**Şekil 3.6 :** Veeco marka Wyko 1100 model optik profilometre.

### **3.3.3 Optik mikroskop**

Nitrülenen numuneler kesici disk yardımıyla kesilmiştir. Parlatma işlemi sonrasında kesitlerde oluşabilecek yuvarlanmayı önlemek için numunelerin yüzeyleri bakır folyoyla sarılmış, numuneler bu şekilde kesitlerinden soğuk bakalite alınmıştır. Bakalitler zımparalandıktan ve 1  $\mu\text{m}$ 'luk alumina solüsyonuyla parlatıldıktan sonra

1/3 oranında etil alkol içerisinde seyreltilmiş Adler çözeltisiyle dağlanmıştır. Nitrürlenmiş 31CrMoV9 numunelerinin Adler çözeltisiyle dağlanması sonucunda Adler çözeltisiyle reaksiyona giren difüzyon tabakası gözle ayırt edilebilir hale gelmiş ve böylece difüzyon tabakası kalınlıkları bulunmuştur. Bu ölçümler Leica marka optik mikroskop ile yapılmıştır (Şekil 3.7).

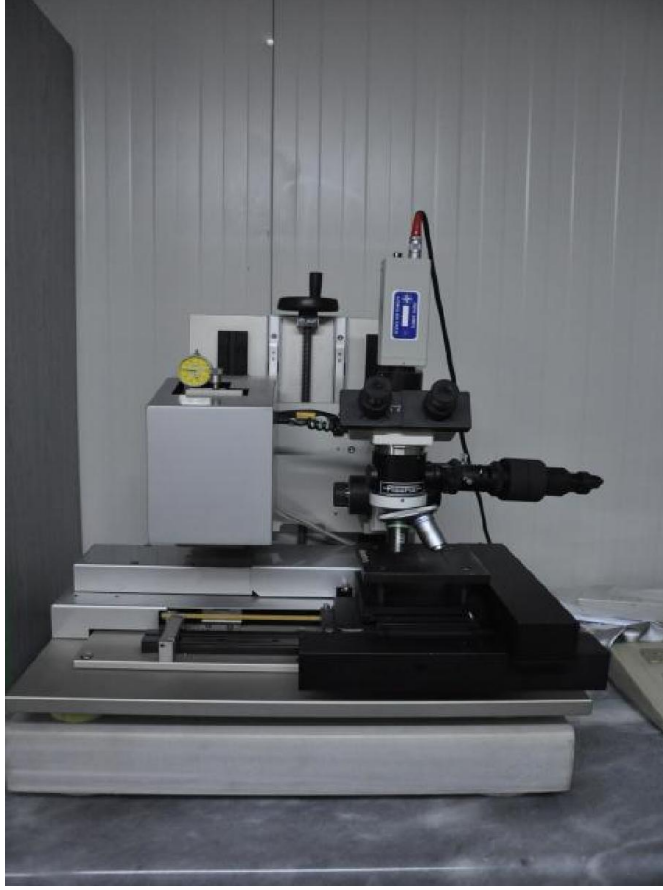


**Şekil 3.7 :** Leica marka optik mikroskop.

### 3.3.4 Sertlik

Numunelerin yüzey sertlik değerleri, Fischer H100 XYPROG mikrosertlik indentasyon cihazında 25 mN maksimum yük altında 1 saniye aralıklarla 50 adımda ölçülmüştür. Deneysel hataların en aza indirilmesi amacıyla her bir numune için 25 ölçüm yapılmış ve bu ölçümlerin istatistiksel ortalaması alınmıştır.

Nitrürlenmiş numunelerin difüzyon tabakasının kalınlığının hesaplanması için kesitlerinden derinliğe bağlı sertlik ölçümleri yapılmıştır. Önceden kesici disk yardımıyla kesilen numuneler soğuk bakalite alınmış ve yüzeyi zımparalanıp parlatılarak indentasyon cihazına yerleştirilmiştir. Kesitten alınan sertlik değerleri yüzeyden itibaren 10 µm'luk hassasiyetle ölçülmüştür. Derinliğe bağlı sertlik ölçüm deneyleri yüzeyden 200 µm derinliklere kadar 250 mN maksimum yük altında 1 saniye aralıklarla 50 adımda ölçülmüştür. Ölçüm yapılan mikrosertlik indentasyon cihazı Şekil 3.8'de gösterilmiştir.



**Şekil 3.8 :** Fischer HP100 X-Y Prog model ultra mikrosertlik indentasyon cihazı.

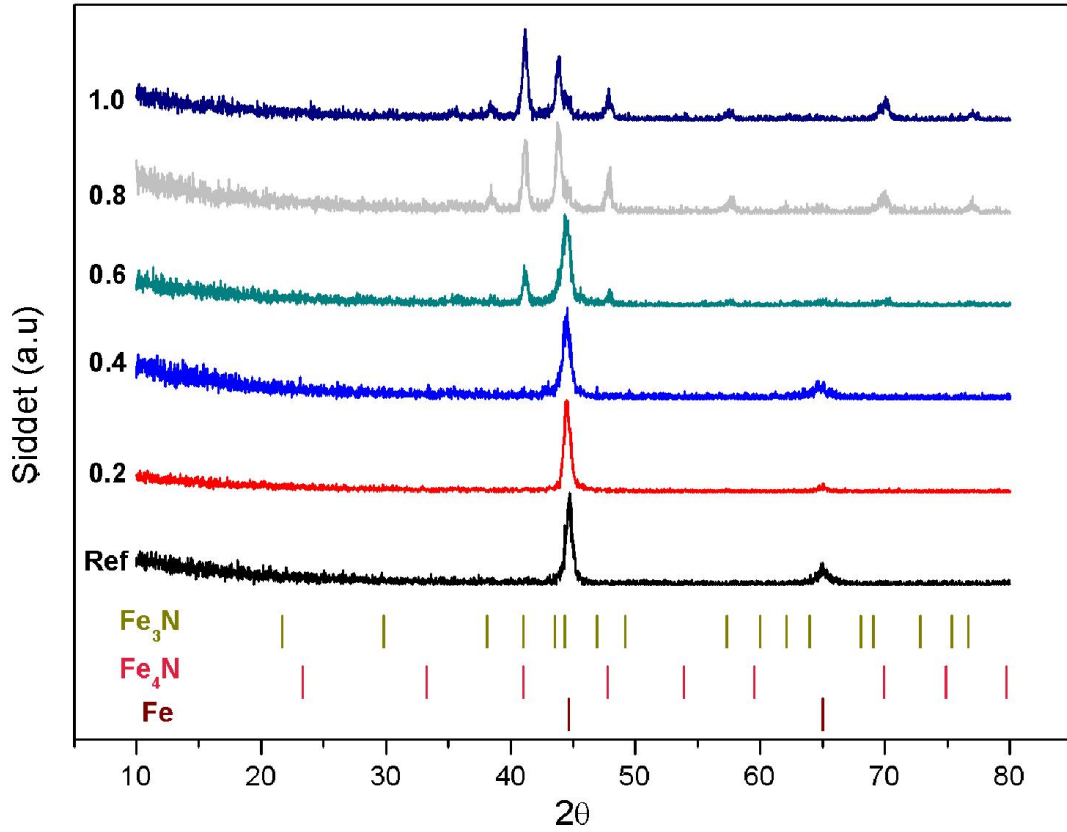
### **3.3.5 Kalıntı gerilme**

Numunelerin kalıntı gerilme değerleri, derinliğe bağlı olarak Fischer H100 XYPROG mikrosertlik indentasyon cihazında 250 mN maksimum yük altında 1 saniye aralıklarla 50 adımda ölçülmüştür. Kesici diskler ile kesilen numuneler, aynı sertlik ölçümünde olduğu gibi, soğuk bakalite alınmış, zımparalandıktan sonra parlatılarak deney cihazına yerleştirilmiştir. Yükleme ve boşaltma eğrileri yer değiştirme sensörü sayesinde bilgisayar ekranında görüntülenmiş ve Q. Wang metoduna göre kalıntı gerilmeler hesaplanmıştır. Hataların en aza indirilmesi amacıyla her bir numune için 5 ölçüm yapılmış ve bu ölçümlerin istatistiksel ortalaması alınmıştır. İndentasyon sonuçları daha sonra, numunelerin yüzeyinden 200  $\mu\text{m}$  derinliklere kadar tabaka kaldırılarak ve belli derinliklerde (0, 10, 20, 30, 40, 50, 75, 100, 150 ve 200  $\mu\text{m}$ ) numunelere XRD cihazıyla  $2\theta = 136-144^\circ$  aralığında  $\sin^2\Psi$  metodu uygulanarak bulunan kalıntı gerilme sonuçlarıyla karşılaştırılmış ve indentasyon sonuçları bir katsayı yardımıyla doğrulanmıştır.

## 4. DENEYSEL SONUÇLAR

### 4.1 XRD Analizi Sonuçları

525°C’de 2 saat süreyle nitrürlenmiş 31CrMoV9 çeliklerinde oluşan fazların tayini için X-ışını difraksiyonu analizi yapılmıştır.  $2\theta = 10-80^\circ$  arasında çekilen XRD paternleri Şekil 4.1’de görülmektedir.

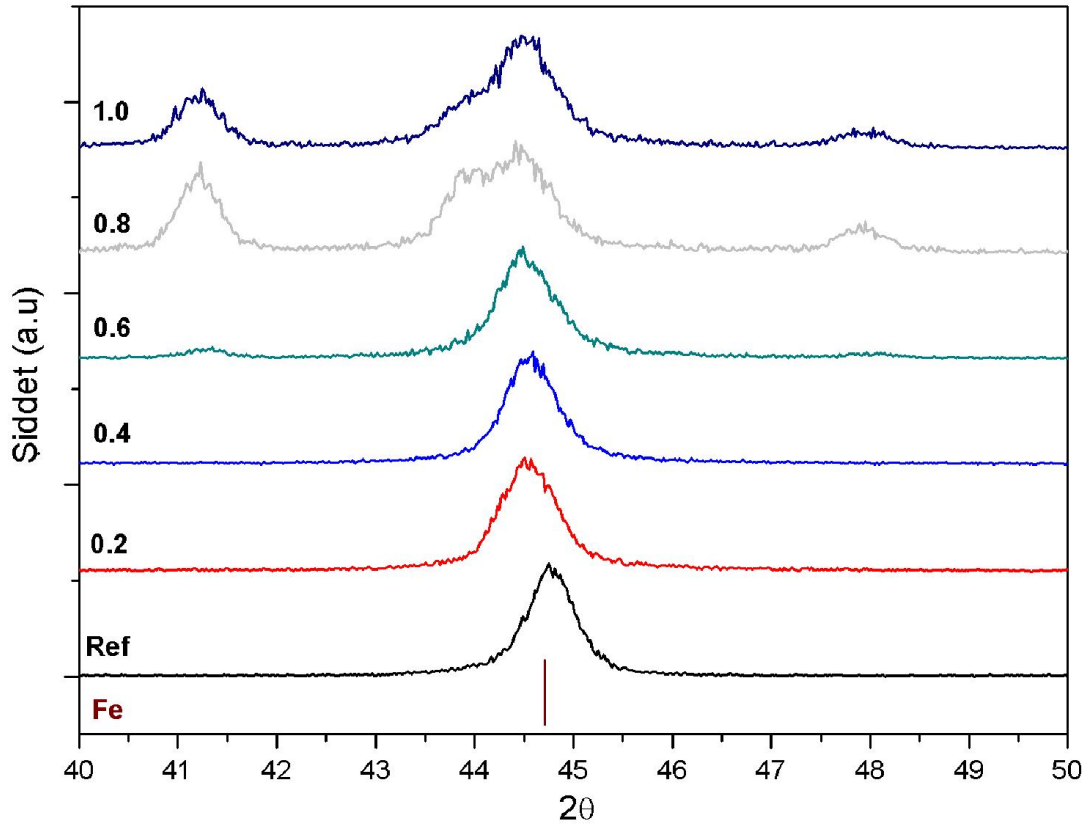


**Şekil 4.1 :** 525°C’de 2 saat süreyle farklı nitrürlenme potansiyellerinde nitrülenmiş 31CrMoV9 çeliğinin  $1^\circ$ ’lik giriş açısıyla elde edilen XRD paternleri.

