

T.C. ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

# İYON İMPLANTASYONU VE PLAZMA NİTRÜRLEME YÖNTEMİ İLE YÜZEYİ SERTLEŞTİRİLMİŞ SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN İÇYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Ersin Eser KORKMAZ

DOKTORA TEZİ MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

BURSA-2009



# T.C. ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

# İYON İMPLANTASYONU VE PLAZMA NİTRÜRLEME YÖNTEMİ İLE YÜZEYİ SERTLEŞTİRİLMİŞ SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN İÇYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Ersin Eser KORKMAZ

Prof. Dr. Ali BAYRAM (Danışman)

DOKTORA TEZİ MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

BURSA - 2009

# T.C. ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

# İYON İMPLANTASYONU VE PLAZMA NİTRÜRLEME YÖNTEMİ İLE YÜZEYİ SERTLEŞTİRİLMİŞ SOĞUK İŞ TAKIM ÇELİKLERİNİN İÇ YAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Ersin Eser KORKMAZ

### DOKTORA TEZİ MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Bu Tez .... /200... tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği / oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Ali BAYRAM Prof. Dr. Agah UĞUZ Prof. Dr. Aslı HOCKENBERGER Danışman Jüri Üyesi Jüri Üyesi

> Prof. Dr. Cemalettin YAMAN Jüri Üyesi

Prof. Dr. İrfan AY Jüri Üyesi

#### ÖZET

Bu çalışmada, 1.2379 (AISI D2) ve 1.2436 (AISI D6) soğuk iş takım çeliklerinin plazma nitrürleme ve iyon implantasyonu işlemleri neticesinde yüzey bölgeleri incelenmiş, iç yapı ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. Sırasıyla 30 mm ve 25 mm çapında, 4 mm kalınlığında hazırlanan numuneler ıslah işlemine tabii tutulmuş ve sertleştirilmiştir. Daha sonra yüzeyleri parlatılarak ( $R_a < 0.04 \mu m$ ) plazma nitrürleme ve iyon implantasyonu işlemleri yapılmıştır. Plazma nitrürleme işlem parametreleri 500°C sabit sıcaklıkta, 1,5, 4,5, 8 mbar basınç ve 4, 7, 10 saat süre olacak şeklinde belirlenmiştir. İslah ve plazma nitrürleme işlemi gerçekleştirilen numunelerden bir grup (4.5 mbar ve 7 saat şartlarındaki) numuneye Mo iyonları implante edilmiştir. İyon dozları  $8 \times 10^{15}$  iyon/cm<sup>2</sup> ve  $5 \times 10^{16}$  iyon/cm<sup>2</sup> olarak uygulanmıştır. Numunelerin yüzey sertlikleri ve sertlik dağılımları tespit edilmiş, ball-on-disk aşınma test cihazında aşınma performansları ve sürtünme katsayısı değişimleri belirlenmiştir. Aşınma testi sonrasında yüzeyler optik mikroskop ve SEM yöntemi ile incelenmiştir. Ayrıca XRD verileri de değerlendirilmiştir. Molibden implantasyonunun her iki grup malzemenin de sürtünme özelliklerini iyileştirdiği, ayrıca implantasyon sonrası yapılan plazma nitrürleme neticesinde sürtünme katsayısı değişimlerinin diğer işlemlere göre daha az olduğu tespit edilmiştir.

**ANAHTAR KELİMELER:** Soğuk İş Takım Çeliği, Plazma Nitrürleme, İyon İmplantasyonu, Aşınma Testi, Sürtünme Katsayısı.

#### ABSTRACT

In this research, microstructure and mechanical properties of plasma nitrided and ion implanted 1.2379 (AISI D2) and 1.2436 (AISI D6) cold work tool steels prepared as 30mm and 25mm diameter, 4mm thickness samples, respectively have been studied. All samples were heat treated and tempered according to the tempering diagrams. Surfaces of the hardened samples were polished to up to  $R_a$ < 0,04 µm. Polished samples were plasma nitrided under constant temperature (500°C) with different pressure (1,5 - 4,5 - 8 mbar) and time (4 – 7 - 10 hours) values. Group of 4,5 mbar and 7 hours plasma nitrided samples were ion implanted with Molybdenum ions (8x10<sup>15</sup> and 5x10<sup>16</sup> ions/cm<sup>2</sup> doses). Surface hardness and hardness profiles of the samples were measured, wear performance and friction coefficient was determined with ball-on-disk device. Surfaces have been observed by optical microscopy and SEM techniques. XRD patterns were also evaluated.

**KEY WORDS:** Cold Work Tool Steels, Plasma Nitriding, Ion Implantation, Wear Test, Friction Coefficient.

# İÇİNDEKİLER

TEZ ONAY SAYFASI	III
ÖZET	IV
ABSTRACT	V
İÇİNDEKİLER	VI
KISALTMALAR DİZİNİ	VIII
ÇİZELGELER DİZİNİ	IX
ŞEKİLLER DİZİNİ	Х
SİMGELER DİZİNİ	XIII
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL BİLGİ	3
2.1. Islah Etme	3
2.2. Nitrürleme	5
2.3. Plazma Nitrürleme	8
2.3.1. Işıltılı Boşalama Karakteristiği	9
2.3.2. Plazma Nitrürleme Mekanizması	10
2.4. İyon İmplantasyonu	12
2.5. Aşınma Tespiti ve Yöntemler	15
2.5.1. Hertz Noktasal Temas Basıncı	19
2.5.2. Aşınma Test Cihazı Tasarımı	21
2.6. Kaynak Araştırması	23
3. MATERYAL VE YÖNTEM	33
3.1. MATERYAL	33
3.2. YÖNTEM	34
3.2.1. Isıl Işlemler	34
3.2.2. Plazma Nitrürleme	36
3.2.3. İyon İmplantasyonu	38
3.2.4. Sertlik Ölçümleri	40
3.2.5. Aşınma Testleri	41
3.2.6. Optik Mikroskop ve SEM Çalışmaları	43

3.2.7. XRD Çalışmaları	44
4. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA	45
4.1. SERTLİK DEĞERLERİNİN YORUMLANMASI	45
4.2. MİKROYAPI SONUÇLARININ YORUMLANMASI	58
4.3. AŞINMA TESTLERİNİN YORUMLANMASI	83
5. SONUÇLAR	117
KAYNAKLAR	120
EKLER	125
ÖZGEÇMİŞ	127

### KISALTMALAR DİZİNİ

- HMK Hacim Merkezli Kübik
- HMT Hacim Merkezli Tetragonal
- YMK Yüzey Merkezli Kübik
- DC Doğru Akım
- RF Radyo Frekans
- PVD Fiziksel Buhar Biriktirme
- CVD Kimyasal Buhar Biriktirme
- DLC Elmas Benzeri Karbon
- SEM Taramalı Elektron Mikroskobu
- TEM Geçirmeli Elektron Mikroskobu
- APFIM Atom Sondası Alan İyon Mikroskobu
- GDOS Optik Parlama Deşarj Spektroskopisi
- XRD X-ışınları Kırınımı
- XPS X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi
- PSII Plasma Source Ion Implantation
- PIII Plasma Immersion Ion Implantation

# ÇİZELGELER DİZİNİ

# Sayfa No

Çizelge 3.1	Numunelerin Kimyasal Bileşimleri	33
Çizelge 3.2	Tungsten Karbür Bilye Özellikleri	33
Çizelge 3.3	Numune Kodları	34
Çizelge 3.4	Mo, C ve N Özellikleri	39
Çizelge 3.5	Mo İyon Dağılımı	39
Çizelge 3.6	Aşınma Test Numuneleri Verileri ve Yükler	41
Çizelge 3.7	Aşınma Test Numuneleri Temas Basınçları	42
Çizelge 4.1	Başlangıç Numunesi ve Islah Edilmiş Numunelerin Sertlikleri	45
Çizelge 4.2	Plazma Nitrürlenmiş Numunelerin Yüzey Sertlikleri	46
Çizelge 4.3	A3 Numunesi Sertlik Dağılımı	48
Çizelge 4.4	A4 Numunesi Sertlik Dağılımı	48
Çizelge 4.5	A5 Numunesi Sertlik Dağılımı	48
Çizelge 4.6	A6 Numunesi Sertlik Dağılımı	49
Çizelge 4.7	A7 Numunesi Sertlik Dağılımı	49
Çizelge 4.8	A8 Numunesi Sertlik Dağılımı	49
Çizelge 4.9	A9 Numunesi Sertlik Dağılımı	50
Çizelge 4.10	A10 Numunesi Sertlik Dağılımı	50
Çizelge 4.11	A11 Numunesi Sertlik Dağılımı	50
Çizelge 4.12	B3 Numunesi Sertlik Dağılımı	51
Çizelge 4.13	B4 Numunesi Sertlik Dağılımı	51
Çizelge 4.14	B5 Numunesi Sertlik Dağılımı	51
Çizelge 4.15	B6 Numunesi Sertlik Dağılımı	52
Çizelge 4.16	B7 Numunesi Sertlik Dağılımı	52
Çizelge 4.17	B8 Numunesi Sertlik Dağılımı	52
Çizelge 4.18	B9 Numunesi Sertlik Dağılımı	53
Çizelge 4.19	B10 Numunesi Sertlik Dağılımı	53
Çizelge 4.20	B11 Numunesi Sertlik Dağılımı	53
Çizelge 4.21	Plazma Nitrürlenmiş Numunelerin Nitrürleme Derinlikleri	55
Çizelge 4.22	A Grubu Numunelerin Kütle Kaybı Miktarları	114
Çizelge 4.23	B Grubu Numunelerin Kütle Kaybı Miktarları	114

# ŞEKİLLER DİZİNİ

# Sayfa No

Şekil 2.1	Fe-N Faz Diyagramı	5
Şekil 2.2	Nitrürleme İşlemi Boyunca Arayer Yayınımı	6
Şekil 2.3	Nitrürlenmiş Çelikte Gaz Oranının Etkisi	8
Şekil 2.4	Paschen Eğrisi	9
Şekil 2.5	Plazma Nitrürleme İşlemi	10
Şekil 2.6	İyon İmplantasyonu İyon-Yüzey Etkileşimi Şematik Gösterimi	12
Şekil 2.7	MEVVA İyon Kaynağı Prensip Şeması	13
Şekil 2.8	Sürtünme Test Numunesi Modellemesi	18
Şekil 2.9	Sistem Aşınmasının Sürtünme Kuvveti Üzerine Etkisi	18
Şekil 2.10	İki Kürenin Birbirine F kuvveti ile Teması	20
Şekil 2.11	Ball-on-Disk Aşınma Test Cihazı Prensip Şeması	21
Şekil 2.12	Ball-on-Disk Aşınma Test Cihazı Fotoğrafı	22
Şekil 2.13	Aşınma Test Cihazı Yazılımı Ekran Görüntüsü	22
Şekil 3.1	Demir-Karbon Denge Diyagramı	35
Şekil 3.2	Numune A ve B için Su Verme ve Temperleme İşlemleri	36
Şekil 3.3	Sertlik Dağılımı Örnek Fotoğrafı (A11 ve B11 için)	43
Şekil 3.4	Aşınma Testi Sonrası Örnek Görüntü	44
Şekil 4.1	Plazma Nitrürleme Şartlarına Bağlı Olarak A ve B Grubu	
	Numunelerin Yüzey Sertlikleri	47
Şekil 4.2	A ve B grubu numunelerde 1,5mbar basınçtaki plazma nitrürleme	54
	neticesinde sertlik dağılımları.	
Şekil 4.3	A ve B grubu numunelerde 4,5mbar basınçtaki plazma nitrürleme	54
	neticesinde sertlik dağılımları.	
Şekil 4.4	A ve B grubu numunelerde 8mbar basınçtaki plazma nitrürleme	55
Sekil 4 5	Plazma Nitrijrleme Sartlarına Bağlı Olarak A ve B Grubu	
Şekir 1.5	Numunelerin Nitrürleme Derinlikleri	57
Sekil 4.6	A1 (Baslangic) Numunesi Mikrovanisi	58
Sekil 4.7	A2 (Islah Edilmis) Numunesi Mikrovanısı	59
Sekil 4.8	B1 (Baslangic) Numunesi Mikrovapisi	59
Sekil 4.9	B2 (Islah Edilmis) Numunesi Mikrovapısı	60
Sekil 4.10	A11 Numunesi Mikrovapısı	61
Sekil 4.11	A3 Numunesi Mikrovapısı	62
Sekil 4.12	A4 Numunesi Mikrovapısı	63
Sekil 4.13	A5 Numunesi Mikrovapısı	63
Şekil 4.14	B3 Numunesi Mikroyapısı	64
, Sekil 4.15	B4 Numunesi Mikrovapısı	64
Şekil 4.16	B5 Numunesi Mikroyapısı	65
, Sekil 4.17	A6 Numunesi Mikroyapısı	66
, Sekil 4.18	A7 Numunesi Mikroyapısı	66
, Şekil 4.19	A8 Numunesi Mikroyapısı	67
,	✓ 1	