X-ışınları numune yüzeylerine  $1^\circ$  sabit giriş açısında gönderilmiştir.  $1^\circ$  sabit giriş açısı kullanılmasının sebebi beyaz tabaka oluşumunun daha net gözlemlenmesini sağlamaktır. Öncelikle nitrülenmemiş bir numune referans alınarak yapılan ölçümlerde, düşük nitrürlenme potansiyeline ( $K_N = 0.2$  ve  $0.4 \text{ atm}^{-1/2}$ ) sahip numunelerde herhangi bir faz oluşumu gerçekleşmemiştir.  $K_N = 0.6 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürlenme

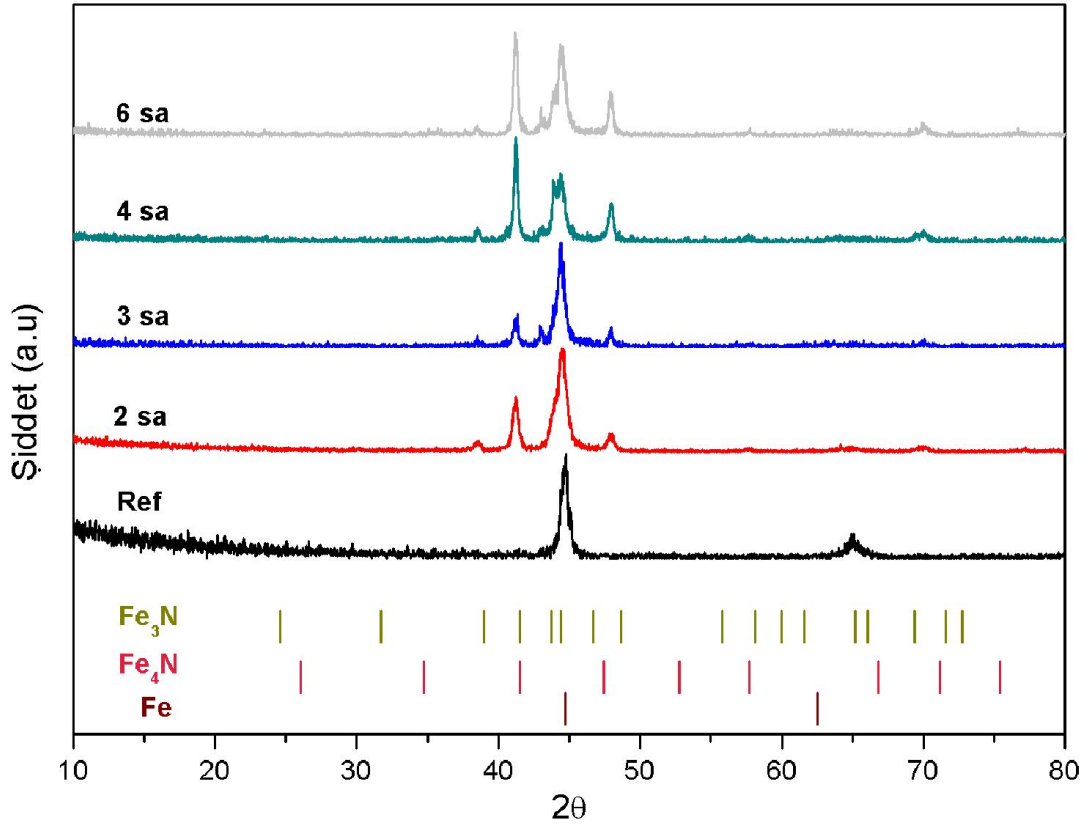
potansiyeline sahip malzemede beyaz tabakadaki  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N fazının piklerine rastlanmıştır ve bu piklerin şiddeti  $K_N = 0.8$  ve  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  değerlerinde artış göstermiştir.  $K_N = 0.8$  ve  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyeline sahip numunelerde  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N fazının da oluştuğu gözlenmiştir.  $K_N = 0.8 \text{ atm}^{-1/2}$  ve  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyellerinde nitrürlenmiş numunelerde demir pikinin tamamen kaybolmaması, yüzeyde oluşan beyaz tabakanın çok ince olduğunu göstermektedir. XRD analizine bakılarak, artan nitrürleme potansiyeli ile birlikte beyaz tabakanın oluştuğu sonucuna varılmıştır.

Sabit giriş açısıyla yapılan XRD analizlerinin ardından özellikle iç gerilme nedeniyle ortaya çıkan piklerdeki kaymaları belirlemek amacıyla “Gonio” modunda ölçümler yapılmıştır. Bu ölçümler de  $10$ - $80^\circ$  aralığında çekilmiş fakat piklerdeki değişikliklerin daha iyi gözlenebilmesi için Şekil 4.2’de  $40$ - $50^\circ$  aralığında çizilmiştir. Nitrürleme potansiyeli arttıkça demir piklerinin sola kaymasının sebebi, numunelerde artan basma kalıntı gerilmeleridir. Nitrürleme potansiyeliyle birlikte basma gerilmesi artmakta, pikler daha küçük açılara doğru kaymaktadır.



**Şekil 4.2 :** 525°C’de 2 saat süreyle farklı nitrürleme potansiyellerinde nitrürlenmiş 31CrMoV9 çeliğinin “Gonio” modunda çekilen XRD paternleri.

Nitrüleme potansiyelinin faz oluşumuna etkisi incelendikten sonra, sabit nitrüleme potansiyelinde ( $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ ) ve farklı sürelerde (2, 3, 4 ve 6 saat) nitrülenen numunelerin “Gonio” modunda XRD analizleri yapılmıştır. Artan süreyle birlikte bütün numunelerde demir nitür yapılarının oluştuğu görülmüştür (Şekil 4.3).

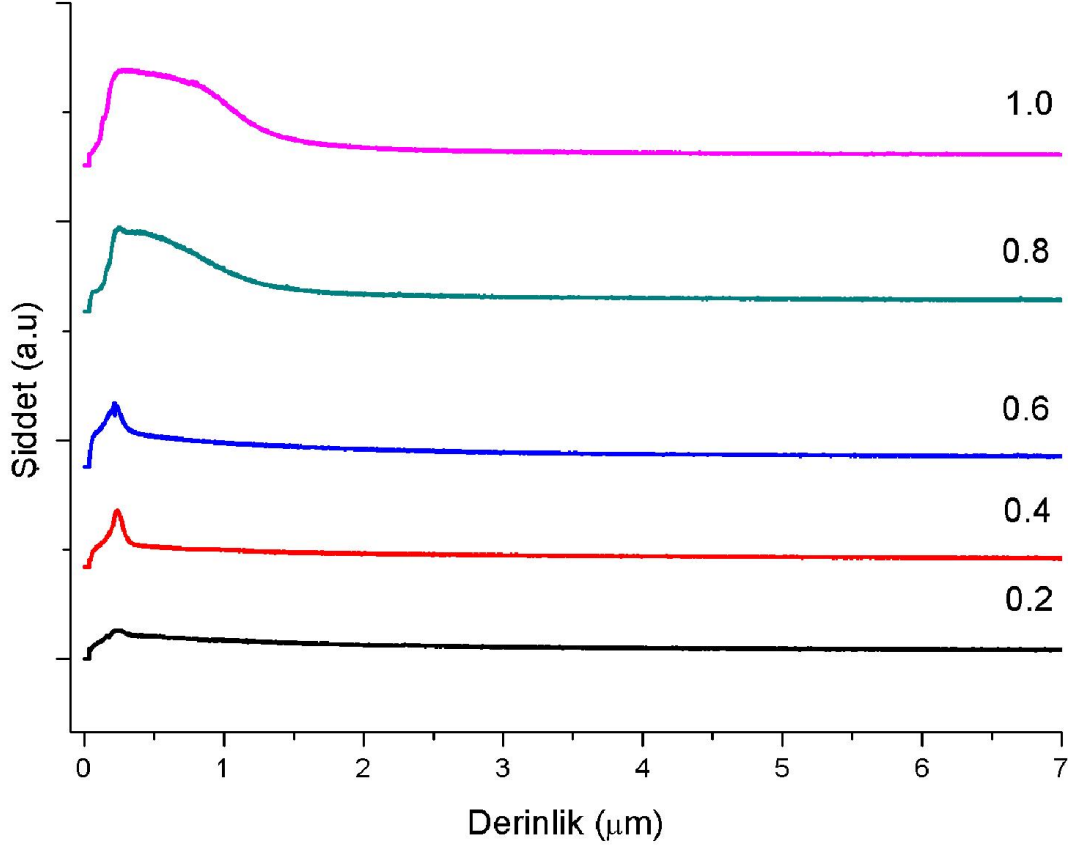


**Şekil 4.3 :** 525°C’de  $K_N = 1.0$  nitrüleme potansiyelinde farklı sürelerde nitrülenmiş 31CrMoV9 çeliğinin “Gonio” modunda çekilen XRD paternleri.

#### 4.2 GDOES Analizi Sonuçları

525°C’de 2 saat süreyle farklı nitrüleme potansiyellerinde nitrülenmiş numunelerin azot konsantrasyonlarındaki değişimin ve nitrüleme işlemi sonrasında elde edilen beyaz tabaka kalınlığının belirlenmesi için yapılan GDOES analizinin sonuçları Şekil 4.4’te görülmektedir. Nitrüleme işlemi sonucunda en yüksek azot konsantrasyonunun numunelerin yüzeyinde olduğu görülmüştür. Nitrüleme potansiyelindeki artışla birlikte numunelerin yüzeyindeki azot konsantrasyonunun arttığı, beyaz tabakanın oluşmaya başladığı ve yine artan nitrüleme potansiyeli ile birlikte beyaz tabaka kalınlığının da arttığı gözlemlenmiştir. Azot derişiminin sabitlendiği derinlikten itibaren difüzyon tabakası başlamaktadır ve beyaz tabaka

kalınlığı bu bölgeden önce malzemenin pik verdiği yerden ölçülmektedir.  $K_N = 0.6$   $\text{atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyeline sahip numunede tek fazlı çok ince bir beyaz tabaka oluşmuştur.  $K_N = 0.8$  ve  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelindeki numunelerde ise  $0.5\text{-}1 \text{ }\mu\text{m}$  kalınlığında bir beyaz tabakanın oluştuğu görülmektedir.