Şekil 4.20	B6 Numunesi Mikroyapısı	67
Şekil 4.21	B7 Numunesi Mikroyapısı	68
Şekil 4.22	B8 Numunesi Mikroyapısı x 400 Büyütme	68
Şekil 4.23	A9 Numunesi Mikroyapısı x 400 Büyütme	69
Şekil 4.24	A10 Numunesi Mikroyapısı x 400 Büyütme	70
Şekil 4.25	A11 Numunesi Mikroyapısı	70
Şekil 4.26	A11 Numunesi Mikroyapısı x 400 Büyütme	71
Şekil 4.27	B9 Numunesi Mikroyapısı x 400 Büyütme	71
Şekil 4.28	B10 Numunesi Mikroyapısı x 400 Büyütme	72
Şekil 4.29	B11 Numunesi Mikroyapısı	72
Şekil 4.30	B11 Numunesi Mikroyapısı x 400 Büyütme	73
Şekil 4.31	A-A7 Numuneleri XRD Paterni	74
Şekil 4.32	B-B7 Numuneleri XRD Paterni	74
Şekil 4.33	A-AA-AC Numuneleri XRD Paterni	75
Şekil 4.34	A7-AB-AD Numuneleri XRD Paterni	76
Şekil 4.35	A7-AP-AQ Numuneleri XRD Paterni	77
Şekil 4.36	B-BA-BC Numuneleri XRD Paterni	78
Şekil 4.37	B7-BB-BD Numuneleri XRD Paterni	79
Şekil 4.38	B7-BP-BQ Numuneleri XRD Paterni	80
Şekil 4.39	A1 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	83
Şekil 4.40	A2 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	84
Şekil 4.41	A3 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	84
Şekil 4.42	A4 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	85
Şekil 4.43	A5 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	85
Şekil 4.44	A6 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	86
Şekil 4.45	A7 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	86
Şekil 4.46	A8 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	87
Şekil 4.47	A9 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	87
Şekil 4.48	A10 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	88
Şekil 4.49	A11 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	88
Şekil 4.50	B1 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	89
Şekil 4.51	B2 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	90
Şekil 4.52	B3 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	90
Şekil 4.53	B4 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	91
Şekil 4.54	B5 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	91
Şekil 4.55	B6 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	92
Şekil 4.56	B7 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	92
Şekil 4.57	B8 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	93
Şekil 4.58	B9 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	93
Şekil 4.59	B10 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	94
Şekil 4.60	B11 Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	94
Şekil 4.61	AA Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	95
Şekil 4.62	AC Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	96
Şekil 4.63	BA Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	96
Şekil 4.64	BC Numunesı Sürtünme Katsayısı Değişimleri	97
Şekil 4.65	AB Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	98
Şekil 4.66	AD Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	98
Şekil 4.67	BB Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	99

BD Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	100
AP Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	101
AQ Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	101
BP Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	102
BQ Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri	103
A1 ve B1 Numuneleri Aşınma İzi	103
A2 ve B2 Numuneleri Aşınma İzi	104
A3 ve B3 Numuneleri Aşınma İzi	104
A7 ve B7 Numuneleri Aşınma İzi	104
A11 ve B11 Numuneleri Aşınma İzi	105
AA ve BA Numuneleri Aşınma İzi	105
AC ve BC Numuneleri Aşınma İzi	105
AB ve BB Numuneleri Aşınma İzi	106
AD ve BD Numuneleri Aşınma İzi	106
AP ve BP Numuneleri Aşınma İzi	106
AQ ve BQ Numuneleri Aşınma İzi	107
A3 Numunesi SEM Görüntüsü	108
A7 Numunesi SEM Görüntüsü	108
A11 Numunesi SEM Görüntüsü	109
AC Numunesi SEM Görüntüsü	109
AD Numunesi SEM Görüntüsü	110
AQ Numunesi SEM Görüntüsü	110
B3 Numunesi SEM Görüntüsü	111
B7 Numunesi SEM Görüntüsü	111
B11 Numunesi SEM Görüntüsü	112
BC Numunesi SEM Görüntüsü	112
BD Numunesi SEM Görüntüsü	113
BQ Numunesi SEM Görüntüsü	113
	BD Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri AP Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri BP Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri BQ Numunesi Sürtünme Katsayısı Değişimleri A1 ve B1 Numuneleri Aşınma İzi A2 ve B2 Numuneleri Aşınma İzi A3 ve B3 Numuneleri Aşınma İzi A7 ve B7 Numuneleri Aşınma İzi A11 ve B11 Numuneleri Aşınma İzi AA ve BA Numuneleri Aşınma İzi AC ve BC Numuneleri Aşınma İzi AD ve BD Numuneleri Aşınma İzi AD ve BD Numuneleri Aşınma İzi AD ve BD Numuneleri Aşınma İzi AD ve BD Numuneleri Aşınma İzi AQ ve BQ Numuneleri Aşınma İzi AQ ve BQ Numuneleri Aşınma İzi AQ ve BQ Numuneleri Aşınma İzi AQ ve BQ Numuneleri Aşınma İzi AQ ve BQ Numuneleri Aşınma İzi AJ Numunesi SEM Görüntüsü A7 Numunesi SEM Görüntüsü A11 Numunesi SEM Görüntüsü AD Numunesi SEM Görüntüsü B3 Numunesi SEM Görüntüsü B3 Numunesi SEM Görüntüsü B11 Numunesi SEM Görüntüsü BC Numunesi SEM Görüntüsü BC Numunesi SEM Görüntüsü BD Numunesi SEM Görüntüsü BD Numunesi SEM Görüntüsü BD Numunesi SEM Görüntüsü BD Numunesi SEM Görüntüsü BD Numunesi SEM Görüntüsü BD Numunesi SEM Görüntüsü BD Numunesi SEM Görüntüsü BD Numunesi SEM Görüntüsü BD Numunesi SEM Görüntüsü

### SİMGELER DİZİNİ

- M<sub>s</sub> Martenzit Dönüşümü Başlangıç Sıcaklığı
- M<sub>f</sub> Martenzit Dönüşümü Bitiş Sıcaklığı
- A<sub>1</sub> Ostenit Perlit Dönüşüm Sıcaklığı
- $A_{c1}$  Alt Dönüşüm Sıcaklığı
- μ Sürtünme Katsayısı
- F<sub>s</sub> Sürtünme Kuvveti
- N Normal Kuvvet
- Pmax En Yüksek Hertz Noktasal Temas Basıncı
- $\upsilon$  Poisson Oranı
- E Elastiklik Modülü
- $\sigma$  Standart Sapma
- X Aritmetik Ortalama
- n Toplam Örnek Sayısı
- N<sub>d</sub> Nitrürleme Derinliği
- HV<sub>Nd</sub> Nitrürleme Derinliğindeki Sertlik

### 1. GİRİŞ

Otomotiv ve makine imalat sanayilerinde teknolojik gelişmelere paralel olarak daha yüksek performanslı, daha uzun süre dayanımlı ürünlere gereksinim duyulmaktadır. Dolayısıyla bir malzemeyi kesme veya şekil verme amacı ile kullanılan kalıplar ve takımlar zorlu şartlarda yüksek performans beklenen malzemelerdir. Bu uygulamalarda tercih edilen takım çelikleri imalat sanayisinin temel gereçleridir ve üretim boyunca ani uygulanan yüksek yüklere maruz kalırlar. Sürekli gelişim içerisinde olan takım çeliklerinde malzeme seçimi verimli imalat için en önemli şartlardan birisidir. Çelik seçimi ile beraber çeliğe uygulanacak işlemler de son derece önemlidir. Hatalı veya eksik bir adım daha sonra yapılacak tüm işlemlerin zayıf bir temele tutunmasına sebep olacaktır. Boyutsal değişim, sertleşebilme yeteneği, tokluk, aşınma ve işlenebilme yetenekleri açısından değerlendirilen takım çeliklerinde genellikle optimum malzeme seçimi aşınma ve tokluk özellikleri arasında bulunur.

Bir yandan bileşen cins ve miktarlarına bağlı olarak yeni takım çelikleri üretilmekte, diğer yandan üretim teknolojilerinde gelişmeler sağlanarak var olan çelik cinslerinin içyapı özellikleri ve performansları artırılmaktadır. Isıl işlem yöntemleri kullanılarak da bu malzemelere ek özellikler kazandırılmaktadır. Uygulamalarda performansı ve ömrü etkileyen en önemli faktörlerden bazıları tokluk, sürtünme, aşınma, yorulma ve yüzey sertliğidir. Takım çeliklerinin seçimi, en düşük maliyet ile yeterli kalıp ömrünü sağlayacak şekilde yapılır. Aşınma, faydalı kullanım ömrünü belirler. Toplam aşınma (abrazif ve adezif), temelde üretim periyodundan etkilenir. Sac form kalıplarında daha çok aşınma dayanımı ön plana çıkmaktadır. Suda ve yağda sertleştirilmiş kalıp çeliklerine nazaran havada sertleştirilmiş ve yüksek Karbon, yüksek kromlu çeliklerden mamul kalıplarda baskı ömrü 100 kata kadar artış gösterebilmektedir [ASM Handbook, Vol.14].

Islah işlemi ile mukavemeti artırılan çeliklerin ayrıca yüzeylerinin iyileştirilmesi ile önemli oranda ömür artışı sağlanabilmektedir. Azot' un malzeme yüzeyinden içeri doğru yayınımının söz konusu olduğu nitrürleme işlemi ile yüzey sertliği artar, korozyon dayanımı iyileştirilir ve sürtünme azaltılır [ASM Handbook, Vol.5]. Günümüzde yaygın olarak kullanılan tuz banyosunda nitrürleme ve gaz nitrürlemeye nazaran çok daha etkin bir yöntem olan plazma nitrürleme, termokimyasal bir işlemdir. Azot atmosferi altında malzeme yüzeyinde oluşturulan plazma etkisi ile Azot iyonlarının yayınımı ve kimyasal reaksiyonu sonucu malzemenin yüzeyinde nitrürler oluşur. Sürtünme özellikleri iyileştirilen takımların ömürleri artar.

Bu çalışmada amaç, ıslah edilmiş 1.2379 (AISI D2) ve 1.2436 (AISI D6) soğuk iş takım çeliklerinin sabit sıcaklıkta farklı basınç (1,5 - 4,5 - 8 mbar) ve süre (4 – 7 - 10 saat) ile plazma nitrürlenmesi neticesinde aşınma dayanımlarını ve iç yapı özelliklerini incelemektir. Bu doğrultuda yüzey sertlikleri ve sertlik dağılımları ölçülmüş, tez çalışması sırasında tasarlanan ve imal edilen ball-on-disk aşınma test cihazı ile üç farklı Hertz noktasal temas basıncında (1,1 – 2 GPa aralığında) aşınma testleri uygulanarak sürtünme katsayısı değişimi kaydedilmiştir. Yüzey ve kesitlerin optik mikroskop ve SEM görüntüleri incelenerek XRD verileri ile birlikte değerlendirilmiştir. Ayrıca 4,5 mbar ve 7 saat şartlarında plazma nitrürlenmiş numunelere  $8x10^{15}$  ve  $6x10^{16}$  iyon/cm<sup>2</sup> dozlarında Molibden iyonları implantasyonu gerçekleştirilmiştir. Plazma Nitrürleme üzerine Molibden implantasyonu ve Mo implantasyonu üzerine plazma nitrürleme neticesinde malzeme yüzey bölgesindeki değişimler yorumlanmıştır.

#### 2. KURAMSAL BİLGİ

#### 2.1. ISLAH ETME

Ostenit fazındaki çelik kritik soğuma hızından daha hızlı bir şekilde soğutulursa atom yayınımı tamamen engellenir. Bunun sonucu olarak tetragonal hacim merkezli martenzit fazı elde edilir. Martenzit fazı çok sert ve gevrek bir yapıya sahiptir. Bu haliyle kullanıma uygun değildir. Aşırı kırılgan durumun giderilmesi için tavlama (Temperleme) yapılması gerekir. Temperleme, çeliği A1 sıcaklığı altındaki bir sıcaklığa ısıtıp belirli bir süre bekledikten sonra yavaşça soğutmaktır. Böylece içyapı daha kararlı duruma gelir ve çoğunlukla sertlik de azalır. Islah etme, su vermeyi takiben yapılan temperleme işlemidir.

Karbon miktarına bağlı olarak çeliklerin sertliği artmaktadır. Sertlik artışı da mukavemet artışını beraberinde getirir. Islah etme işlemi ile çelikler, kullanım yerlerinin gerektirdiği mukavemet değerini sağlayacak oranda sertleştirilirler. Aşırı sertlik, dayanımı artırmanın yanında yapıyı gevrekleştirdiğinden dolayı istenmeyen bir durumdur.

Malzemenin Karbon içeriği arttıkça martenzit yapı daha belirgin hale gelir. Ana fazın bileşiminde değişim olmaz. Karbon atomlarının Demir atomlarına göre pozisyonları Ostenitteki gibidir. Karbon oranı yükseldiğinde kristal yapı hacim merkezli kübik (HMK) den hacim merkezli tetragonal (HMT) yapıya dönüşür. Martenzit dönüşümü, soğuma sırasında M<sub>s</sub> ve M<sub>f</sub> sıcaklıkları arasında gerçekleşir. Ostenitten martenzite dönüşüm %100 oranında gerçekleşmez. Karbon oranı arttıkça giderek artan miktarda kalıntı Ostenit oluşur. Karbon oranının %1'in altında olması halinde çıta (lath) martenzit hakim iken, %1'in üzerinde plaka (plate) martenzit morfolojisi hakimdir.

Temperleme işlemi sırasında katı durum reaksiyonları oluşmaktadır ve özellik değişimleri Karbon ve Demir atomlarının artan sıcaklık ile hareketlilik kazanmasına

dayanır. Temperleme işlemi sırasında belirli sıcaklık aralıklarında farklı katı hal reaksiyonları meydana gelir [Bargel, H.J. ve Schulze, G. 1987]. 100°C' ye kadar olan sıcaklıklarda Karbon atomlarının dislokasyonlara, martenzit plaka sınırlarına yayınımı söz konusudur. Yüksek Karbon' lu çeliklerde Karbon segregasyonu, kümeleşme çökelmesi ile olur.

100°C - 200°C arasında temperlenen çeliklerde ince ε-Fe<sub>2-3</sub>C (HSP-hegzagonal sıkı paket) karbür çökelip yapıya dağılır. Böylece tetragonal martenzit, kafesi daha az gerilmiş kübik martenzite dönüşür. Sertlikte önemli bir düşüş görülmeyip sadece aşırı kafes gerilmelerinin giderilmesi gerçekleşir.

Bu sıcaklık aralığında Karbon atomlarının yayınması kolaylaştığından çökelen karbürler Sementit Fe<sub>3</sub>C (ortorombik) bileşimindedir. Kalıntı Ostenit içinde de karbürler çökelir ve kübik martenzite dönüşüm neticesinde hacim artışı meydana gelir. Yüksek Karbon' lu çeliklerde Högg karbür Fe<sub>5</sub>C<sub>2</sub> (monoklinik) 200°C - 300°C' de oluşur [Smith 1993].

 $350^{\circ}$ C' den A<sub>c1</sub>' e kadar olan sıcaklıklarda Fe<sub>3</sub>C karbürler büyük parçacıklar halinde çökelirler. Kübik martenzitin yerini ferrit ana kütle aldığından hacim azalır. Sıcaklık arttıkça düzensiz dislokasyonlar ortadan kalkar, ince tane yapısı gelişir. Krom, Molibden, Vanadyum veya Tungsten içeren çeliklerde alaşım elementlerinin karbürleri 500°C - 700°C arasında oluşur.

Düşen sertlik ile birlikte tokluk artar. Ancak belirli orandaki arsenik, fosfor, antimon gibi impürütelerin 350°C - 600°C arasında tane sınırlarına segregasyonu temper gevrekliğine yol açar. Bu durum temperleme sıcaklığından yavaş soğuma ve çalışma şartları sırasında temperleme sıcaklığına ulaşılması ile ortaya çıkar. Katışkıların giderilmesi veya hızlı soğutma haricinde yapıya %0 - 0,1 oranında Mo katılması ile temper gevrekliği azaltılabilir. Diğer bir gevreklik, yüksek mukavemetli çeliklerde görülen 350°C gevrekliği olarak da bilinen martenzit gevrekliğidir. 350°C gevrekliği, oda sıcaklığındaki çalışma şartlarında ortaya çıkar.

İmalat sanayi, otomotiv parçaları, tekstil makine ve türbin sistem bileşenleri gibi alanlarda geniş bir uygulama sahası bulan nitrürleme işlemi, atomik Azot' un yüzeyden içeriye doğru termokimyasal yayınımıdır. Ferrit fazında gerçekleşen yayınım, Azot' un Demir içerisindeki çözünürlüğüne, Demir-Azot denge diyagramına göre gerçekleşir (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. Fe-N Faz Diyagramı [Pye 2003].

Nitrürlemenin gerçekleşmesi için temel işlem parametreleri Azot kaynağı, ısı, zaman ve çeliğin bileşimidir. Gaz nitrürleme yönteminde amonyak gazı 500-570°C aralığında kararsız hale geçer ve aşağıdaki denge durumu oluşur:

 $2NH_3 \iff N_2 + 3H_2$ 

Çelik malzeme yüzeyi nitrürleme sıcaklığına ulaştığında ise aşağıdaki reaksiyonlar meydana gelir:

 $NH_3 \longleftrightarrow 3H + N$   $2N \Longleftrightarrow N_2$   $2H \longleftrightarrow H_2$ 

Azot' un atomik çapı 0,142 nm' dir ve Demir matris içerisinde arayer atomu olarak bulunur. Ortam sıcaklığında  $\alpha$ -Demir' de Azot' un çözünürlüğü ağırlıkça %0,001 iken 590°C' de %0,115' dir. İşlem sıcaklığında YMK (Yüzey Merkezli Kübik)  $\gamma$ '-nitrür (Fe<sub>4</sub>N) oluşur. Bu yapı içerisinde Azot %5,7-6,1 oranında çözünür. Hegzagonal  $\varepsilon$ -nitrür (Fe<sub>2-3</sub>N) ise %8-11 oranında çözünürlük sağlar. 500°C' nin altında oluşan ortorombik  $\zeta$ nitrür (Fe<sub>2</sub>N)'de ise Azot içeriği %11' i geçer. Demir kristali içerisinden geçen küçük Azot atomlarının hareketi arayer yayınımı olarak adlandırılır. Şekil 2.2' de şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.2 Nitrürleme İşlemi boyunca arayer yayınımı [Pye 2003].

Nitrürlenmiş çelik bir yayınım tabakası içerir. Yüzeyde bir bileşen tabakası (beyaz tabaka) oluşabilir. Bileşen tabakası  $\varepsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N ve  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N intermetaliklerinin oluştuğu bölgedir ve çeliklerin bileşimi ile işlem parametrelerine bağlı olarak 15-20 µm kalınlığı

geçmez. Demir-Azot denge diyagramında belirtildiği şekilde  $450^{\circ}$ C' de  $\gamma$ '-nitrür fazı %5.7 - %6.1 Azot barındırır. Bu oran üzerine çıkıldığında yüzeyde  $\varepsilon$ -nitrür fazı baskın olarak meydana gelir. Bu durum çeliğin Karbon içeriğine bağlıdır. Artan Karbon miktarı ile  $\varepsilon$  fazı oluşumu tetiklenir [Pye 2003].

Bu bölgenin hemen altında oluşan yayınım tabakasında Azot yayınımı 0.7mm' ye kadar olabilmektedir. Yayınım tabakasında yapı, Azot' un arayer atomu olarak yer alması ile değişir. Çözünürlük sınırına ulaşıldığında Demir veya diğer metallerin nitrürleri olan çökeltiler çok ince, birbirine yapışık halde tane sınırlarında veya tanelerin kafes yapılarının içinde oluşur. Bu çökeltiler kafesi bozar ve dislokasyonları sıkıştırır. Böylece malzemenin sertliği artar. Katı eriyik içindeki Azot, sertliği az miktarda değiştirir. Ancak nitrür oluşturan alaşım elementlerine bağlı olarak meydana gelen nitrür çökeltileri ile sertlik hızlı bir artış gösterir [Berg 2000].

 $\varepsilon$  tabakası aşınma ve yorulma dayanımı için tercih edilebilir. Ayrıca şok yüklemelerden ve yüksek yerel gerilmelerden etkilenir.  $\gamma$ ' tabakası daha yumuşak ve düşük aşınma dayanımlı, ancak daha dayanıklı ve şiddetli yüklemelere daha toleranslıdır. Beyaz tabaka yağlama özelliğini artırmasına rağmen fazlar arası ( $\varepsilon$  ve  $\gamma$ ') zayıf yapışma ve her iki fazın ısıl genleşme katsayılarının farklı olması nedeni ile kırılgan bir özellik gösterir. Beyaz tabakanın kalın olması bu eğilimi artırır.

Nitrürleme, yüksek tork, aşınma ve korozyon dayanımı ile yüzeyde bası gerilmelerinin istendiği uygulamalarda tercih edilmektedir. Demir esaslı malzemelerin nitrürlenmesinde işlem sırasında faz değişimi yoktur [ASM Handbook, Vol.4].

Plazma Nitrürleme, ışıltılı boşalma (glow discharge) teknolojisi kullanılarak Azot' un malzeme yüzeyine yayınımı metodudur. Plazma ise toplamda nötr olan ve rasgele yönlerde serbestçe hareket eden yüklü parçacıkların toplamıdır. Vakum altında yüksek voltajlı elektrik enerjisi ile plazma oluşturulur. Azot iyonları plazma içinde hızlanarak parça yüzeyine çarpar. Bu iyon bombardımanı yüzeyi ısıtır, temizler ve aktif Azot sağlar. Plazma nitrürlemede Azot gazı kullanıldığından nitrürleme potansiyeli Azot miktarının regülâsyonu ile hassas bir şekilde kontrol edilebilir. Bu kontrol, Şekil 2.3' de gösterildiği gibi, monofaz tabaka veya  $\varepsilon$  ve  $\gamma$ ' fazlarının birlikte oluşturulmasına ya da bileşen tabakasının hiç oluşturulmamasına olanak verir [ASM Handbook 4].



Şekil 2.3 Nitrürlenmiş çelikte gaz oranının etkisi.

Plazma Nitrürleme teknolojisi son 20–30 yılda önemli gelişmeler kaydetmiş, bu konu ile ilgili birçok araştırma yayımlanmıştır. Sürekli DC plazma ve DC puls plazma olmak üzere iki yöntem geliştirilmiştir. DC plazma yönteminde ark oluşma riskine karşı DC puls plazma ile ark oluşumu önlenmiştir. Yaygın olarak DC deşarj yönteminde iş parçası katot olarak kullanılmaktadır. Bu yönteme katodik nitrürleme de denilmektedir. Ayrıca RF nitrürleme ve anodik Plazma Nitrürleme teknikleri de geliştirilmiştir. Takım ve kalıp ömürlerinde artışın dubleks kaplamalar (Plazma Nitrürlenmiş iş parçasının PVD veya CVD yöntemleri ile kaplanması) ile daha fazla olduğu belirtilmiştir. Mikro dalga kullanılarak Plazma Nitrürleme konusunda da araştırmalar mevcuttur [Musil 2000].