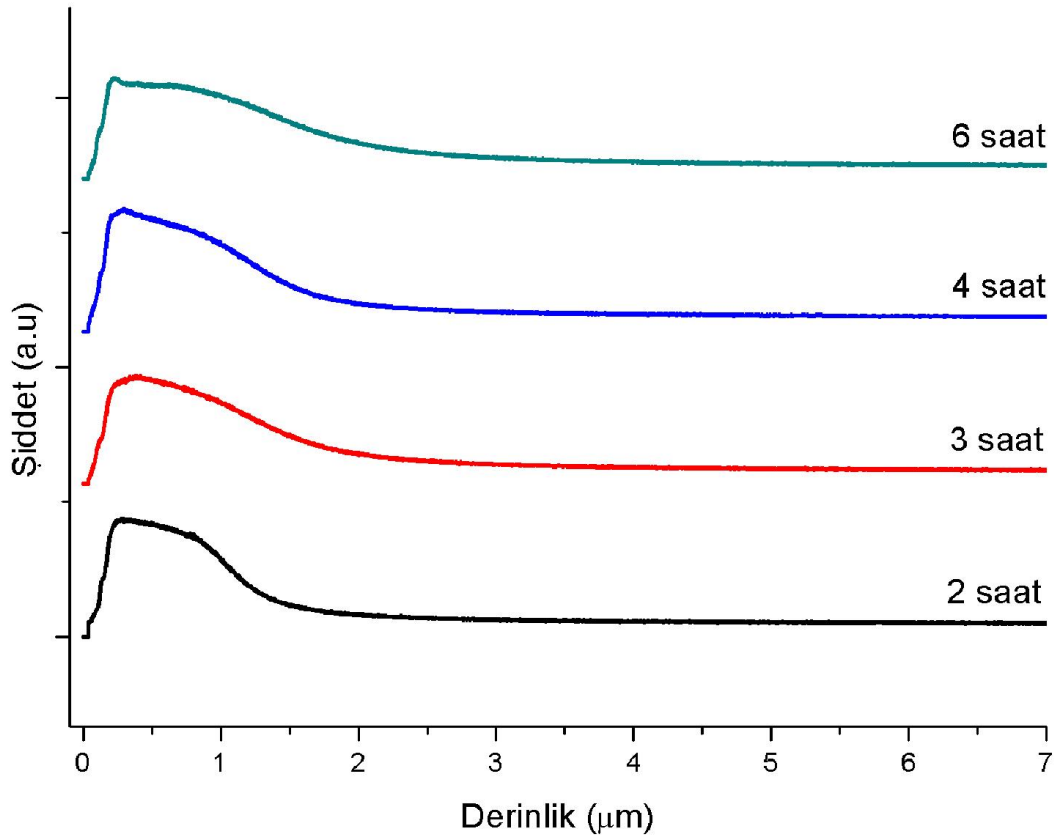
**Şekil 4.4 :** 525°C’de 2 saat süreyle farklı nitrürleme potansiyellerinde nitrürlenmiş numunelerin azot konsantrasyon profilleri.

525°C’de farklı sürelerde  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelinde nitrürlenmiş numunelerin GDOES analizi sonuçları ise Şekil 4.5’te verilmiştir. Nitrürleme süresi arttıkça beyaz tabaka kalınlığının arttığı görülmektedir. 2 saat nitrürlenmiş numunenin beyaz tabaka kalınlığı  $1 \text{ }\mu\text{m}$  civarında iken, 6 saat nitrürlenmiş numunede beyaz tabaka kalınlığı  $2 \text{ }\mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür.

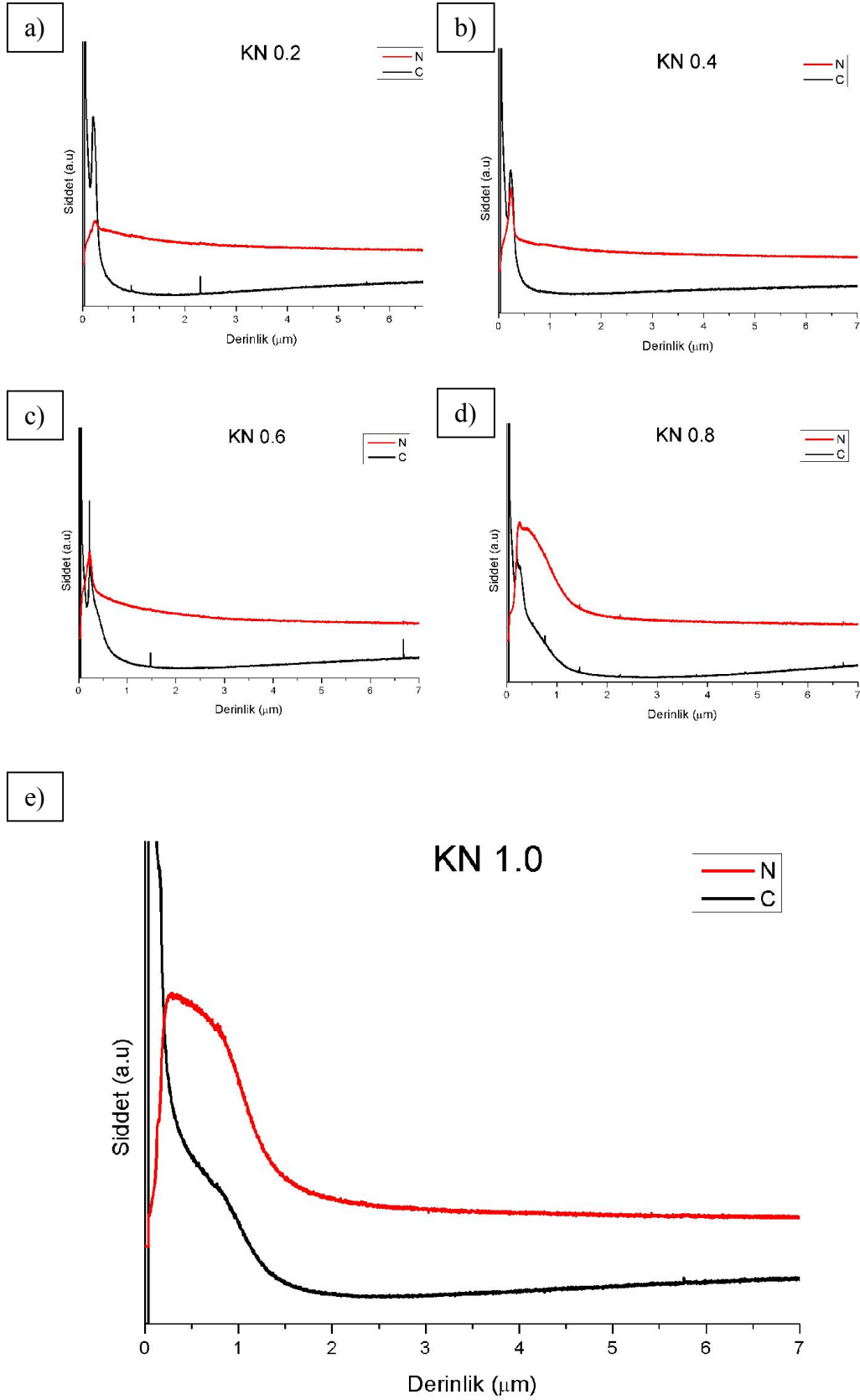
Beyaz tabaka kalınlığının saptanmasının ardından aynı GDOES verileri kullanılarak bu kez derinliğe bağlı azot-karbon derişimi ilişkisi incelenmiştir. 525°C’de farklı sürelerde ve farklı nitrürleme potansiyellerinde nitrürlenen numunelerin GDOES analizi sonucu elde edilen azot ve karbon konsantrasyon profilleri Şekil 4.6’da ve Şekil 4.7’de görülmektedir. Bu sonuçlara göre azot konsantrasyonu numunenin

merkezine doğru azalırken, karbonların yüzeye yakın bölgede ve beyaz tabakanın altında biriktiği gözlemlenmiştir. Bu sonuç modifiye edilmiş yüzeyde azot ve karbon zengini bölgelerin oluştuğunu göstermektedir. Beyaz tabakanın altında ve üstünde meydana gelen bu karbon birikmesi “azotun karbonu itme etkisi” olarak adlandırılmıştır [40]. 31CrMoV9 çeliğinin bileşimindeki karbon oranı düşük olduğundan bu karbon birikmesi daha yüksek karbonlu çeliklere kıyasla net olarak gözlemlenmemektedir. Farklı karbon içeriklerine sahip numuneler nitrürlenirken, karbon içeriğindeki artışla birlikte beyaz tabaka kalınlığı da artmaktadır [41].

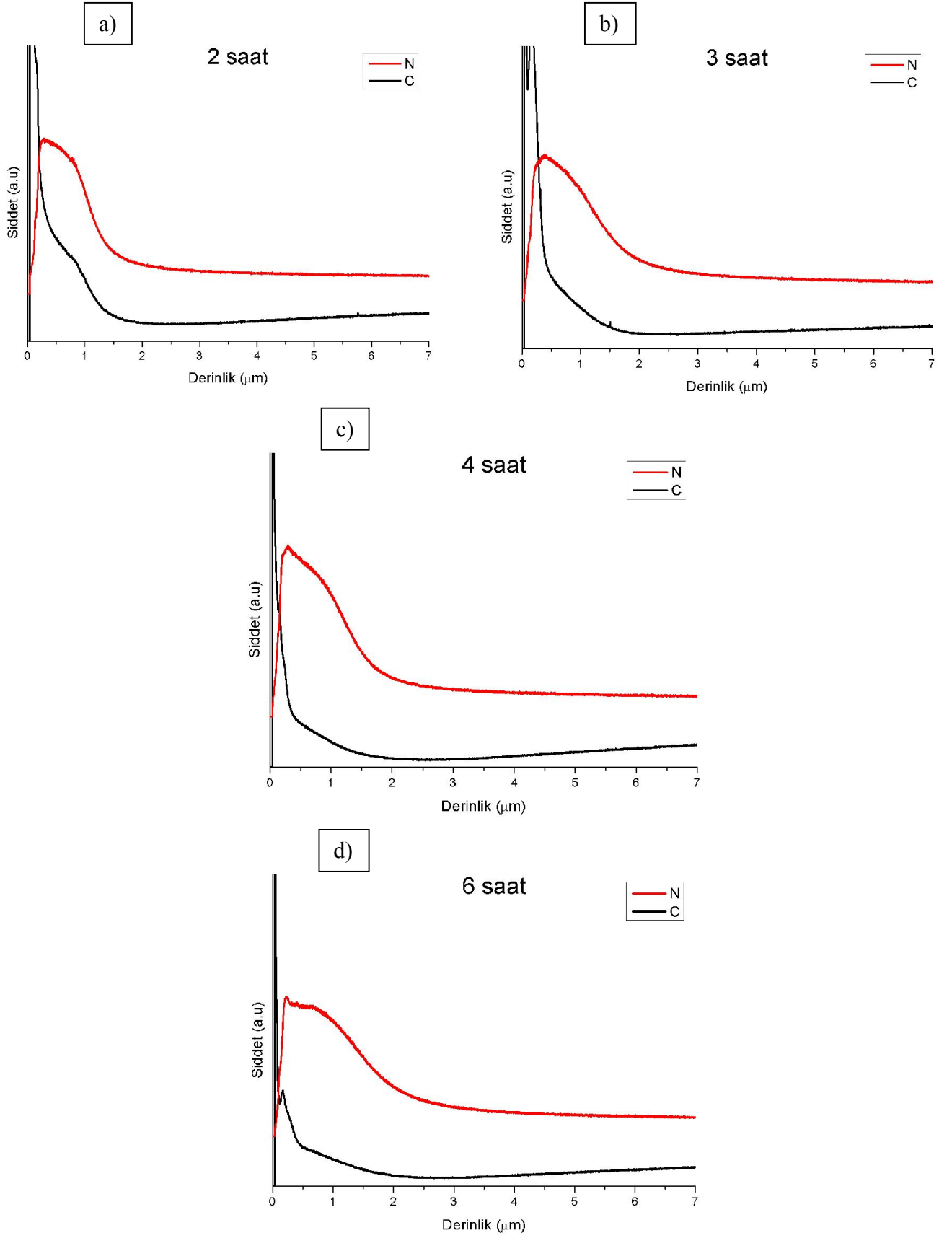
Beyaz tabaka oluşumunu incelemek için yapılan sabit giriş açılı XRD analizi sonuçlarıyla GDOES analizi sonuçlarının örtüştüğü görülmüştür. Beyaz tabakanın oluşabileceği  $K_N$  değerlerinde gerçekleştirilen nitrüleme prosesi esnasında sementit yapısı hemen  $\epsilon$  fazına ( $Fe_{2-3}[NC]$ ) dönüşürken,  $\gamma'$  fazının oluşumu ferrit üzerinden yürümektedir [41]. GDOES sonuçlarına göre beyaz tabakada görülen karbonca zengin ve karbonca fakir bölgeler bu dönüşümlerin sonucunda oluşmaktadır.



**Şekil 4.5 :** 525°C’de 2, 3, 4 ve 6 saat sürelerinde  $K_N= 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrüleme potansiyelinde nitrürlenmiş numunelerin azot konsantrasyon profilleri.