#### 2.3.1. Işıltılı Boşalma Karakteristiği

Şekil 2.4' de belirtildiği gibi bir gaza voltaj uygulandığında gaz içerisindeki elektronlar yüklenir ve gaz iletken hale geçer. İyonize olan gaz içerisindeki elektronlar anottan katoda doğru hareket ederler. Bu duruma bağlı olarak moleküler çarpışmalar başladığında iş parçası üzerinde enerji (1s1) açığa çıkar. Voltaj yükseltildiğinde akım yoğunluğu artar ve Townsend Deşarj safhasına geçiş olur. Bu safhada, daha fazla elektron açığa çıkar ve bu durum gazın daha fazla iyonize olmasını devam ettirir. Bu bölge zincirleme reaksiyon olarak da düşünülebilir. Akım sınırlama direnci düştüğünde akım yoğunluğu artar, bu durum katot ile anot arasında voltaj düşüşüne neden olur ve voltaj stabilitesi sağlanamaz. Geçiş bölgesi (Corona) olarak adlandırılan bu aşamadan sonra boşalma (plazma ışınımı) net olarak görülebilir ve iş parçasını (katodu) sarar. Plazmanın (ışınım) kalınlığı gaz basıncı ve voltaja bağlıdır. Voltajın artması ile plazma iş parçasının geometrisine uygun olarak tüm yüzeyi kaplar ve nitrürleme işlemi için ideal ortam oluşur. Bu bölgede akım yoğunluğu artarsa voltaj düşüşü meydana gelir ve iş parçası üzerinde güç yoğunluğu dolayısıyla sıcaklık artar. Aşırı ısınma sonucu metalürjik problemlere, yerel ergimelere sebep olur. Güç yoğunluğunun artması ile ark oluşur [Pye 2003].



Şekil 2.4 Paschen Eğrisi [ASM Handbook 4].

#### 2.3.2. Plazma Nitrürleme Mekanizması

Plazma nitrürleme işlemi başlamadan önce tank içindeki hava boşaltılır. İşlem basıncı genel olarak 1,5-10 mbar arasındadır. Uygulama, Şekil 2.5' de şematik olarak gösterildiği gibidir. İş parçasının nitrürleme sıcaklığına ısıtılması harici ısıtıcılar ile veya plazma etkisi ile gerçekleştirilir. Amonyak kullanılması durumunda, 500°C civarında amonyak kararsız hale gelir ve ayrışır. Gaz nitrürlemeden farklı olarak Azot ve Hidrojen gazları bağımsız bir şekilde ortama verilebilir. Bu sayede Azot-Hidrojen gaz oranı değiştirilerek Azot potansiyeli kontrol edilebilir. Yayınım tabakasının derinliği Azot konsantrasyonuna, zaman, sıcaklık ve iş parçasının kimyasal yapısına bağlıdır [ASM Handbook 4].

Plazma-yüzey etkileşiminin çok karmaşık bir problem olduğu bilinmekle birlikte çok sayıdaki olası etkileşimlerden tanımlananlar; iyon implantasyonu ve radyasyon hasarı, Azot parçacıklarının adsorpsiyonu, sıçratma ve iyon etkili parçacık desorpsiyonu ile Azot atomlarının rekombinasyonudur. Bu mekanizmalar ile plazma nitrürleme sırasında fiziksel emilim (physisorpsion), direk kimyasal emilim (direct chemisorpsion), hacimsel faz ayrışması ve iyon implantasyonu aşamaları söz konusudur [Czerwiec 1998].



Şekil 2.5 Plazma Nitrürleme işlemi

Stokiyometrik olarak Plazma nitrürleme sırasında dört reaksiyon gerçekleşir:

**Reaksiyon I:** Enerji yüklü elektronlar tarafından iyonize ve nötr Azot atomları ortaya çıkar.

 $(e \rightarrow N_2 \implies N^+ + N + 2 e^-)$ 

**Reaksiyon II:** Demir ve diğer kirlilikler sıçratma etkisi ile yüzeyden temizlenir. Azot iyonlarının bombardıman etkisi kirlilikleri yerinden çıkarır ve vakum pompası vasıtası ile dışarı atılır.

**Reaksiyon III:** Yerinden sıçratılan Demir atomları sayesinde yüzeyde Demir-nitrür oluşumu başlar (Fe + N = FeN). Bu aşamada yüzey atomik olarak temizlenir.

**Reaksiyon IV:** Sürekli plazma bombardımanı altında FeN kararsız hale gelir ve bozunur.

FeN  $\longrightarrow$  Fe<sub>2</sub>N + N Fe<sub>2</sub>N  $\longrightarrow$  Fe<sub>3</sub>N + N ( $\epsilon$ -faz1) Fe<sub>3</sub>N  $\longrightarrow$  Fe<sub>4</sub>N + N ( $\gamma$ '-faz1) Fe<sub>4</sub>N  $\longrightarrow$  Fe + N (Demir-Azot bileşen tabakas1)

### 2.4. İYON İMPLANTASYONU

İyon implantasyonu, malzeme yüzeyine iyonların enjekte edildiği bir yüzey işlemidir. 10-200 keV enerjili iyonlar bir hızlandırıcıda elde edilir ve ışın demeti halinde malzeme yüzeyine gönderilir. Katı yüzeyin bağ enerjisinden 4-5 kat daha fazla kinetik enerjiye sahip iyonlar yüzeye tutunur ve bileşik oluşturur. Yaygın olarak metal, seramik ve polimer yüzeylere implantasyon yapılmaktadır.

Düşük sıcaklıklarda gerçekleşen iyon implantasyonunda iyonlar 10<sup>-12</sup> s' den daha kısa bir süre içerisinde durağan hale gelirler. Bu hızlı duruş çok yüksek soğuma hızına sebep olur. Bu durum, konvansiyonel teknikler ile elde edilemeyen yeni yüzey alaşımları oluşmasına olanak tanır [ASM Handbook Vol.5].



Şekil 2.6 İyon implantasyonu iyon-yüzey etkileşimi şematik gösterimi [ASM Handbook Vol 5].

Konvansiyonel iyon implantasyonu işleminde istenen elementin (gaz veya metal) pozitif yüklü iyonlarına sahip bir ışın demeti oluşturulur. İyon kaynağında sıcak filamentten yayınan elektronlar, plazma oluşturmak üzere gazı iyonize eder. Elektrostatik alan sayesinde pozitif iyonlar yüksek enerji (30-200 keV) ile yüksek vakum (10<sup>-5</sup> Torr) altında hızlandırılır. Malzeme yüzeyine gönderilen iyonlar yüzeyden içeriye doğru nüfuz eder. Hedef atomlar yerlerinden çıkar yeterli enerji ile diğer hedef atomları

yerlerinden çıkartarak arka arkaya çarpışmalara neden olurlar. Etki derinliği 0,2 μm' nin altındadır (Şekil 2.6).

Gaz implantasyonu için iyon kaynağına gazın beslenmesi yeterlidir. Katıların implantasyonu için dört metot vardır. Genellikle yarı iletken endüstrisinde kullanılan yöntemde plazma oluşturmak için reaktif bir gaz (klor) kullanılır. Bu gazın implante edilecek metal ile teması neticesinde gaz ve metal iyonları plazması oluşur. Bir mıknatıs yardımı ile gaz iyonları ayrılarak metal iyon ışın demeti elde edilir. Diğer yöntemde argon iyonize edilir. Pozitif yüklü bu iyonlar negatif yüklü metal hedefe yönlendirilerek çarpışma etkisi ile saf metal atomları ve iyonları hedeften kopartılır (sıçratma). Metal iyonları ayrılır, bir ışın demeti şeklinde odaklanır ve implantasyon yapılacak iş parçasına gönderilir. Diğer iki metot da sıçratma yöntemine benzer. Bunlar arasındaki farklılık sıçratma için elektron ışınları veya katodik ark kullanılmasıdır.



Şekil 2.7 MEVVA İyon Kaynağı Prensip Şeması [Öztarhan 2005].

Yaygın olarak kullanılan MEVVA (Metal Vapour Vacuum Ark) tekniği ile geniş bir iyon yelpazesinde implantasyon yapılabilmektedir. Şekil 2.7' de gösterilen iyon implantasyon cihazında AISI 316 ve Ti-6Al-4V numuneler üzerinde yapılan Zr, Ti+N ve W implantasyonları neticesinde sertlik ve aşınma özelliklerini Öztarhan [2005] incelemiştir.

İyon implantasyon yönteminde iyonlar yüzeye dik gönderilir. 20-30°, den fazla eğimli gelebilecek iyonlar yüzeyde sıçratma problemi doğurabilir. Görüş hattı kısıtlamasını ortadan kaldırmak için geliştirilen iyon implantasyon yöntemleri (PSII-Plasma Source Ion Implantation / PIII-Plasma Immersion Ion Implantation) plazma ortamında gerçekleştirilmektedir. Gaz plazması içindeki pozitif yüklü iyonlar yüksek voltaj altında yüzeye doğru hızlandırılır. Plazmanın iş parçasının tüm yüzeyini sarması nedeni ile implantasyon her yönde gerçekleşmiş olur. İyon implantasyonu neticesinde yüzey bölgesinde nitrür, borür, karbür gibi yapılar oluşur. Bu yöntem ile sertlik, aşınma ve korozyon dayanımı ile yorulma özellikleri iyileştirilebilir.

İyon implantasyonu ile yüzey bölgesinde bileşiklerin oluşturulması termodinamik kriterlerden bağımsızdır. Oda sıcaklıklarında implantasyon yapılabilmesi, önemli ölçü değişimlerinin olmaması ve yüksek tekrarlanabilirlik de bu yöntemin avantajlarındandır.

#### 2.5. AŞINMA TESPİTİ VE YÖNTEMLER

Aşınma, sürtünme etkisi ile cisimlerin yüzeylerinde oluşan yüzey hasarı olarak tanımlanabilir. Yüzey hasarı ise yüzeyde aktif olan farklı mikro mekanizmalar tarafından arka arkaya oluşan adımların toplamı olarak gerçekleşir ve yüzey tabakasındaki topografik ve/veya mikro yapısal değişimler şeklinde tanımlanır. Aşağıda belirtildiği şekilde sınıflandırılır [ASM Handbook Vol.18]:

- 1. Malzeme alış-verişi olmadan gerçekleşen yüzey hasarı,
- 2. Malzeme kaybı ile oluşan yüzey hasarı,
- 3. Malzeme kazanımı ile oluşan yüzey hasarı.

Malzeme alış-verişinin olmadığı durumlara örnek, yapısal değişimler, plastik deformasyon ve yüzey çatlaklarıdır. Malzeme kazanımına örnek olarak ise yüzeye malzeme transferi ve korozyon sayılabilir. Araştırma konumuz kapsamında aşınma kavramını malzeme kaybı ile oluşan yüzey hasarı başlığı altında değerlendireceğiz. Buna göre aşınma üç başlık altında incelenebilir [ASM Handbook Vol.18]:

- 1. Partikül veya sıvı ile aşınma
  - i. abrazif aşınma (abrasive wear),
  - ii. polisaj (polishing wear),
  - iii. katı parçacık aşındırması (solid particle erosion),
  - iv. kavitasyon aşındırması (cavitation erosion),
  - v. kirlilik aşındırması (slurry erosion),
- 2. Yuvarlanma, kayma veya darbe ile aşınma
  - i. kayma ve adezif aşınma (sliding and adhesive wear)
  - ii. Osilasyonlu aşınma (fretting wear)
  - iii. Yuvarlanma temas aşınması (Rolling contact wear)
  - iv. Darbe aşınması (impact wear)
- 3. Kimyasal destekli aşınma
  - i. korozif aşınma (corrosive wear),
  - ii. oksidasyonlu aşınma (oxidational wear).

Ball-on-disk test cihazı tasarımında ve test sırasında abrazif ve adezif aşınma mekanizmalarının baskın olduğu kabulü ile bu iki kavramı kısaca aşağıdaki gibi açıklayabiliriz.

Abrazif Aşınma: Sert partikül veya çıkıntıların katı bir yüzey üzerinde harekete zorlanmasına bağlı olarak meydana gelir. İki yüzey arasındaki bağıl hareket neticesinde, genellikle yüzeyden malzeme kaybını içeren, yüzeyin hasarı şeklinde tanımlanır. Abrazyon (partikül aşındırması), iki tip temas ile kategorize edilir; ikili (two-body, aşındırıcının bir yüzey boyunca kayması) ve üçlü (three-body, aşındırıcının iki yüzey arasında tutulması) aşınma. Belirli bir yük ve aşınma mesafesi boyunca ikili aşınma sisteminde diğer duruma göre 10-100 kat fazla malzeme kaybı söz konusudur. Temas hızı, yük, nem ve korozif etki gibi ortam faktörleri de abrazif aşınmayı etkiler. Sertlik, elastiklik modülü, akma dayanımı, ergime sıcaklığı, kristal yapı, mikroyapı ve bileşim abrazif aşınma için önemli malzeme özellikleridir. Kübik metaller, hegzagonal yapıya göre yaklaşık iki kat fazla aşınma gösterirler. Sertlik, aşınma ile ters orantılıdır. Ostenit ve beynitin aşınma dayanımı ferrit, perlit veya martenzite göre daha fazladır. Bu durum, ostenitin yüksek deformasyon sertleşmesi kapasitesi ve sünekliği nedeni iledir. Ayrıca, Demir' e Karbon ve Azot gibi arayer atomlarının ilavesi abrazif dayanımı iyileştirmektedir. Bir diğer nokta ikinci faz oluşumudur. Böylece sertlikte ve akma dayanımında önemli artışlar elde edilir. Karbür gibi büyük, birbirine temas etmeyen sert çökeltiler veya parçacıklar abrazif aşınmayı azaltmak için faydalı olabilirler.

Adezif Aşınma: Adezyon, aşınmanın bir sebebi değil, temas sonucu gerçekleşen bir durumdur. Ortamda abrazif madde bulunmuyorsa, kayma genliği osilasyonlu aşınmadan daha büyük ise ve malzeme kaybı miktarı oksidasyondan bağımsız ise adezif aşınma oluşur. Eğer temas basıncı yüksek ise sürtünen yüzeyler arasındaki ara tabaka (oksit, sülfür, vs) kırılabilir ve ana malzeme yüzeyi plastik deformasyona uğrar. Sonuçta iki yüzey birbirleri ile doğrudan temas eder ve birbirine yapışır.

Aşınma testleri için öncelikle doğru bir model seçilmelidir. Bu modele uygun aşınma test düzeneğinin temin edilerek testlerin gerçekleştirilmesi gerekmektedir. Doğru

modelin tespiti için ise sürtünme kavramı incelenmelidir. Sürtünme, bir maddenin diğer bir madde üzerinde hareketine olan dirençtir. Bu maddeler gaz-katı (aerodinamik sürtünme), sıvı-katı (sıvı sürtünme) şeklinde de olabilir.

Sürtünme, sürtünme katsayısı ile belirtilir ve yük ile yüke dik doğrultuda oluşan sürtünme kuvvetinin birbirine oranıdır ( $\mu = F_s/N$ ). Bu noktada statik sürtünme katsayısı, kinetik sürtünme katsayısı, yapışma-kayma (stick-slip) davranışı ve yağlı sürtünme terimlerini de tanımlamak gerekir. Statik sürtünme katsayısı, iki madde arasında makroskobik hareketin başlamasını sağlayan en yüksek sürtünme kuvvetine karşılık gelir. Kinetik sürtünme katsayısı, iki madde arasında davranışı, iki madde arasındaki sürtünme katsayısı, iki madde arasındaki sürtünme katsayısı, iki madde arasındaki nakroskobik hareket şartları altındaki sürtünme katsayısının azalması ile ilgili olarak osilasyon şeklinde tanımlanır. Diğer bir ifade ile sürtünme sırasında yüzeylerden birinin yapışması, sonra hızla hareket edip tekrar yapışması ve bu durumun tekrarlı hareketidir. Yağlı sürtünme, iki maddenin bir yağ filmi ile tamamen ayrılması halinde söz konusudur. Bu durumda sistemin sürtünme katsayısı yağ filmi ile sürtünmeden kaynaklanır [ASM Handbook Vol.18].

Sürtünme kuvvetleri, sürtünen maddelerin özelliklerine bağlıdır. Bu faktörler değişken olduğundan dolayı sürtünme kuvvetleri doğrudan tahmin edilemez. Fiziksel, kimyasal ve malzemeye ait mikroskobik (adhezyon, yüzey pürüzlülüğünün mekanik etkisi, yüzeyde tabakaların kırılması ve/veya deformasyonu, iki yüzey arasında kalan parçacıkların etkileşimi ve yerel plastik deformasyonu gibi) durumlar sürtünme mekanizmasını açıklamak için kullanılır. Sürtünme sırasında sürtünme kuvvetinin ölçülmesi ile sürtünme katsayısı tespit edilerek test boyunca sürtünme kuvvetindeki değişim gözlemlenebilir.

**Sürtünme Kuvveti Ölçümü:** Sürtünme bir sistem niteliğidir. Dolayısıyla sistem dikkatlice modellenmelidir. Modellemede üç tür geometri ön plana çıkmaktadır: düzlem-düzlem, katmanlı yüzeyler ve Hertz teması (Şekil 2.8).



Şekil 2.8.Sürtünme test numunesi modellemesi [ASM Handbook 18].

Sürtünme, aşınmanın veya aşınmaya meylin bir ölçüsü değildir. İncelenen sistemde bir aşınma söz konusu olacaksa ve ölçümün amacı sürekli rejim aşınma şartlarında sürtünme karakteristiklerini gözlemlemek ise ölçümler, bir aşınma testi sırasında yapılmalıdır. Şekil 2.9' da gösterildiği gibi zamana bağlı olarak ölçülen sürtünme kuvveti, modellenen sistem ile yakından ilgilidir. Çeşitli malzemelerin statik ve kinetik sürtünme katsayıları referans kaynaklarda mevcuttur.



Şekil 2.9. Sistem aşınmasının sürtünme kuvveti üzerine etkisi [ASM Handbook 18].

a) sürtünme kuvveti zamanla değişmemektedir. Aşınma olmamakta ya da aşınma olduğunda sürtünme davranışı değişmemektedir. b) Sürtünme kuvveti zamanla artmakta, orijinal yüzeyler aşındıktan sonra aşınmış yüzeyler aynı kalmakta ve bir sürekli rejime ulaşmaktadır.c) Aşınma işlemi boyunca meydana gelen değişimler nedeni ile sürtünme kuvveti değişkenlik göstermektedir. Bu durum, aşınma artıklarının sistemden uzaklaştırılmadığı halde geçerlidir. Bu artıklar yağlama veya aşındırma etkisi yapabilir. Geçici rejim bölgesinde standart aşınma katsayısı daha yüksektir. Diğer yandan gereğinden fazla aşınma mesafesi ize zarar verir ve aşınma katsayısını yükseltir. Bir aşınma testinde sürekli rejim aşınma şartlarının sağlanıp sağlanmadığına karar vermek zor olabilir. Bu nedenle literatürdeki çalışmalarda bulunan aşınma değerleri %1000 fark gösterebilmektedir. Yang [2005] tarafından bildirildiğine göre standart aşınma katsayısı K<sub>s</sub> için V=K<sub>s</sub>PL/3H eşitliği geçerlidir. Burada V hacimsel kayıp, L kayma mesafesi, P yük ve H aşınan malzemenin Brinell sertlik değeridir. Yang ayrıca, daha kesin sonuç verdiğini bildirdiği K<sub>s</sub>=3HA[1-e<sup>-BL</sup>]/PL eşitliğini önermiştir.

Aşınma testleri için kullanılacak ball-on-disk cihazında aşındırıcı bilye (tungsten karbür), numune yüzeyine belirli bir kuvvet altında bastırılır ve numune hareket ettirilir. Burada Hertz noktasal temas modeli geçerlidir. Çelik-tungsten karbür tribo-sistemi için verilen kinetik sürtünme katsayısı 0,19 ( $\Phi$ 12,7mm bilya çapı, 9,8N yük, 0,01mm/s hız için) şeklindedir [ASM Handbook 18].

#### 2.5.1. Hertz Noktasal Temas Basıncı

İki eğrisel yüzeyin birbiri üzerine basması neticesinde (Şekil 2.10) temas noktasında oluşan gerilme Hertz temas basıncı (Hertzian Contact Stress) olarak tanımlanmaktadır. Böyle bir durum karakteristik olarak aşağıdaki gibi ifade edilebilir:

- Her iki yüzeyde basma gerilmeleri oluşur,
- İki yüzeyin birbiri üzerine basması ile ilk anda oluşan noktasal temas (küre) veya çizgisel temas (silindir) bir temas alanı doğurur,
- Üç boyutlu gerilme durumundan temel gerilmeler oluşur,
- Malzeme yüzeyinin altında kritik alan oluşumuna sebep olur,
- Hasar oluşumu genellikle dökülme veya oyuk oluşumu şeklinde gerçekleşir.



Şekil 2.10. İki kürenin birbirine F kuvveti ile teması. Temas gerilmesi, temas noktası etrafında 2a çapında bir bölgede eliptik dağılıma sahiptir.

En yüksek temas basıncı:

$$p_{max} = \frac{3 F}{2 \pi a^2}$$

olarak ifade edilir. Burada F, temas kuvveti, a ise dairesel alanın yarıçapıdır ve aşağıdaki şekilde tanımlanır:

$$a = K_a^3 \sqrt{F}$$

$$K_{a} = \left[\frac{3}{8} \frac{(1-v_{1}^{2}) / E_{1} + (1-v_{2}^{2}) / E_{2}}{(1/d_{1}) + (1/d_{2})}\right]^{1/3}$$

 $v_1, v_2$  : malzeme 1 ve 2 nin poisson oranları, E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub> : malzeme 1 ve 2 nin elastiklik modülleri, d<sub>1</sub>, d<sub>2</sub> : malzeme 1 ve 2 nin çapları.

Bir kürenin bir düzlem üzerindeki hareketi söz konusu ise  $\mathbf{d}_2 = \infty$  olarak alınır.

#### 2.5.2 Aşınma Test Cihazı Tasarımı

Aşınma testleri için ball-on-disk test cihazı tasarlanmış ve imal edilmiştir. Cihaz tasarımında aşındırıcı olarak tungsten-karbür bilye seçilmiştir. Numuneler yatayda dönen bir tablaya sabitlenecek ve bir eksen etrafında dönecek, değişken yükler düşeyde aşındırıcı bilye üzerine uygulanarak sürtünme kuvveti ölçülecek şekilde tasarlanmıştır. Cihazın şematik yapısı ve fotoğrafı Şekil 2.11 ve Şekil 2.12'de görülmektedir.

Sürtünme kuvveti bir yük hücresi tarafından ölçülerek amplifikatör vasıtası ile bilgisayara iletilmiştir. Bu amaç için geliştirilen yazılım vasıtası ile sürtünme kuvveti işlenmek üzere seri port üzerinden alınmıştır. Her test için veri tabanında bir kayıt ayrılarak istenildiğinde geri çağırılabilecek şekilde kaydedilmiştir. Testi başlatmak için gerekli bilgiler; testin adı, örnekleme aralığı, yük ve kalibrasyon çarpanıdır. Örnekleme aralığı, sürtünme kuvvetinin kaç saniye aralık ile kaydedileceğini belirler. Örneğin örnekleme aralığı 1 saniye ise sürtünme kuvveti her saniyede kaydedilmek üzere alınır. Yük, aşındırıcı uca uygulanan kuvvet, kalibrasyon çarpanı ise yük hücresinden gelen kuvvet bilgisinin düzelme katsayısıdır. Kalibrasyonlu bir dinamometre tarafından ölçülen sürtünme kuvveti ile bilgisayar ekranında görülen değerler arasındaki farktan kaynaklanır. Test boyunca, ilgili teste ait sürtünme kuvveti, düzeltilmiş sürtünme kuvveti ve sürtünme katsayısı bilgileri kaydedilir ve güncel olarak sürtünme katsayısı – zaman grafiği gösterilir. Örnek ekran görüntüsü Şekil 2.13'de gösterilmiştir.