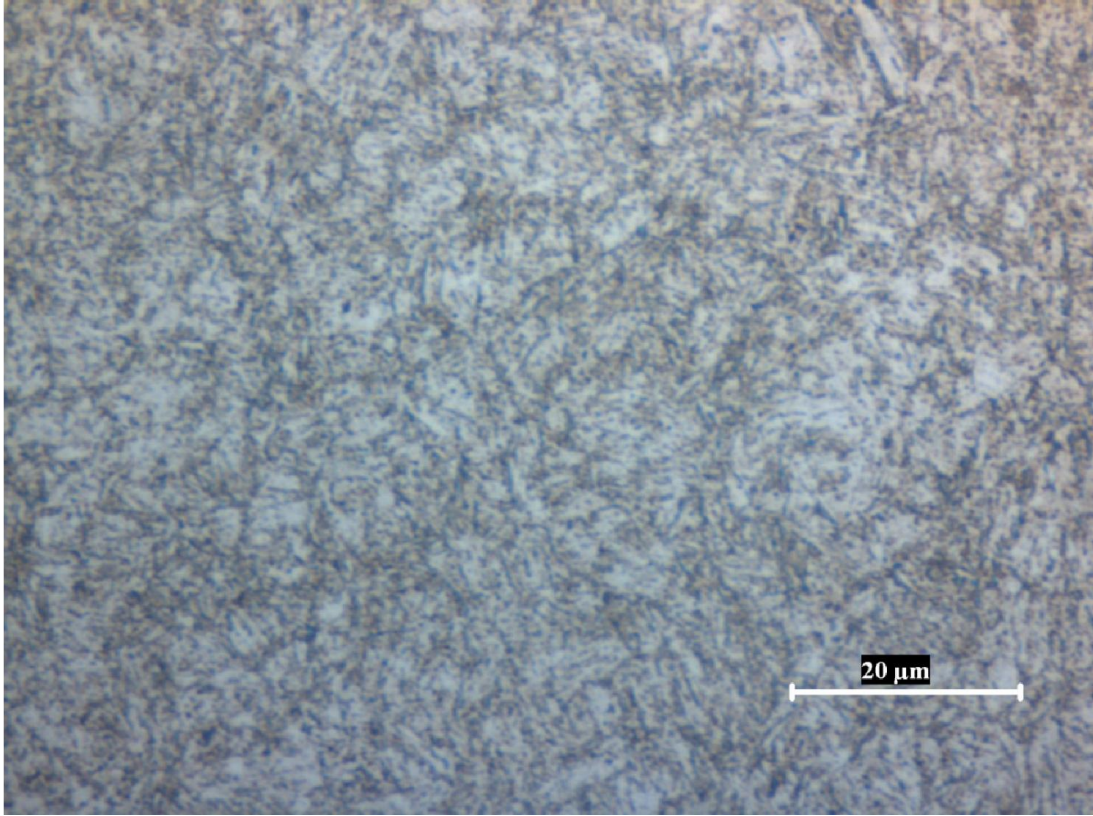
**Şekil 4.6 :** 525°C’de  $K_N$ = (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) 1.0  $\text{atm}^{-1/2}$ , de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin azot - karbon konsantrasyon profilleri.



**Şekil 4.7 :** 525°C'de  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  de (a) 2, (b) 3, (c) 4, (d) 6 saat süreyle nitrülenmiş numunelerin azot - karbon konsantrasyon profilleri.

### 4.3 Optik Mikroskop Görüntüleri

31CrMoV9 çeliğinin nitrüleme öncesi sertleştirme ve temperleme işlemleri yapılmış, bu işlemlerin ardından numunenin mikroyapısı incelenmiştir. Şekil 4.8’de 1500x büyütmede gerçekleştirilen mikroyapı incelemesinde, numunenin temperlenmiş martenzit yapıda olduğu görülmektedir.



**Şekil 4.8 :** Nitrüleme öncesi 31CrMoV9 çeliğinin sertleştirme ve temperleme işlemleri sonrası oluşan mikroyapısı (1500x büyütme).

Mikroyapının belirlenmesinin ardından, difüzyon tabakası kalınlıklarının ölçülmesi amacıyla, nitrülenmiş 31CrMoV9 çeliklerine metalografik analizler yapılmıştır. 2 saat boyunca farklı nitrüleme potansiyellerinde nitrülenmiş numunelerin Adler çözeltisiyle dağlanması sonucunda elde edilen difüzyon tabakası kalınlıkları Şekil 4.9’da verilmiştir. Aynı sonuçlar Çizelge 4.1’de tablo halinde de gösterilmiştir. Optik mikroskop görüntülerinde yüzeylerde görülen sarı renkli katmanlar, kesitlerde meydana gelen yuvarlanmayı önlemek için yüzeye sarılan bakır folyoya aittir. Dağlama işlemi sonrasında hesaplanan difüzyon tabakası kalınlıklarının, nitrüleme potansiyelindeki artışla birlikte arttığı gözlemlenmiştir. Nitrüleme potansiyelinin

düşük veya yüksek oluşuna göre, 2 saat nitrürlemenin ardından difüzyon tabakası kalınlıklarının 120-160  $\mu\text{m}$  aralığında değiştiği görülmektedir.

**Çizelge 4.1 :** 525°C’de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin difüzyon tabakası kalınlıkları.

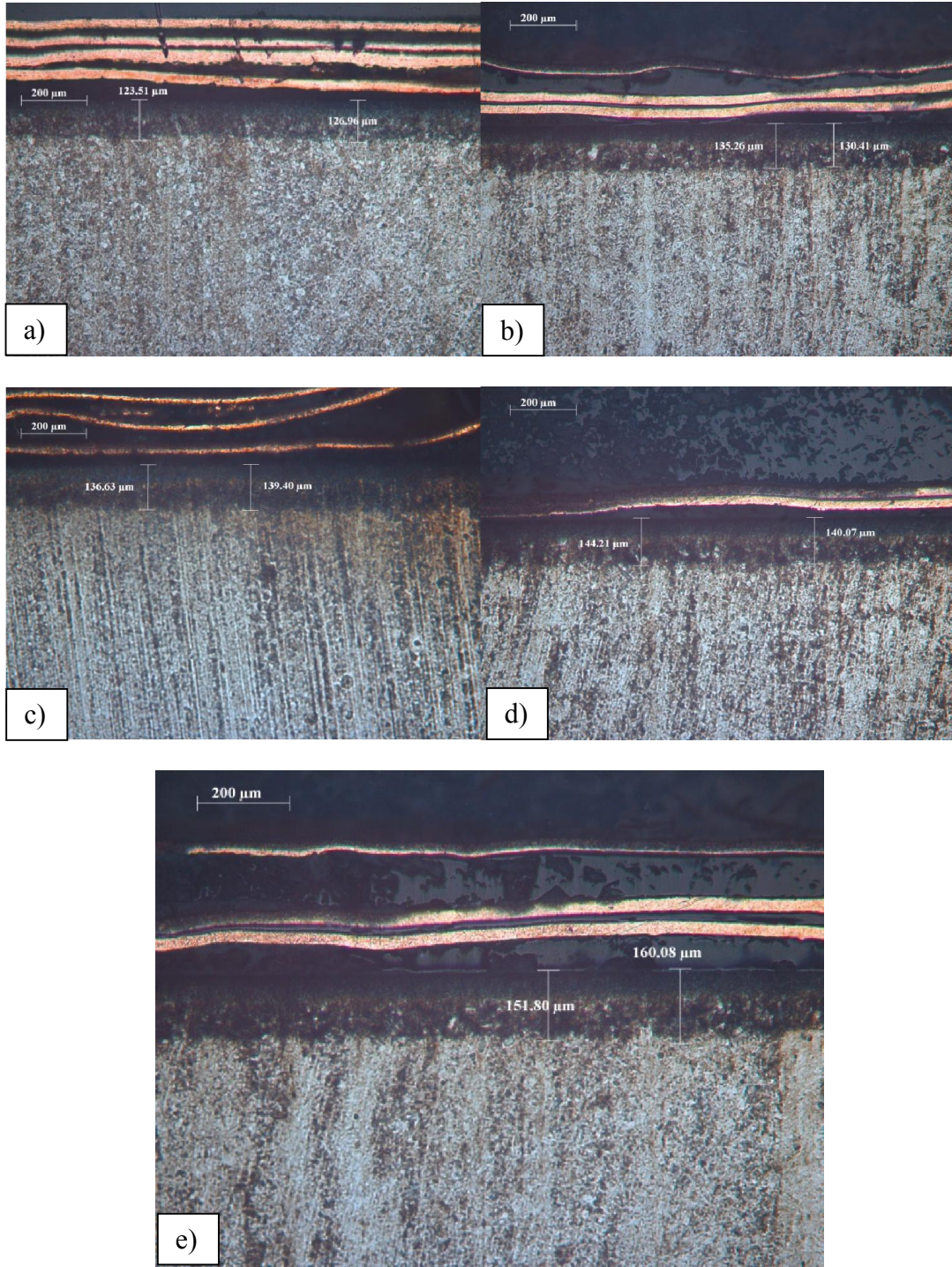
| Nitrürleme Potansiyeli         | Difüzyon Tabakası                     |
|--------------------------------|---------------------------------------|
| $K_N = 0.2 \text{ atm}^{-1/2}$ | 123 $\mu\text{m}$ – 126 $\mu\text{m}$ |
| $K_N = 0.4 \text{ atm}^{-1/2}$ | 130 $\mu\text{m}$ – 135 $\mu\text{m}$ |
| $K_N = 0.6 \text{ atm}^{-1/2}$ | 136 $\mu\text{m}$ – 140 $\mu\text{m}$ |
| $K_N = 0.8 \text{ atm}^{-1/2}$ | 140 $\mu\text{m}$ – 144 $\mu\text{m}$ |
| $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ | 151 $\mu\text{m}$ – 160 $\mu\text{m}$ |

#### 4.4 Sertlik Sonuçları

525°C’de 2 saat süreyle farklı nitrürleme potansiyellerinde ve  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelinde farklı sürelerde nitrürlenmiş numunelere ait yüzey sertlik değerleri Çizelge 4.2’de görülmektedir. Deneysel hataların en aza indirilmesi amacıyla her bir numune için 25 ölçüm yapılmış ve bu ölçümlerin istatistiksel ortalaması alınmıştır. Sertlik değişiminin daha net olarak görülmesi için nitrürlenmemiş numunenin de yüzey sertliği ölçülmüştür. Yüzey sertlik sonuçlarına göre, nitrürleme potansiyeli ve nitrürleme süresi arttıkça yüzey sertlik değerlerinin arttığı gözlemlenmiştir.