Şekil 2.11. Ball-on-disk aşınma test cihazı prensip şeması



Şekil 2.12. Ball-on-disk aşınma test cihazı fotoğrafi

1115														
						Ē	33.1.2436 (elab+PN 9	29.25						
0,7												1	1. A. Marine	and a shift of the
0,6								in the diality	Line	ana at the lite	all and the first	Coll (A. Marine .	ad a faith	
0,5			a da sa sa sa sa sa sa sa sa sa sa sa sa sa		connoirme	and the second	and the second	descended and design			and a state of the particular	-	terroridence	area area area
0,4	No.	and a state of the	apparentertertet	eli-selectore (	Apple to the second second									
0,3	900 TO				·····	····		•••••				- <del> </del>		
0,2														
0,1												+		
	500	1.000	1.500 2.0	00 2.500	3.000	3.500	4.000 4.50	0 5.000	5.5	00 6.00	0 6.500 7	.000 7.50	000.8 00	8.500
rtünme Kur	vveti)	F(Düz	eltilmiş Sürtünn	ne Kuvveti)	n(Si	irtünme Ka	ətsayısı)	Test B	ilgileri					
								Örnek	leme H	aslannic zam	ani	Örnekleme	-	т
					_			8.1				Aralığı (s)	р <u>–</u>	1
		0			0			Urnek	leme b	ıtış zamanı				
								Toplar	m örne	kleme zamar				
								Tests	ä	Juliana Aulahi	0			
								i opiai	m ume	Kieme Aueu	0			
th Tastlar								i opiai	mume	Kieme Adea	P			
ıtlı Testler I⊲	1	•		1	N	1	+ 1	-	mume			1 58	- 1	c
nth Testler I⊲	 	4	►  Turk	l.	►I Cathannan	 	+	-	mume		~   ~	×		<b>C</b>
itli Testler i⊲ sstNo	Aciklama R1 1 2436 a	<ul> <li>Indiăi albi 929</li> </ul>	►	Yuk 929.26	►I Calibrasyon	Çarpanı B	+	BitisZamani		ItemNo	Zaman	%	F(D.S.K.)	ሮ n(S.K.)
uth Testler I≪ sstNo 1 2	Aciklama B1 1.2436 al	Indiği gibi 929	Tarih	Yük 929,25 929,25	►I Calbrasyon	Çarpanı B 0,21 1	AslangicZamani     0.06.2008 13:32:24     0.06.2008 14:54:37	BitisZamani     10.06.2008 1     10.06.2008 1		ItemNo	Zaman 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02:	F 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54.18	<b>۲</b>
th Testler I≪ sstNo 1 2 3	Aciklama B1 1.2436 a B2 1.2436 is B3 1.2436 is	Indiği gibi 929 lah 929.25 Jah+PN 929.2	Tarih 12 10.06.2008 10.06.2008	Yük 929,25 929,25 929,25	►I Calibrasyon	Carpani B 0,21 1 0,21 1 0,21 1	+ aslangicZamani 0.06.2008 13:32:24 0.06.2008 14:54:37 1.06.2008 09:02:23	BitisZamani 10.06.2008 1 10.06.2008 1 11.06.2008 1		▲ ItemNo 1 2 3	Zaman 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02:	F 258 258 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18	<b>رد</b> n(S.K.) 0 0
nth Testler I≪ rstNo 1 2 3 4	Aciklama B1 1.2436 al B2 1.2436 is B3 1.2436 is B4 1.2436 is	Indiği gibi 929 Iah 929.25 Iah+PN 929.2 Iah+PN 929.2	Tarih 12 10.06.2008 10.06.2008 11.06.2008 5 11.06.2008	Yük 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25	► Calbrasyon	Çarpanı B 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1	+ aslangicZamani 0.06.2008 13:32:24 0.06.2008 14:54:37 1.06.2008 09:02:23 1.06.2008 11:33:40	BitisZamani 10.06.2008 1 10.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1		ItemNo 1 2 3 4	Zaman 11.06.2008 09.02: 11.06.2008 09.02: 11.06.2008 09.02: 11.06.2008 09.02:	F 258 258 258 258 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18	С n(S.K.) 0 0 0
utlı Testler i◄ estNo 1 2 3 4 5	Aciklama B1 1.2436 al B2 1.2436 is B3 1.2436 is B4 1.2436 is B% 1.2436 is	Indiği gibi 929 lah 929.25 lah +PN 929.2 lah +PN 929.2 slah +PN 929.2	Tarih 12 10.06.2008 10.06.2008 11.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008	Yük 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25	►I Calbrasyon	Carpani B 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1	+ 0.06.2008 13:32.24 0.06.2008 13:32.24 0.06.2008 04:54:37 1.06.2008 09:02.23 1.06.2008 01:33:40 1.06.2008 13:34:53	BitisZamani 10.06.2008 1 10.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1		ItemNo 1 2 3 4 5	Zaman 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02:	F 258 258 258 258 258 258 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18	<b>C</b> n(S.K.) 0 0 0 0
Ith Testler I IstNo 1 2 3 4 5 6	Aciklama B1 1.2436 a B2 1.2436 a B3 1.2436 a B4 1.2436 a B% 1.2436 a B% 1.2436 a	Indiği gibi 929 lah 929.25 lah+PN 929.2 lah+PN 929.2 slah+PN 929.2 slah+PN 929.2	Tarih 12 10.06,2008 10.06,2008 11.06,2008 11.06,2008 5 11.06,2008 5 11.06,2008 5 11.06,2008	Yük 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25	Calbrasyon	Carpan B 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1	laslangicZamani     0.06.2008 13:32:24     0.06.2008 14:54:37     1.06.2008 09:02:23     1.06.2008 09:02:23     1.06.2008 11:33:40     1.06.2008 13:34:53     1.06.2008 15:36:30	BitisZamani 10.06.2008 1 10.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1	n Ume	▲ ItemNo 1 1 2 3 4 5 6	Zaman 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02:	F 2258 2258 2258 2258 2258 2258 2258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18	<b>رد</b> n(S.K.) 0 0 0 0 0
uth Testler i◄ estNo 1 2 3 4 5 6 7	Aciklama B1 1.2436 al B2 1.2436 is B2 1.2436 is B4 1.2436 is B% 1.2436 is B% 1.2436 is B7 1.2436 is	Indiği gibi 929 tah 929.25 tah+PN 929.2 tah+PN 929.2 tah+PN 929.2 tah+PN 929.2 tah+PN 929.2	Tarih 12 10.06.2008 10.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008 5 12.06.2008	Yük 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25	Calbrasyon	Carpan B 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1	aslangicZamani     0.06.2008 13:32:24     0.06.2008 14:54:37     1.06.2008 14:54:37     1.06.2008 14:33:40     1.06.2008 15:34:03     1.06.2008 15:36:30     2.06.2008 09:18:57	BitisZamani 10.06.2008 1 10.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1		ItemNo 1 1 1 1 1 1 1 2 3 4 5 6 7	Zaman 11.06.2008 09.02: 11.06.2008 09.02: 11.06.2008 09.02: 11.06.2008 09.02: 11.06.2008 09.02: 11.06.2008 09.02:	F 258 258 258 258 258 258 258 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18	C n(S.K.) 0. 0. 0. 0. 0. 0. 0.
th Testler I◀ 1 2 3 4 5 6 7 8	Aciklama B1 1.2436 ia B2 1.2436 is B3 1.2436 is B4 1.2436 is B% 1.2436 is B7 1.2436 is B7 1.2436 is B8 1.2436 is	Indiği gibi 929 tah 929.25 tah+PN 929.2 tah+PN 929.2 tah+PN 929.2 tah+PN 929.2 tah+PN 929.2 tah+PN 929.2	Tanh 10.06.2008 10.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008 5 12.06.2008 5 12.06.2008	Yük 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25	►I Calbrasyon	Carpan B 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1	▲ adangicZamani 0.06 2008 13:32 24 0.06 2008 13:32 24 0.06 2008 14:54:37 1.06 2008 03:02:23 1.06 2008 13:34:53 1.06 2008 15:36:30 2.06 2008 09:18:57 2.06 2008 09:18:57 2.06 2008 11:04 41	BitisZamani 10.06.2008 1 10.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 12.06.2008 1 12.06.2008 1		ItemNo 1 1 1 1 1 1 1 2 3 4 5 6 7 8	Zaman 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02:	F 258 258 258 258 258 258 258 258 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18	<b>C</b> n(S.K.) 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0
wh Testler I ◄ estNo 1 2 3 4 5 6 7 8 9	Aciklama B1 1.2436 al B2 1.2436 is B3 1.2436 is B3 1.2436 is B3 1.2436 is B7 1.2436 is B7 1.2436 is B3 1.2436 is B3 1.2436 is	Indiği gibi 929 lah 929.25 lah+PN 929.2 lah+PN 929.2 lah+PN 929.2 lah+PN 929.2 lah+PN 929.2 lah+PN 929.2 lah+PN 929.2	Tanh 10.06.2008 10.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008 5 12.06.2008 5 12.06.2008 5 12.06.2008	Yük 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25	►I Calbrasyon	Carpan B 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1	AslangicZamani     0.06.2008 13.32.24     0.06.2008 14.54.37     1.06.2008 01.23.24     1.06.2008 01.23.24     1.06.2008 01.13.34.53     1.06.2008 01.83.45     2.06.2008 01.85     2.06.2008 01.10.45     2.06.2008 01.10.45	BitisZamari 10.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 12.06.2008 1 12.06.2008 1		► 1 1 1 1 1 1 1 1 2 3 4 5 6 7 8 9 9	Zaman 11.06.2008 08:02: 11.06.2008 08:02: 11.06.2008 08:02: 11.06.2008 08:02: 11.06.2008 08:02: 11.06.2008 08:02: 11.06.2008 08:02: 11.06.2008 08:02: 11.06.2008 08:02:	F 258 258 258 258 258 258 258 258 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18	<b>C</b> n(S.K.) 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0,
wh Testler I ◄ estNo 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10	Aciklama B1 1.2436 al B2 1.2436 al B2 1.2436 al B3 1.2436 al B4 1.2436 al B4 1.2436 al B5 1.2436 al B7 1.2436 al B1 1.2436	Indiği gibi 929 Jah 929.25 Jah+PN 929.2 Jah+PN 929.2 Jah+PN 929.2 Jah+PN 929.2 Jah+PN 929.2 Jah+PN 929.2 Jah+PN 929.2 Jah+PN 929.2	Tarih 2 10.06.2008 10.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 12.06.2008 12.06.2008 12.06.2008 21.2.06.2008 21.2.06.2008	Yük 929,2t 929,2t 929,2t 929,2t 929,2t 929,2t 929,2t 929,2t 929,2t 929,2t	►I Calbrasyon	Carpan B 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1	AslangicZamari     0.06 2008 13:32 24     0.6 2008 13:32 24     0.6 2008 14:54:37     1.06 2008 01:23     1.06 2008 01:23     1.06 2008 13:34:53     1.06 2008 15:36:30     2.06 2008 01:10:44     2.06 2008 13:06:54     2.06 2008 13:06:54	BitisZamari 10.06.2008 1 10.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 12.06.2008 1 12.06.2008 1 12.06.2008 1 12.06.2008 1		ItemNo           ItemNo           1           2           3           4           5           6           7           8           9           10	Zaman 11 06 2008 09:02: 11 06 2008 09:02: 11 06 2008 09:02: 11 06 2008 09:02: 11 06 2008 09:02: 11 06 2008 09:02: 11 06 2008 09:02: 11 06 2008 09:02: 11 06 2008 09:02: 11 06 2008 09:02:	F 258 258 258 258 258 258 258 258 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18	C n(S.K.) 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0,
whin Testler I≪ estNo 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11	Aciiklama B1 1.2436 al B2 1.2436 is B3 1 2436 is B3 1 2436 is B3 1 2436 is B3 1.2436 is B3 1.2436 is B3 1.2436 is B3 1.2436 is B1 1.2436 is B1 1.2436 is	Indiği gibi 929 Iah 929,25 Iah+PN 929,2 Iah+PN 929,2 Iah+PN 929,2 Iah+PN 929,2 Iah+PN 929,2 Iah+PN 929,2 Iah+PN 929,2 Islah+PN 929,2 Islah+PN 929,2	Tanh 2 10.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008 5 12.06.2008 5 12.06.2008 5 12.06.2008 2 12.06.2008 2 12.06.2008 2 12.06.2008	Yük 929,22 929,22 929,22 929,22 929,22 929,22 929,22 929,22 929,22 929,22 929,22 929,22 929,22	►I Calibrasyon	Carpan B 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1		BitisZamari 10.06.2008 1 10.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 11.06.2008 1 12.06.2008 1 12.06.2008 1 12.06.2008 1 12.06.2008 1 13.06.2008 1		ItemNo           ItemNo           1           2           33           44           55           66           77           8           9           10           11	Zaman 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02: 11.06.2008 09:02:	F 258 258 258 258 258 258 258 258 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18	C* n(S.K.) 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0,
wh Testler I ≪ estNo 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11	Aciklama B1 1.2436 d B2 1.2436 te B3 1.2436 te B3 1.2436 te B3 1.2436 te B3 1.2436 te B3 1.2436 te B3 1.2436 te B3 1.2436 te B3 1.2436 te B1 1.2436 te B1 1.2436 te B1 1.2436 te	Indiği gibi 923 Iah 923.25 Iah PN 929.2 Iah PN 929.2 Iah PN 929.2 Iah PN 929.2 Iah PN 929.2 Iah PN 929.2 Iah PN 929.3 Iah PN 929.3 Iah PN 929.3 Iah PN 929.3	Tanh 210.06.2008 10.06.2008 511.06.2008 511.06.2008 511.06.2008 511.06.2008 512.06.2008 512.06.2008 512.06.2008 212.06.2008	Yük 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25 929,25	Calbratyon	Carpan 8 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1 0,21 1		BhtisZamani           10.06.2008 1           10.06.2008 1           11.06.2008 1           11.06.2008 1           12.06.2008 1           12.06.2008 1           12.06.2008 1           12.06.2008 1           13.06.2008 1	14 14 15 16 17 17 17 17 17 17 17 17 17 17	ItemNo           ItemNo           1           2           3           4           55           6           6           7           8           9           10           11           12	Zaman 11.06.2008 09.02: 11.06.	F 258 258 258 258 258 258 258 258 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 24,18 278,04 227,02 227,22	C* n(S.K.) 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0,
wh Testler I ◀ estNo 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 8	Aciklama B1 1.2436 al B2 1.2436 te B2 1.2436 te B3 1.2436	Indiği gibi 929 Jah 929,25 Jah PN 929,2 Jah  10.06.2008 11.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008 5 11.06.2008 5 12.06.2008 5 12.06.2008 2 12.06.2008 2 13.06.2008	Yuk 929.25 929.25 929.25 929.25 929.25 929.25 929.25 929.25 929.25 929.25 929.25 929.25	Calbrasyon	Carpan         B           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1           0,21         1	■ JalangicZanani         0.6 2008 13.32 24         0.6 2008 13.45 4.37         1.6 2008 03.02 23         1.06 2008 03.02 23         1.06 2008 11.33 46         1.06 2008 11.34 45         2.06 2008 09.18 55         2.06 2008 09.18 55         2.06 2008 13.05 54         2.06 2008 13.05 54         2.06 2008 13.05 54         2.06 2008 0.8 59 02         3.06 2008 08.59 02	BhizZamari 10.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 11.06.2008 11.2.06.2008 12.06.2008 12.06.2008 12.06.2008 12.06.2008		ItemNo           ItemNo           1           2           33           4           5           6           7           8           9           10           11           12	Zaman 11.06.2008 09.02: 11.06.	F 258 258 258 258 258 258 258 258 258 258	F(D.S.K.) 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 54,18 278,04 270,90 227,22	C n(S.K.) 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0	