**Çizelge 4.2 :** 525°C’de farklı  $K_N$  değerlerinde ve sürelerde nitrürlenmiş numunelerin yüzey sertlikleri.

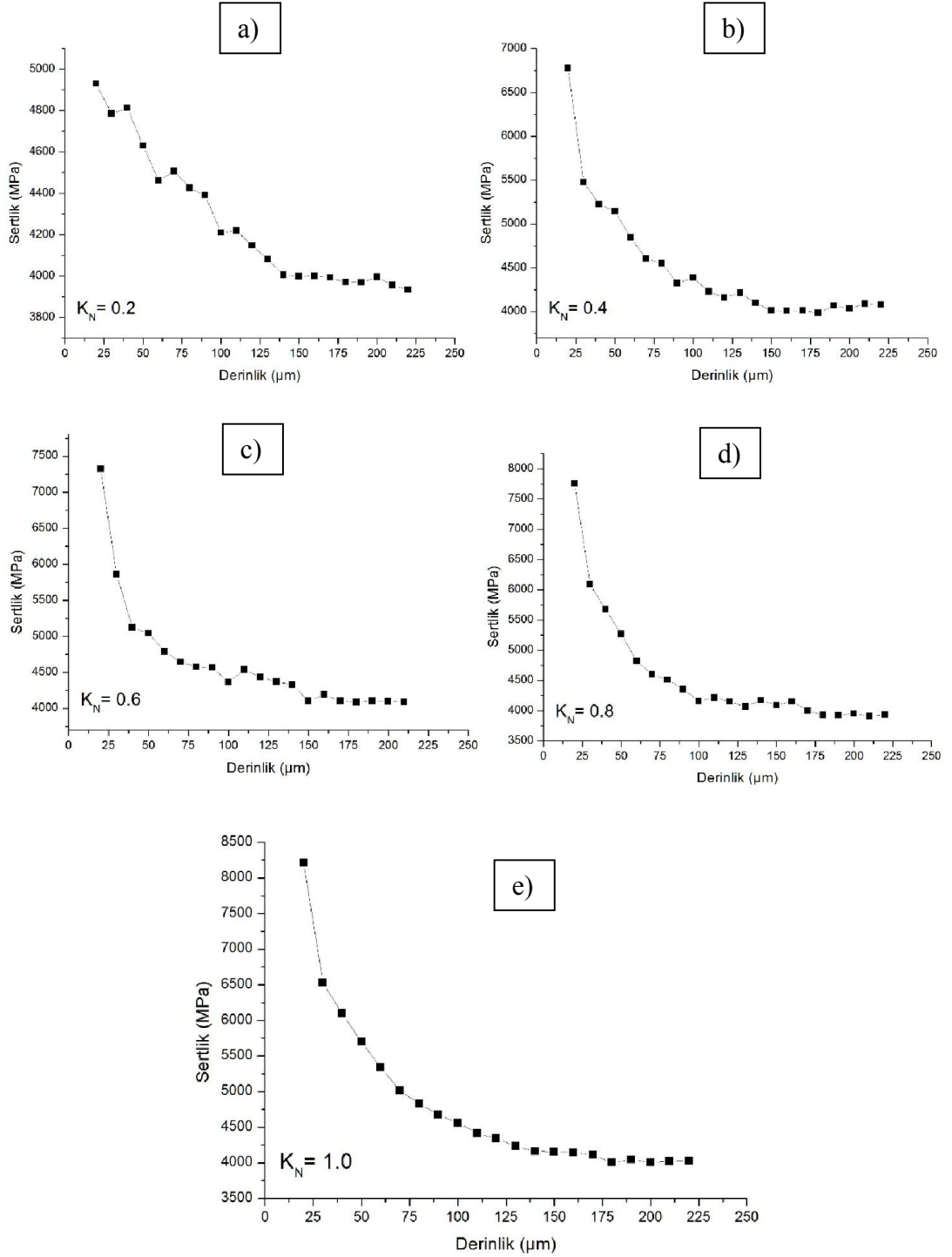
| Nitrürleme Potansiyeli         | Nitrürleme Süresi | Sertlik |
|--------------------------------|-------------------|---------|
| Nitrürlenmemiş                 | -                 | 404 HV  |
| $K_N = 0.2 \text{ atm}^{-1/2}$ | 2 saat            | 620 HV  |
| $K_N = 0.4 \text{ atm}^{-1/2}$ | 2 saat            | 692 HV  |
| $K_N = 0.6 \text{ atm}^{-1/2}$ | 2 saat            | 747 HV  |
| $K_N = 0.8 \text{ atm}^{-1/2}$ | 2 saat            | 775 HV  |
| $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ | 2 saat            | 803 HV  |
| $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ | 3 saat            | 853 HV  |
| $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ | 4 saat            | 882 HV  |
| $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ | 6 saat            | 895 HV  |



**Şekil 4.9 :** 525°C’de  $K_N$ = (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) 1.0 atm<sup>-1/2</sup>, de 2 saat süreyle nitrülenmiş numunelerin mikroyapı görüntüleri (100x büyütme).

Nitrülenmiş numunelerin metalografik deneylerle hesaplanan difüzyon tabakası kalınlığının doğrulanması ve aynı zamanda yüzeyden merkeze doğru gidildikçe değişen sertlik profilinin de çıkarılması için numuneye kesitten sertlik ölçümleri yapılmıştır. Kesitten alınan sertlik değerleri yüzeyden itibaren 10 μm’luk

hassasiyetle ölçülmüştür. Elde edilen sertlik sonuçları istatistiksel olarak değerlendirilmiş, sonuçlar grafik üstüne yerleştirilmiştir.

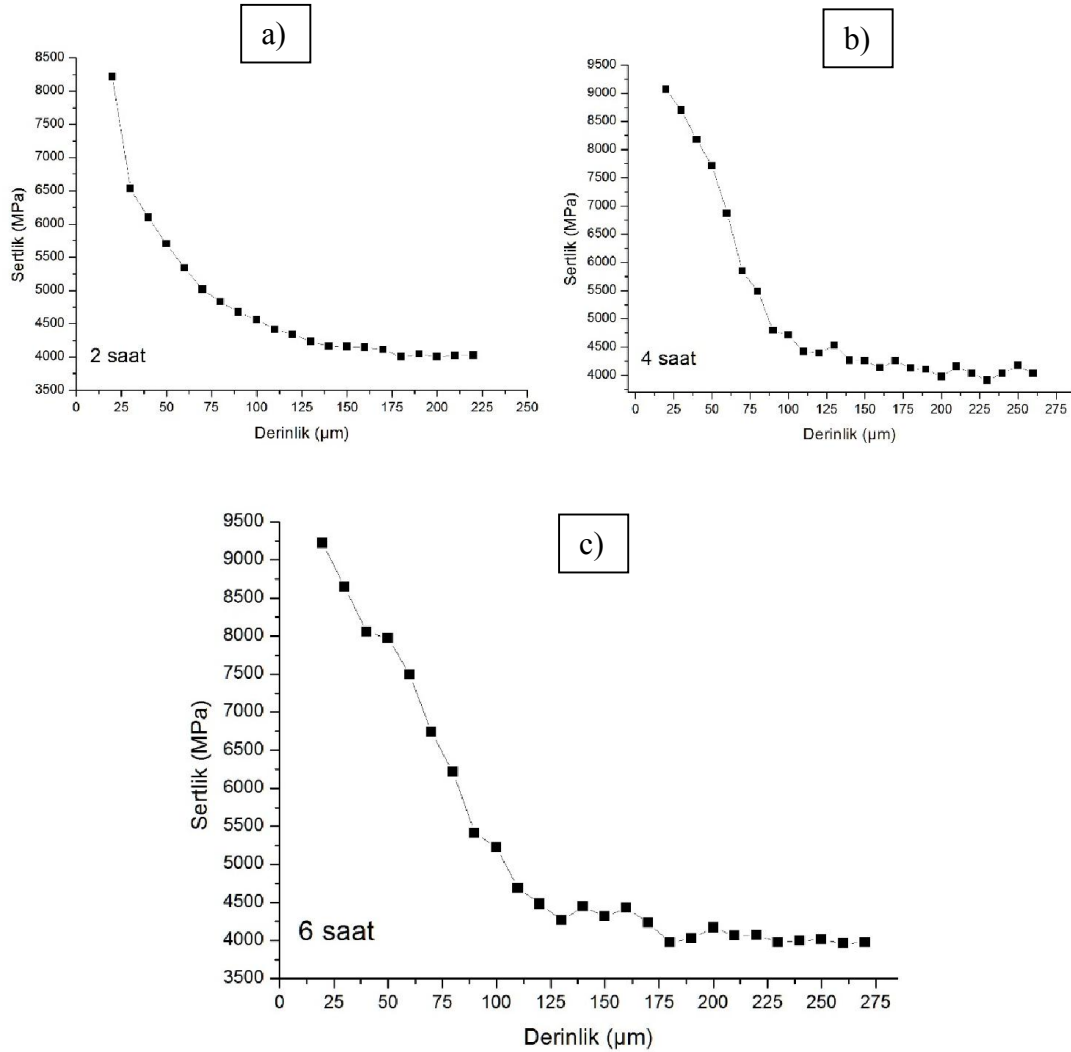


**Şekil 4.10 :** 525°C’de  $K_N$ = (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) 1.0 atm<sup>-1/2</sup>, de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin derinliğe bağlı sertlik değerleri.

Şekil 4.10’da 525°C’de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin 250 mN yük altında  $K_N$  değerlerine göre derinliğe bağlı olarak sertliklerinde meydana gelen değişim gösterilmiştir. Derinliğe bağlı sertlik sonuçlarına göre difüzyon tabakasının kalınlığı

$K_N = 0.2 \text{ atm}^{-1/2}$  olduğunda yaklaşık  $120 \text{ } \mu\text{m}$  civarındayken, nitrürleme potansiyelindeki artışla birlikte  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  değerinde difüzyon tabakası kalınlığı  $150\text{-}160 \text{ } \mu\text{m}$ 'a kadar artmaktadır. Sertlik ölçümlerinden elde edilen sonuçlar ile metalografik işlemlerden elde edilen sonuçların birbirleriyle uyumlu oldukları görülmüştür.

Şekil 4.11'de ise  $525^\circ\text{C}$ 'de  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelinde 2, 4 ve 6 saat sürelerle nitrürlenmiş numunelerin  $250 \text{ mN}$  yük altında derinliğe bağlı olarak sertliklerinde meydana gelen değişim gösterilmiştir. 4 ve 6 saat nitrürlenmiş numunelerde difüzyon tabakası kalınlıklarının fazla olacağı düşünülerek bu numunelerin ölçümleri  $250 \text{ } \mu\text{m}$  derinliklere kadar yapılmıştır. 4 saat nitrürleme sonucunda  $170\text{-}180 \text{ } \mu\text{m}$ , 6 saat nitrürleme sonucunda  $190\text{-}200 \text{ } \mu\text{m}$  civarında bir tabaka kalınlığı elde edildiği görülmüştür.



**Şekil 4.11 :**  $525^\circ\text{C}$ 'de  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ 'de (a) 2, (b) 4, (c) 6 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin derinliğe bağlı sertlik değerleri.

Yüzeyden merkeze doğru gidildikçe numunenin sertliği, azalan azot içeriğine paralel olarak azalmaktadır. Difüzyon tabakası sona erip numunenin nitrülenmemiş kısmına denk gelen bölgelerde sertlik değerleri birbirine yakınsamaya başlamaktadır. Ölçülen sertliğin malzemenin çekirdek sertliğine eşit olduğu yer, difüzyon tabakasının sonlanıp nitrülenmemiş bölgenin başladığı yerdir. İndentasyon yöntemiyle difüzyon tabakası kalınlıkları buna göre belirlenmiştir.

#### 4.5 Kalıntı Gerilme Sonuçları

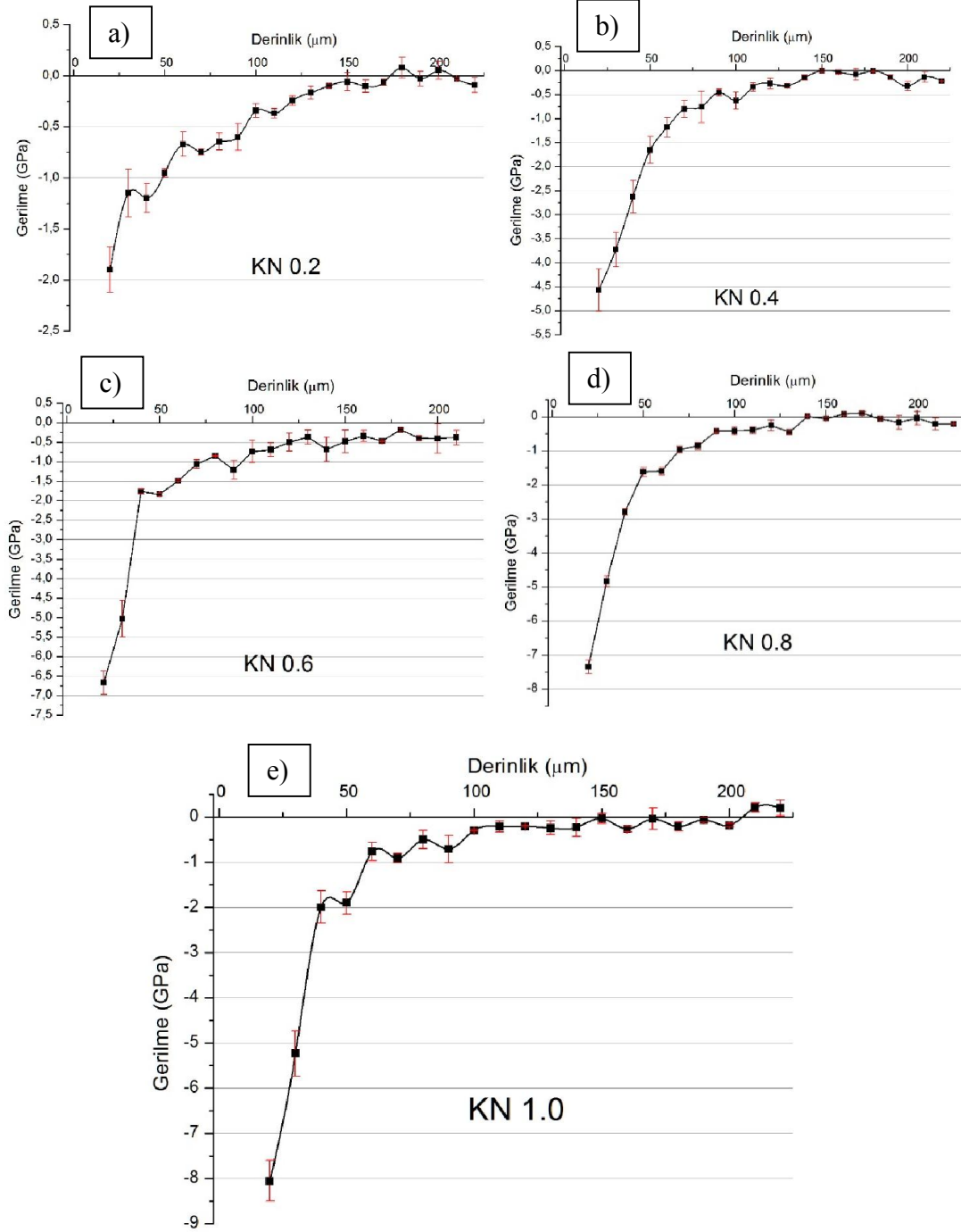
Kalıntı gerilme ölçümleri Q. Wang metodu kullanılarak yapılmıştır. Q. Wang metodunda kullanılan konik indentörün yarıçapı dairesel bir geometriye sahip olduğundan dolayı sabittir. Bu çalışmada kullanılan indentör ise Vickers uçludur. İndentör geometrisi değiştiğinde, eşitlik de değişmektedir. Eşitlikte Q. Wang yönteminde kullanılan  $\alpha$  değeri konik indentör için 65.3°'dir. Bu çalışmada kullanılan Vickers indentör için bu değer 68°'dir. Matematiksel hesaplar bu değişikliğe göre yapılmıştır.

Kesitten alınan kalıntı gerilme ölçümleri 10  $\mu\text{m}$ 'luk hassasiyetle her numune için 5'er kez ölçülmüştür. Bulunan kalıntı gerilme sonuçları istatistiksel olarak değerlendirilmiş, sonuçlar ve sonuçlardaki hata payları grafiklerin üzerine yerleştirilmiştir. İndentasyon yöntemiyle elde edilen kalıntı gerilme sonuçları, XRD yöntemi ile de ölçülerek doğrulanmak istenmiştir.  $K_N = 0.4$  ve  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ 'de 2 saat nitrülenmiş numunelerdeki kalıntı gerilmeler bu amaçla XRD yöntemi ile de ölçülmüştür. İndentasyon metodunda kullanılan formül, nitrülenmemiş numunenin referans alınıp gerilmesiz kabul edilmesinden ötürü bir doğrulama katsayısına ihtiyaç duymaktadır. Yapılan çalışmalarda indentasyon ve XRD analizi sonuçlarının, Q. Wang metoduna 0.1 değerindeki doğrulama katsayısı (K) çarpan olarak eklendiğinde uyuştugu gözlenmiştir. Modifiye edilmiş kalıntı gerilme formülü Denklem 4.1'de verilmiştir.

$$\sigma_{res} = \frac{(P_1 - P_2)K}{2\pi \tan^2 \alpha h_r^2} \quad (4.1)$$

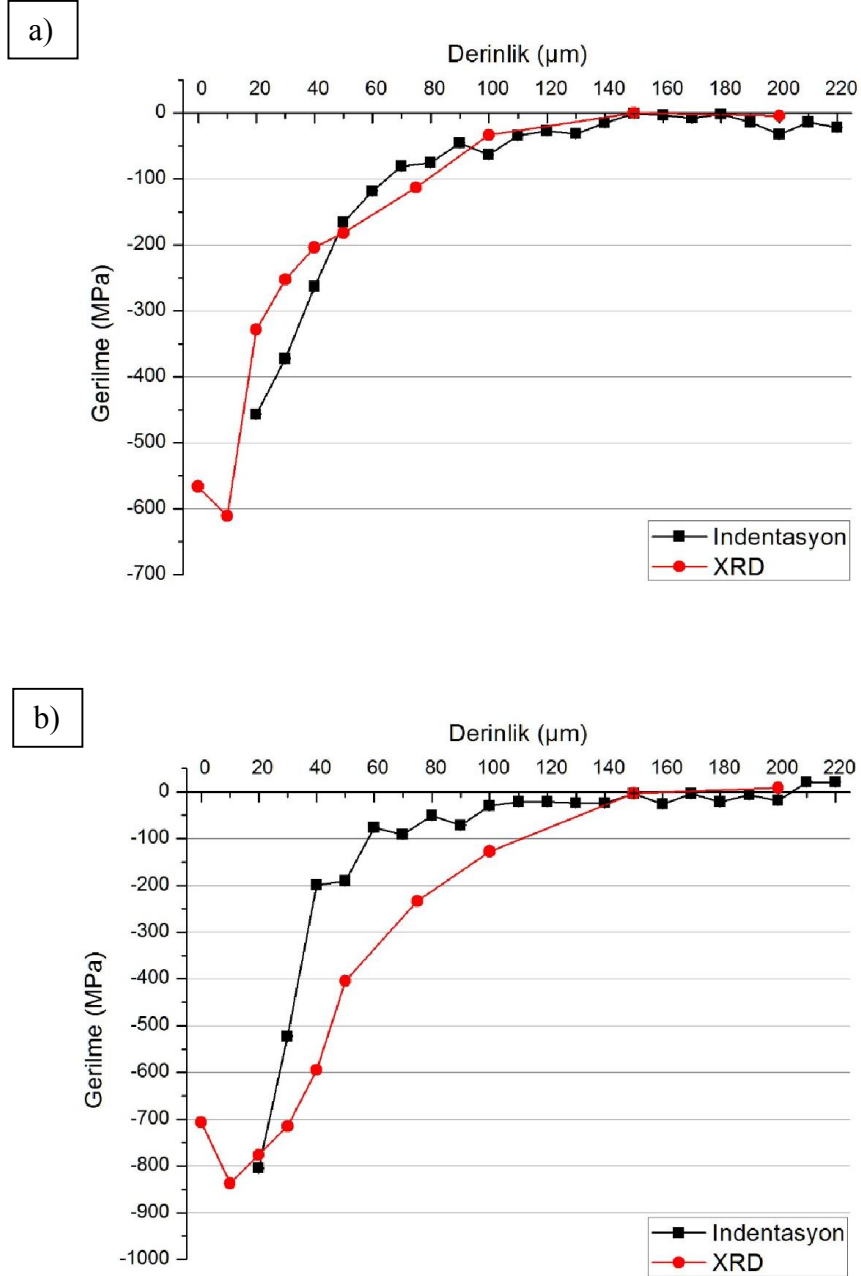
Şekil 4.12'de 525°C'de 2 saat süreyle nitrülenmiş numunelerin 250 mN yük altında  $K_N$  değerlerine göre derinliğe bağlı olarak kalıntı gerilmelerinde meydana gelen değişim doğrulama katsayısı kullanılmadan gösterilmiştir. Numunelerin hepsinde

basma kalıntı gerilmesinin olduğu ve yüzeyden numunenin merkezine doğru gerilme değerlerinin azaldığı gözlenmiştir. Artan nitrürleme potansiyeliyle birlikte yüzeydeki basma kalıntı gerilmesi artmıştır. Bu sonuçlar, beklenenden, literatürdeki değerlerden ve XRD sonuçlarından oldukça yüksek olduğundan, doğrulama katsayısı kullanılmamış haliyle yalnızca kalitatif analize imkân vermektedir.

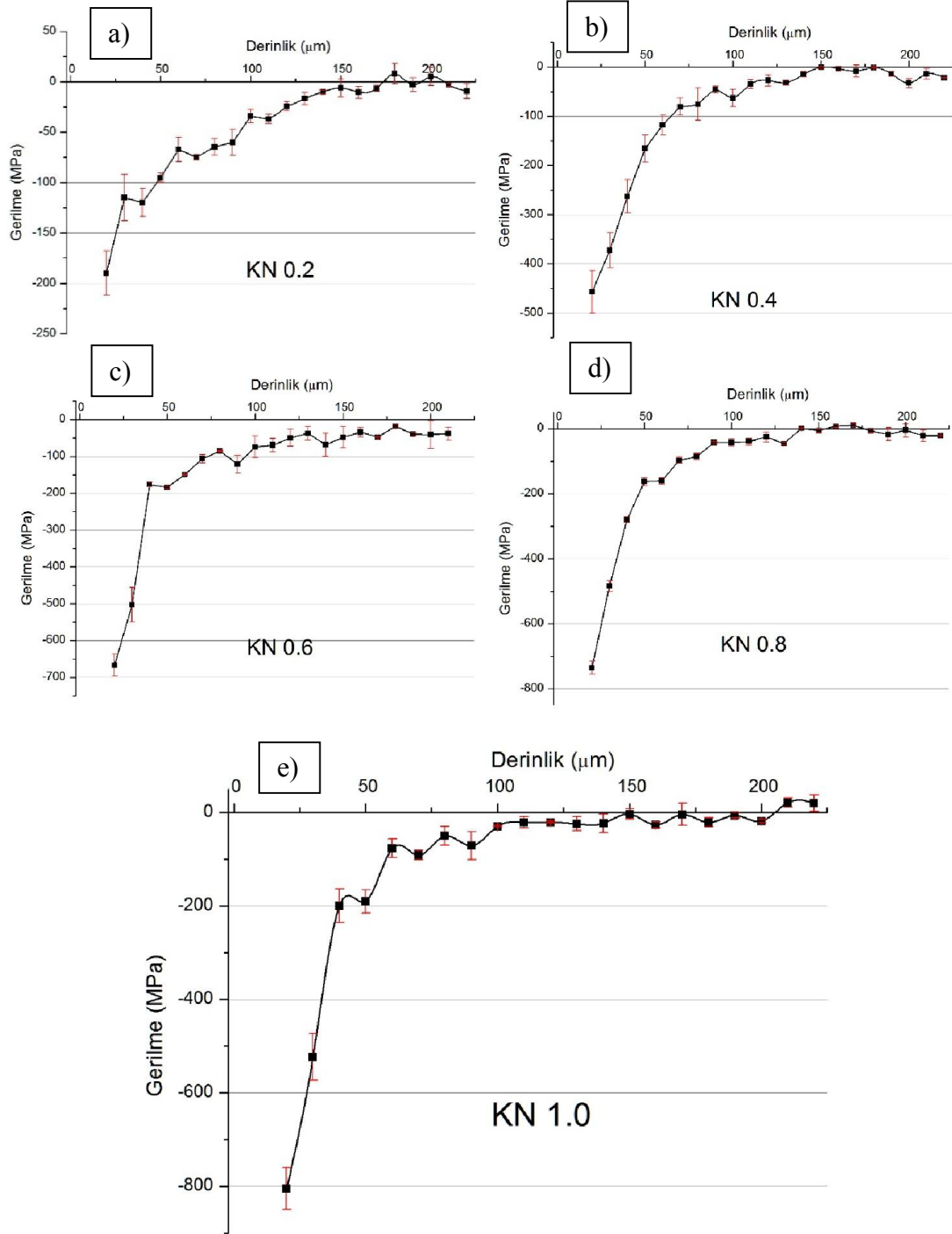


**Şekil 4.12 :** 525°C’de  $K_N =$  (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) 1.0  $\text{atm}^{-1/2}$ ’de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin doğrulama katsayısı kullanılmadan önceki derinliğe bağlı kalıntı gerilme değerleri.