Şekil 2.13. Aşınma Test Cihazı yazılımı ekran görüntüsü

#### 2.6 KAYNAK ARAŞTIRMASI

Literatürde plazma nitrürleme ve iyon implantasyonu ile ilgili çalışmalar incelenmiştir. Bu çalışmalar kapsamında yapılmış olan aşınma testleri de değerlendirilmiştir.

Saf Demir' in plazma nitrürleme işlemi sonucunda oluşan Demir nitrür tabakası ve yayınım bölgesi Lei [1997] tarafından araştırılmıştır. 150-450°C arasındaki 2 saatlik plazma nitrürleme işlemleri sonucunda sıcaklık arttıkça bileşen tabakası kalınlığı arttığı, XRD analizleri ile  $\varepsilon$ -Fe<sub>2</sub>N<sub>1-x</sub> ve  $\gamma$ ' Fe<sub>4</sub>N fazlarının varlığı tespit edilmiştir. Mikrosertlik ölçümlerinde ise malzeme sertliğinin üç kat arttığı görülmüştür.

 $\alpha$ -Fe' de,  $\gamma_N$  Ostenit veya S-fazı olarak da ifade edilen genişlemiş YMK kafes yapısı ile FeN<sub>x</sub> (x > 0,5) sertlikte artıştan sorumludur.  $\gamma_N$  fazı yanında hegzagonal paramanyetik ve/veya ferromanyetik  $\epsilon$ -FeN fazları veya kübik  $\gamma$ '' ve  $\gamma$ ''' nitrürleri de oluşabilir [Jiraskova 2001].

İmalat çeliği, nitrür çeliği, paslanmaz çelik ve takım çeliği numuneler üzerinde sabit basınçta ve gaz oranları, sıcaklık, süre değiştirilerek yapılan çalışmalarda düşük Karbon oranına (< %0,22) sahip imalat çeliğinde sadece  $\gamma$ ' fazı içeren belirgin bir bileşen tabakası oluşurken Karbon ve krom miktarının artışına bağlı olarak diğer numunelerde  $\varepsilon$ ve  $\gamma$ ' fazları ile birlikte CrN ve Cr<sub>2</sub>N fazlarının tespit edildiği Berg [2000] tarafından bildirilmiştir. Sertlik dağılımlarında ise imalat çeliği hariç diğer numunelerde yüzeyden 50µm derinliğe kadar olan bölgede 1000-1400 HV ölçülmüştür. Nitrürleme derinliği d = c +  $\sqrt{(D_e T)}$  ile ifade edilerek 525°C sıcaklıkta etkin yayınım katsayısı D<sub>e</sub>' nin 4 ile 374 x 10<sup>-14</sup> m<sup>2</sup>s<sup>-1</sup> aralığında bulunduğu bildirilmiştir. Burada T sıcaklık, c ise sabittir.

Nitrürlenme neticesinde sertlik artışını önemli oranda etkileyen alaşım elementleri Krom, Aluminyum ve Titanyumdur. Fe-Cr bileşenlerinde nitrür tabakasının oluşumunu inceleyen Alves Jr. [2000] sabit sıcaklık, basınç ve gaz oranlarında değişken süreler ile farklı Krom oranına sahip numuneler üzerindeki Plazma Nitrürleme deneylerinde Kromun Azot' a olan afinitesinin homojen dağılmış CrN çökeltilerinin oluşmasını desteklediği ve nitrürlenmiş bölgenin sertliğinin arttığını belirtilmiştir. Dolayısıyla,
krom içeriği, etki derinliğini düşürürken sertliği artırmaktadır. Plazma nitrürleme neticesinde oluşan nitrür bileşeni ve çökelti oluşum mekanizması sadece sıcaklığa değil aynı zamanda krom ve Azot' un katı eriyik içerisindeki aktivitelerine de bağlıdır. Krom, Azot' un Demir içerisindeki aktivitesini düşürerek çözünebilirliğini iyileştirir ve böylece katı eriyik içerisinde arayer Azot atomlarının yüksek konsantrasyona ulaşmasını destekler.

Plazma nitrürleme mekanizmasının, Fe<sub>4</sub>N içerisinden reaktif yayınım, Azot' un Demir içerisindeki yayınımı ve nitrür oluşturan alaşım elementleri ile reaktif yayınım şeklinde karmaşık bir yayınım işlemi içerdiği tespit edilmiştir [Skolowska 2001]. Skolowska'nın plazma nitrürleme deneylerinde, malzemenin (%99,9 Fe, %0,01 C) faz analizi sonucu 1 µm büyüklüğünde Fe<sub>4</sub>N yapısı oluştuğu, Demir' in kafes sabitinin değişmediği, dolayısıyla Azot' un katı eriyik oluşturmadığı görülmüştür. Plazma nitrürleme işlemindeki Azot potansiyeli (gaz içerisindeki aktif Azot miktarı) gaz nitrürleme işlemindekine göre daha az olmasına rağmen Fe<sub>4</sub>N tabakasının oluşması için gerekli sürenin daha kısa olduğu belirtilmiştir. Bilgisayar benzetimi neticesinde plazma nitrürlenmiş Demir malzeme yüzeyindeki Azot miktarının gözlemlenmiş termodinamik denge şartlarındaki duruma göre daha fazla olduğu, bu durumun sığ bir iyon implantasyonu ile açıklanabileceği ifade edilmiştir.

Plazma nitrürlenmiş çeliklerde nitrür tabakası oluşumuna işlem parametrelerinin etkilerini inceleyen Jeong [2001], AISI M2 takım çeliği numuneler üzerinde yapılan puls plazma nitrürleme deneylerinde artan basınç ile bileşen ve yayınım tabakalarının kalınlığının arttığını, 0,6 torr (79 Pa) altındaki basınçta bileşen tabakasının oluşmadığını, uyarılmış  $N_2^+$  /  $N_2$  oranının ve mikro boşluk miktarının artan işlem sıcaklığı ile yükseldiğini gözlemiştir.

AISI M2 takım çeliği üzerindeki plazma nitrürleme çalışmalarında Da Silva Rocha [1999] kalıntı gerilmelerin işlem parametreleri ile bağıntısını incelemiştir. Rocha'nın bildirdiğine göre bileşen ve yayınım tabakalarının XRD analizleri Mittemeijer [1984], Ehrentraut [1985], Somer [1991] ve Tietz [1984] tarafından yapılmış, sıcaklık ve gaz bileşimine ek olarak voltaj, akım, akım yoğunluğu, gaz basıncı ve puls-pause oranının bileşen ve yayınım tabakalarının yapısını etkilediği belirtilmiştir. 350°C-500°C aralığındaki Azotça zengin atmosferde yapılan deneylerde XRD sonucu %100 ε-nitrür tabakası elde edildiği görülmüştür. Artan sıcaklık ile yayınım tabakasındaki kalıntı bası gerilmelerinin arttığı belirtilmiştir. Bileşen tabakasında ise 350°C'de kalıntı bası gerilmeleri oluştuğu, artan sıcaklık ile bu etkinin çekme gerilmesine dönüştüğü tespit edilmiştir. Bu durum ε-nitrür tabakası oluşması ile açıklanmıştır.

Nitrürlenmiş parçaların özellikleri bileşen tabakasındaki fazlara ve yayınım tabakasındaki mikroyapı şekline sıkı sıkıya bağlıdır. Zhong [2003], 40Cr, 25Cr2MoV ve 38CrMoAl çelik numuneler üzerinde amonyak gazı kullanarak yaptığı plazma nitrürleme deneylerinde bileşen tabakasında büyük oranda  $\gamma$ '-nitrür fazı tespit etmiştir. Azot' un,  $\gamma$ '-nitrür fazı içindeki çözünebilirliği %5,30-5,75 iken  $\varepsilon$ -nitrür fazında bu oran %4,55-11,0 aralığındadır. Tane sınırları boyunca yerleşen çökelti nitrürler Cr<sub>2</sub>N ve CrMoN<sub>x</sub> ile çökelti fazları  $\alpha$ ''-Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> ve CrN tespit edilmiştir. Yayınım tabakasında tespit edilen nitrür çökeltileri  $\alpha$ ''-Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub>,  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N, CrN, Cr<sub>2</sub>N, CrMoN<sub>x</sub>, MoN, (Cr,Mo)<sub>2</sub> (C,N) yapılarıdır.