Kalıntı gerilmeyi nicelik yönünden de inceleyebilmek için  $K_N = 0.4$  ve  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ 'de 2 saat nitrülenmiş numunelerdeki kalıntı gerilmelerin gerçek sayısal değerleri XRD yöntemi ile ölçülmüş, bu sonuçlar  $K = 0.1$  doğrulama katsayısı kullanılarak bulunmuş indentasyon sonuçlarıyla birlikte Şekil 4.13'te verilmiştir.  $525^\circ\text{C}$ 'de 2 saat süreyle nitrülenmiş numunelerin indentasyon yöntemiyle doğrulama katsayısı kullanılarak bulunan kalıntı gerilme değerleri ise Şekil 4.14'te gösterilmiştir.

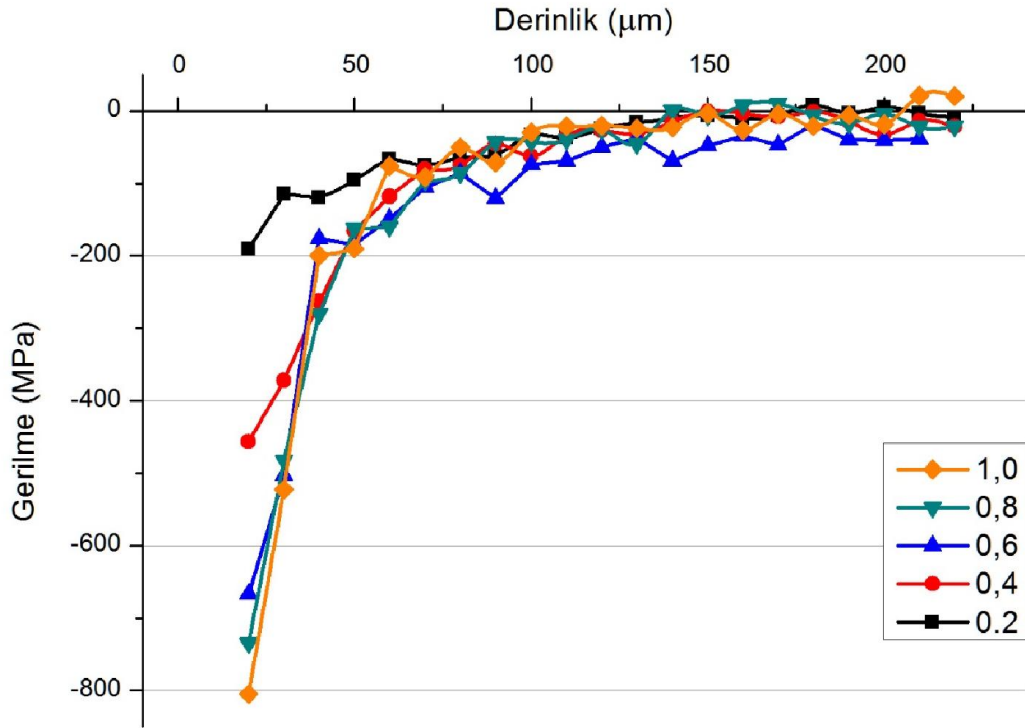


**Şekil 4.13 :**  $525^\circ\text{C}$ 'de  $K_N = (a) 0.4$ ,  $(b) 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$ 'de 2 saat süreyle nitrülenmiş numunelerin doğrulama katsayısı kullanılarak bulunmuş indentasyon sonuçlarının XRD ölçümleri ile karşılaştırılması.

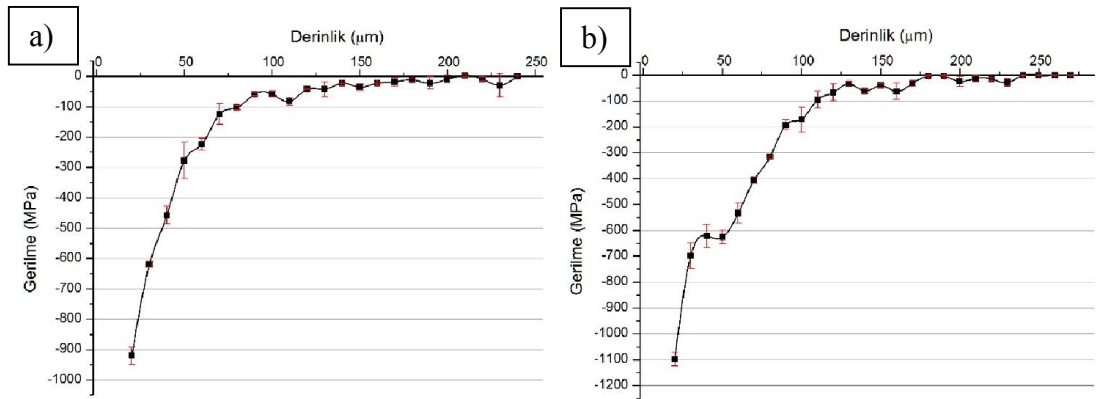


**Şekil 4.14 :** 525°C’de  $K_N =$  (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) 1.0  $\text{atm}^{-1/2}$ ’de 2 saat süreyle nitrülenmiş numunelerin doğrulanmış kalıntı gerilme değerleri.

$K_N = 0.2 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrüleme potansiyelinde yüzeydeki basma gerilmesi diğer numunelere göre oldukça düşüktür.  $K_N = 0.6 \text{ atm}^{-1/2}$ ’den itibaren kalıntı gerilme değerlerinin birbirine yakın olduğu gözükmemektedir. Şekil 4.15’te nitrüleme potansiyeline bağlı olarak değişen kalıntı gerilme değerlerinin daha net gözlemlenmesi için sonuçlar hata payları olmadan toplu halde gösterilmiştir.



**Şekil 4.15 :** 525°C'de 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin kalıntı gerilme değerleri.

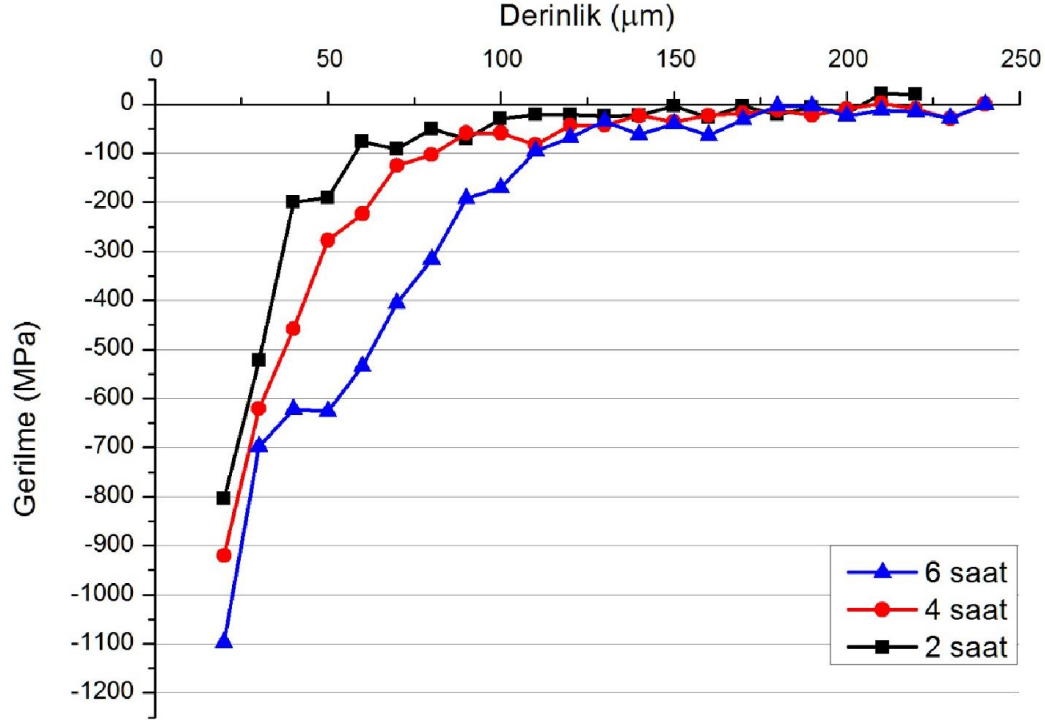


**Şekil 4.16 :** 525°C'de  $K_N= 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrüleme potansiyelinde (a) 4, (b) 6 saat süreyle nitrürlenmiş numunenin kalıntı gerilme profili.

Nitrüleme potansiyelinin kalıntı gerilme üzerindeki etkisi incelendikten sonra, 525°C'de  $K_N= 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrüleme potansiyelinde 4 ve 6 saat sürelerle nitrürlenmiş numunelerin 250 mN yük altında derinliğe bağlı olarak kalıntı gerilmeleri incelenmiş ve bu sonuçlar hata payları ile birlikte Şekil 4.16'da verilmiştir.

$K_N= 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  potansiyelinde 4 ve 6 saat sürelerle nitrürlenmiş numunelerin basma kalıntı gerilmeleri, aynı koşullarda 2 saat nitrürlenmiş numuneye göre daha yüksek

derinliklerde stabil hale gelmektedir. Bu durum o derinliklerdeki sertlik değerlerinin yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Şekil 4.17’de gerilmedeki süreye bağlı değişimin daha net gözlemlenmesi için analiz sonuçları toplu halde gösterilmiştir.



**Şekil 4.17 :** 525°C’de  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelinde farklı sürelerde nitrürlenmiş numunelerin 250 mN yük altında kalıntı gerilme profili.

## 5. SONUÇLAR

- 31CrMoV9 çelik numuneleri sertleştirme ve temperleme işlemlerinin ardından temperlenmiş martenzit yapısı göstermiş olup farklı nitrürleme potansiyelleri ve sürelerinde başarılı olarak gaz nitrürlenmiştir.
- XRD paternleri incelendiğinde 2 saat süreyle düşük nitrürleme potansiyelinde ( $K_N = 0.2$  ve  $0.4 \text{ atm}^{-1/2}$ ) nitrürlenmiş numunelerde herhangi bir nitrür fazı oluşumu gerçekleşmezken  $K_N = 0.6 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyeline sahip numuneden itibaren beyaz tabakadaki  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ve  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N fazlarının oluştuğu gözlemlenmiştir. Bu piklerin şiddetleri nitrürleme potansiyeli arttıkça artış göstermiştir.
- Numunelerin XRD paternleri yardımıyla, nitrürleme potansiyeli ve süresi arttıkça beyaz tabakanın oluştuğu belirlenmiştir.
- XRD analizi sonuçlarına göre nitrürleme potansiyeli arttıkça demir piklerinin sola kaydığı görülmüştür. Nitrürleme potansiyeliyle birlikte basma gerilmesi artmakta, pikler bu nedenle daha küçük açılara doğru kaymaktadır.
- GDOES analizi sonuçlarına göre azot konsantrasyonu numunenin merkezine doğru azalırken, karbonların yüzeye yakın bölgede ve beyaz tabakanın altında biriktiği gözlemlenmiştir.
- 2 saat nitrürlenmiş numunelerin GDOES analizinde  $K_N = 0.6 \text{ atm}^{-1/2}$  potansiyeline sahip numunede tek fazlı çok ince bir beyaz tabakanın oluştuğu görülmüştür.  $K_N = 0.8$  ve  $1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelindeki numunelerde ise beyaz tabakanın 0.5-1  $\mu\text{m}$  kalınlığında oluştuğu belirlenmiştir.
- $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelinde 2, 3, 4 ve 6 saat nitrürlenmiş numunelerin GDOES analizi incelendiğinde, artan süre ile birlikte beyaz tabaka kalınlığının arttığı ve 6 saat nitrürlenmiş numunede 2  $\mu\text{m}$  kalınlığında bir beyaz tabakanın oluştuğu görülmüştür.
- Adler çözeltisiyle yapılan dağlamanın ardından alınan optik mikroskop görüntülerinde 2 saat süreyle nitrürlenmiş numunelerin difüzyon bölgesi

kalınlıklarının 120-160 µm aralığında değiştiği belirlenmiştir. Nitrürleme potansiyeli arttıkça difüzyon tabakası kalınlığı artmaktadır.

- Nitrülenmemiş numunenin 404 HV olan sertlik değerinin  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  nitrürleme potansiyelinde 2 saat nitrürleme sonrası 803 HV'ye kadar artış gösterdiği belirlenmiştir.  $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  potansiyelinde 6 saat nitrürleme sonucu bu değer 895 HV'ye çıkmıştır. Numunelerin yüzey sertlikleri, nitrürleme potansiyeli ve nitrürleme süresi arttıkça artmaktadır.
- Kesitten sertlik ölçümlerinde yüzeyden numunenin merkezine gidildikçe azalan azot bileşimine paralel olarak sertliğin de azaldığı görülmüştür.
- 2 saat nitrürlenmiş numunelerin derinliğe bağlı sertlik ölçümleriyle, optik mikroskop ile bulunan difüzyon tabakası kalınlıklarının nitrülenme potansiyeline bağlı olarak 120-160 µm aralığında değiştiği doğrulanmıştır.
- $K_N = 1.0 \text{ atm}^{-1/2}$  potansiyelinde değişik sürelerde nitrürlenmiş numunelerin kesitten sertlik ölçümlerinde, difüzyon tabakası kalınlığının nitrürleme süresi ile birlikte arttığı ve 6 saat nitrülenmiş numunede tabaka kalınlığının 200 µm mertebelerine ulaştığı belirlenmiştir.
- Kalıntı gerilme ölçümleri yapıldığında numunelerin hepsinde basma kalıntı gerilmesinin oluştuğu ve basma kalıntı gerilmesinin yüzeyden numunenin merkezine doğru gidildikçe azaldığı gözlemlenmiştir.
- Artan nitrürleme potansiyeli ve süreyle birlikte yüzeydeki basma kalıntı gerilmesinin de arttığı belirlenmiştir. İç bölgelere gidildikçe farklı nitrürleme potansiyelleri ve farklı sürelerde nitrülenmiş numuneler için kalıntı gerilme değerleri birbirlerine yaklaşmaktadır.

Çalışma sonucunda, nitrürleme potansiyeli ve nitrürleme sürelerinin, malzemenin kalıntı gerilmesini, sertliğini, nitrürleme sonucu oluşan beyaz tabaka ve difüzyon bölgesi kalınlıklarını doğrudan etkilediği, dolayısıyla malzemenin aşınma, korozyon ve yorulma davranışının belirlenmesinde ana etkenler oldukları görülmüştür. Numunelerin hepsinde basma gerilmesi olduğundan ve nitrülenmiş numuneler çevrimsel yük altında çalıştıklarından, kullanım alanına göre bu çalışmadaki her bir deney parametresi için nitrürleme işlemi yapmak uygundur.  $K = 0.1$  doğrulama katsayısı kullanılarak 31CrMoV9 çeliğinin kalıntı gerilme değerleri indentasyon yöntemi ile güvenilir bir şekilde ölçülebilmektedir.

## KAYNAKLAR

- [1] **Friehling, P. B., & Somers, M. A. J.,** 2000. Growth Kinetics of the Compound Layer on Gaseous Nitriding of Iron: The Effect of the Surface Reaction, Mass and Charge Transport in Inorganic Devices: Fundamentals to Devices (Part B), *Techna Srl*.
- [2] **Pye, D.,** 2003. Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburising, ASM International, Materials Park, Ohio.
- [3] **Machlet, A.,** 1913. U.S. Patent 1,092,925.
- [4] **Du, H., Somers, M. A. J., Agren, J.,** 2000. Metallurgical and Materials Transactions, *Physical Metallurgy and Materials Science*, 31, 195-211.
- [5] **Bell, T.,** 1997. Gaseous and Plasma Nitrocarburizing, ASM International, Materials Park, Ohio.
- [6] **Clauss, A. R., Bischoff, E., Schacherl, R.E. & Mittemeijer, E. J.,** 2009. *Metallurgical And Materials Transactions A*, 40a, 1923.
- [7] **Edenhofer, B.,** 1974. Physical and Metallurgical Aspect of Ionitriding, *Heat Treatment of Metals*, 2, 59-67.
- [8] **Hernandez, M. H. S. M., Staia, M. H. & Puchi-Cabrera, E. S.,** 2008. Evaluation of microstructure and mechanical properties of nitrided steels, *Surface and Coating Technologies*, 202, 1935-1943.
- [9] **Davis, J. R.,** 2002. Surface Hardening of Steels - Understanding the Basics, Davis & Associates.
- [10] **Yang, M.,** 2012. Nitriding- Fundamentals, modeling and process optimization, *Doktora Tezi*, Worcester Polytechnic University, ABD.
- [11] **Gür, H. C. & Pan, J.,** 2009. Handbook of Thermal Process Modeling Of Steels, CRC Pres, Taylor & Francis.
- [12] **Greßmann, T.,** 2007. Fe-C and Fe-N compound layers: Growth kinetics and microstructure, *Doktora Tezi*, Stuttgart University-Max-Plank Institute, Stuttgart.
- [13] **Weststrate, C. J.,** 1979. Hydrocarbon And Ammonia Chemistry On Noble Metal Surfaces, *Doktora Tezi*, Netherlands Institute of Catalysis, Hollanda.
- [14] **Clauß, A. R.,** 2008. Nitriding of Fe–Cr–Al alloys nitride precipitation and phase transformations, *Doktora Tezi*, Stuttgart University-Max-Plank Institute, Stuttgart.
- [15] **Lehrer, E.,** 1930. Magnetic Investigation of the System Iron-Nitrogen, *Z. Electrochem*, 36, 383- 392.
- [16] **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, *Int J Adv Manuf Technol*, 47, 687–698.
- [17] **Anderoğlu, O,** 2004. Residual Stress Measurement Using X-Ray Diffraction, *Yüksek Lisans Tezi*, Boğaziçi Üniversitesi, İstanbul.

- [18] **Diaz, V. N.**, 2007. Nitriding of iron-based alloys; residual stresses and internal strain fields. *Doktora Tezi*, Universität Stuttgart, Stuttgart.
- [19] **Sobolovski, E. G.**, 2007. Residual Stress Analysis of components with real geometries using the incremental hole-drilling technique and a differential evaluation method, Kassel University, Almanya.
- [20] **Kolozsvary, Z.**, 2002. Residual Stresses in nitriding, Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel, ASM International, Materials Park, Ohio, 209-219.
- [21] **Díaz, N. V., Schacherl, R. E., Zagonel, L. F. & Mittemeijer E. J.**, 2008. Influence of the microstructure on the residual stresses of nitrided iron–chromium alloys, *Acta Materialia*, 56, 1196–1208.
- [22] **Selg, H., Bischoff, E., Schacherl, R., Schwarzer, J., & Mittemeijer, E. J.**, 2011. Microstructural and surface residual stress development during low-temperature gaseous nitriding of Fe-3.07 at %Mo alloy, *HTM Journal of Heat Treatment and Materials*, 2(66), 94-99.
- [23] **Osman, Y., Murat, D. & Selçuk, H.**, 2008. Tabaka Kaldırma Yöntemi ile Kalıntı Gerilmelerin Ölçülmesi ve Diğer Yöntemlerle Karşılaştırılması. *Mühendis ve Makina*, 49(579), 20-27.
- [24] **Mittemeijer, E. J. & Slycke, J. T.**, 1996. Prozeßsteuerung des Nitrierens und Nitrocarburierens, *AWT-VWT-Tagung Nitrieren und Nitrocarburieren*, Weimar, Duitsland, 45-54.
- [25] **Sarioğlu, C., Demirler, U., Kazmanlı, M. K., & Ürgen, M.**, 2005. Measurement of residual stresses by X-ray diffraction techniques in MoN and Mo<sub>2</sub>N coatings deposited by arc PVD on high-speed steel substrate, *Surface and Coatings Technology*, 2-3(190), 238–243.
- [26] **Speakman, S. A.**, 2008. Estimating Crystallite Size Using XRD, MIT Center for Materials Science and Engineering.
- [27] **Withers, P. J., & Bhadeshia, H. D.**, 2001. Residual Stress, Part 1- Measurement Techniques. *Materials Science and Technology*, 17, 355-365.
- [28] **Ekmekçi, B.**, 2004. Theoretical and Experimental Investigation of Residual Stresses in Electric Discharge Machining, *Doktora Tezi*, Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Ankara.
- [29] **Schajer, G.**, 2001. Residual Stresses: Measurement by Destructive Testing, *Encyclopedia of Materials Science and Technology*, 8152-8158.
- [30] **Dronavalli, S. B.**, 2004. Residual Stress Measurements and Analysis by Destructive and Non Destructive Techniques, University of Nevada, Las Vegas.
- [31] **Zhang, Y., P. S.**, 2005. Residual Stress Mapping in Welds Using the Contour Method. *Materials Science Forum*, 490-491, 294-299.
- [32] **Koç, A.**, 2012. Indentation Method To Calculate Residual Stress in Nitrided Steel, *Yüksek Lisans Tezi*, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.

- [33] Wang, Q., Ozaki, K., Ishikawa, H., Nakano, S. & Ogiso, H., 2006. Indentation method to measure the residual stress induced by ion implantation, *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B*, 242, 88–92.
- [34] Hosmani, S. S., Schacherl, R. E., & Mittemeijer, E. J., 2005. Nitriding behavior of Fe-4wt%V and Fe-2wt%V alloys, *Acta Materialia*, 53, 2069-2079.
- [35] Calliari, I., Dabala, M., Ramous, E., Zanesco, M. & Gianotti, E., 2006. Microstructure of a nitrided steel previously decarburized, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 15(6), 693-698.
- [36] Rocha, A. S., Strohaecker, T., Tomala, V. & Hirsch, T., 1999. Microstructure and residual stress of a plasma-nitrided M2 tool steel, *Surface & Coating Technology*, 115, 24-31.
- [37] Podgornik, B., Leskovsek, V., Kovacic, M. & Vizintin, J., 2011. Analysis and prediction of residual stresses in nitrided tool steels, *Materials Science*, 681, 352-357.
- [38] Buchhagen, P. & Bell, T., 1996. Simulation of the residual stress development in the diffusion layer of low alloy plasma nitride steels, *Computational Materials Science*, 7, 228-234.
- [39] Gawronski, Z., 2000. Residual stresses in the surface layer of M2 steel after conventional and low pressure ('NITROVAC79') nitriding process, *Surface & Coating Technology*, 124, 19-24.
- [40] Czerwicz, T., He, H., Marcos, G., Thiriet, T., Weber, S. & Michel, H., 2009. Fundamental and Innovations in Plasma Assisted Diffusion of Nitrogen and Carbon in Austenitic Stainless Steels and Related Alloys, *Plasma Processes and Polymers*, 6, 401-409.
- [41] Winter, K.M., 2009. Gaseous Nitriding: In Theory and In Real Life, United Process Controls, Alanya.



## **ÖZGEÇMİŞ**

**Ad Soyad:** Rıdvan GECÜ

**Doğum Yeri ve Tarihi:** Fatih / 12.06.1989

**E-Posta:** ridvangecu@gmail.com

**Lisans:** İstanbul Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