34CrAlNi7 numuneler üzerinde 400 ve 500°C sıcaklıklarda yapılan plazma nitrürleme işleminde Blawert [1998], XRD paterninde güçlü ε-Fe<sub>2-3</sub>N pikleri gözlemlendiğini belirtmiştir. Aşınma dayanımının arttığı, 500°C' deki testte bileşen ve yayınım tabaka kalınlıklarının daha fazla olduğu ifade edilmiştir.

D2 ve H13 takım çeliklerinden mamul sıcak hadde yassı çelik üretim tesisi bileşenlerinde plazma nitrürlemenin servis ömrüne etkisini inceleyen Devi [1998] H13 çeliğinde 2 kat, D2 çeliğinde ise yaklaşık 7 kat ömür artışı elde edildiğini belirtmiştir. Düşük sıcaklıkta yapılan plazma nitrürlemenin, uzun nitrürleme süresine rağmen bileşen tabakasının oluşumunu sınırlandırdığı bildirilmiştir. Tüm numunelerde yüzey sertliklerinin ise 1100-1400 HV0,1 aralığında ölçüldüğü belirtilmiştir. D2 çeliğinde, nitrürleme sıcaklığı ve süresinden bağımsız bir şekilde bileşen tabakasında  $\varepsilon$  ve  $\gamma$ '-nitrür fazlarının karışık halde olduğu bildirilmiştir. Ayrıca  $\varepsilon$ -nitrür fazındaki Azot konsantrasyonunu formülize etmiş, plazma şartlarına bağlı olarak  $\varepsilon$  fazındaki azalış ve  $\gamma$ ' fazındaki artışın  $\varepsilon$  fazındaki Azot konsantrasyonu ile ilişkili olduğu belirtilmiştir. Ayrıca, yüksek nitrürleme sıcaklığında Azot' un matris malzemeye daha hızlı yayındığı ve böylece ε-nitrür fazındaki Azot konsantrasyonunun azalarak kafesin büzülmesine sebep olduğu bilinmektedir Borgioli [2002].

AISI 5140 numuneler üzerinde yapılan çeşitli plazma nitrürleme çalışmalarında Alsaran [2001] işlem parametrelerini, yapısal değişimleri, mekanik ve tribolojik özellikleri incelemiştir. Değişik işlem şartlarında (süre, sıcaklık ve  $N_2$ : $H_2$  gaz oranı) plazma nitrürlenen numunelerde artan sıcaklık ve gaz oranı ile  $\gamma$ '-nitrür fazının yoğunluğunun artarken  $\varepsilon$ -nitrür fazının azaldığı tespit edilmiştir. Aynı deneysel çalışmaya bağlı olarak eğilmeli burulma yorulma test cihazında numunelerin yorulma dayanımları inceleyen Alsaran [2002], AISI 5140 çeliğin yorulma dayanımının %25 - 45 oranında arttığı ifade etmiştir. Nitrürleme derinliği arttıkça yorulma dayanımının arttığı, en yüksek nitrürleme derinliğinin 550°C sıcaklık, 12 saat süre ve 0,33 N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> gaz oranında elde edildiği belirtilmiştir. Aynı çeliğin sabit süre ve sıcaklıkta değişik gaz karışımlarında (N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, Ar) plazma nitrürleme davranışını inceleyen Karakan ve Alsaran [2003], bileşen tabakasında  $\varepsilon$  ve  $\gamma$ '-nitrür fazlarının varlığını XRD paterninde göstermişler, argonca zengin karışımda  $\varepsilon$  fazının sınırlı oluştuğunu belirtmişlerdir.

Yine Alsaran [2005] AISI 5140 çeliğinin dubleks işlem sonrasında mekanik, yapısal ve tribolojik özelliklerini incelediği çalışmasında numuneler  $450^{\circ}$ C'de 12 saat süre ile %5-95 N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> gaz oranında nitrürlenmiş, 2,5-3µm kalınlığında TiN PVD film kaplanmıştır. Tribolojik testler 5mm çaplı tungsten-karbür bilye kullanılarak 141 metre boyunca pin-on-disk aparatında gerçekleştirilmiştir. Dubleks işlem neticesinde tribolojik özelliklerin, sadece PVD veya plazma nitrürlemeye oranla çok daha iyi olduğu, TiN kaplama öncesi yapılan plazma nitrürlemenin TiN fazının tercihli oryantasyonunu etkilediği, dubleks işlem neticesinde TiN yapısının küçük taneli, sütunsal ve yüksek yoğunluklu olduğu, en az aşınma oranının  $\gamma$ ' fazınca zengin dubleks işlemli numunelerde gözlemlendiği ifade edilmiştir.

AISI 5140 çeliği kullanarak yapılan çalışmalarda Karaoğlu [2003] tarafından optimum nitrür çökeltilerinin büyüklüğü ve yoğunluğunun 4 saat süre ile 500°C'de yapılan plazma nitrürleme ile elde edildiği, aşınma dayanımının önemli oranda iyileştiği,

550°C'de yapılan işlem sonucu oluşan  $\varepsilon$  ve  $\gamma$ ' fazları karışımının çok kırılgan olup aşınma testi sırasında kırılan beyaz tabaka nedeni ile aşınma karakterinin adeziften abrasife döndüğü ifade edilmiştir.

AISI 8620 çeliğinin değişik işlem şartlarında plazma nitrürlenmesi neticesinde en yüksek yüzey sertliğinin 500°C ve 8 saat ile elde edildiği, 600°C'deki deneylerde bileşen tabakası boyunca Braunit (Fe<sub>4</sub>N ve ferritin ötektoid karışımı) oluştuğu bildirilmiştir Çelik [2001].

AISI 4140 ve A355 çeliklerinin plazma nitrürleme neticesinde aşınma dayanımlarını araştıran Podgornik [2001], 540°C'de 17 saat süre ile %0,6 - 99,4 N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> gaz oranında nitrürlenmiş numuneleri, sertleştirilmiş O2 çeliği kullanarak pin-on-disk cihazında aşınma testine tabi tutmuştur. Her iki numunede beyaz tabakanın 1µm'den küçük olduğu, yüzeydeki artık bası gerilmelerinin 200 - 250 MPa aralığında ölçüldüğü, Al içeriğinden dolayı A355 çeliğinin yüzey sertliğinin 100 HV daha yüksek olduğu, yüzey pürüzlülüğünün R<sub>a</sub>=0,35 µm'den R<sub>a</sub>=0,65 ve 0,61 µm'ye değiştiğini ve 2000 metre boyunca yapılan aşınma testinde A355 çeliğinin mükemmel abrasif dayanım gösterdiği ifade edilmiştir.

Gaz ve plazma nitrürlenmiş 41CrAlMo7 çeliğinin termal yorulma dayanımını araştıran Pellizzari [2003] yorulma test aparatını, sürekli dönen numunenin bir yüzeyi indüksiyon ile ısıtılırken diğer yüzeyi soğuk olacak şekilde tasarlamıştır. Gaz nitrürlenmiş numunede porozitenin düşük enerjili N atomlarına bağlı olarak yüksek olduğu, yayınım tabakası ara yüzeyinde termal çatlaklar oluştuğu, plazma nitrürlenmiş numunelerde ise çok ince olan beyaz tabakada porozite gözlenmediği  $\varepsilon$  ve  $\gamma$ ' fazlarının XRD ile tespit edildiği ve termal çatlak oluşmadığı bildirilmiştir.

Paslanmaz çeliklerde de tercih edilen bir uygulama olan plazma nitrürleme, korozyon davranışını etkilemeden aşınma dayanımını iyileştirmektedir. Feugeas [2003] AISI 304 numunelerde yaptığı çalışmada işlem başladıktan 42 dakika sonra CrN ve  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N fazlarının görülmeye başladığını, ayrıca başlangıçta oluşan bir ara fazın XRD paterninde 32 dakikada en yüksek değere ulaştıktan sonra azalarak 86 dakika sonra

ortadan kaybolduğunu belirtmiştir. Bu fazın yerini kararlı CrN ve  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N fazları almıştır. Feugeas'ın bildirdiğine göre Blawert [1998] ve Priest [1999] bu ara fazın Azot atomlarının  $\gamma$ -Fe matris içindeki yayınımı ile oluşan Azot aşırı doymuş Ostenit yapısı ( $\gamma_N$ ) olduğunu ileri sürmüşler, uzun plazma nitrürleme süresi sonunda Azot konsantrasyonunun iç bölgelerde artması ile Azot' un Cr ve Fe' e yapışarak CrN ve  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N oluşturduğunu ifade etmişlerdir.

Fe(Mo) bazlı alaşımların amonyak/Hidrojen atmosferinde temperlenmesinin çeşitli bileşen, yapı ve morfolojilerde Molibden nitrür çökeltileri oluşturduğu bilinmektedir. Isheim'ın (2001) 550°C' de 24 saat ve 600°C' de 10 saat süre ile %10NH<sub>3</sub> + %90H<sub>2</sub> gaz karışımında plazma nitrürleme işlemi uyguladığı numuneleri APFIM (atom-probe fieldion) ve TEM analizleri ile nanometre altı çözünürlükte incelemiştir. 550°C' deki işlemde sadece yaklaşık 20 nm çapında ince düzlemsel çökelti yapısı tespit edilmişken 600°C' deki işlem sonrasında bu yapıya ek olarak kaba düzlemsel (0,1–1 µm çap, 2–10 nm kalınlık) ve küresel (20–30 nm çap) çökeltiler gözlemlenmiştir. Tüm bu çökeltilerin kübik Mo<sub>3</sub>N<sub>2</sub> ve tetragonal Mo<sub>2</sub>N bileşimlerine karşılık geldiği ifade edilmiştir. Ayrıca, ince düzlemsel çökeltilerin yüksek sıcaklıktaki plazma nitrürleme sonrası, kalınlıkları artmadığı halde 50 kat gibi büyük oranlarda genişlediği belirtilmiştir.

İmplantasyon yapılan yüzeylerin sertlik, sürtünme katsayısı, aşınma ve korozyon özelliklerini etkileyen parametrelerin iyon cins, enerji ve doz ve akısına bağlı olduğu bilinmektedir. H13 sıcak iş takım çeliği üzerine yapılan 3 – 9 x 10<sup>17</sup> iyon /cm<sup>2</sup> dozlarında Ti, Ta, C, Co, Mo ve V implantasyonlarında aşınma oranı ve sürtünme katsayısı Tonghe [2000] tarafından incelenmiştir. İmplantasyon sonrası 10–30 nm çapında birçok nano faz oluştuğu ve bunların yüzeye dik olarak 30–320 nm uzunluğunda bulunduğu TEM incelemeleri sonucu tespit edilmiştir. İmplantasyon sırasında sıcaklığın zamana bağlı olarak artış gösterdiği ancak 100–150 dakika aralığında sabit konuma ulaşarak 150°C civarında kaldığı bildirilmiştir.

Plazma nitrürleme ve iyon implantasyonunun avantajlarına sahip PIII metodu ile D2 soğuk iş takım çeliğinin Azot ve Karbon implantasyonu neticesinde aşınma özelliklerini Thorwarth [2000] araştırmıştır. 0,7–1,4 GPa temas basıncı altında osilasyonlu ball-ondisk aparatında Azot implantasyonu neticesinde abrazif aşınma dayanımının mükemmel olduğu, Karbon implantasyonunun ise sürtünme katsayısını düşürmesine rağmen abrazif aşınma özelliklerini kötüleştirdiği ifade edilmiştir. Optimum sonuçların 6 x 10<sup>17</sup> iyon/cm<sup>2</sup> Azot dozunu takiben yapılan 1,8 10<sup>18</sup> iyon/cm<sup>2</sup> Karbon dozu ile 350°C işlem sıcaklığında elde edildiği bildirilmiştir.

Azot, Karbon aktivitesini ve yayınımını artırır. Çeşitli oranlarda Azot/metan karışımı ile X5 CrNi 18 9 çeliğinin PIII işlemi neticesinde Azotça zengin plazma altında CrN yapısı baskın iken Karbonca zengin şartlarda Fe<sub>2</sub>C, Fe<sub>3</sub>C ve Fe<sub>5</sub>C<sub>2</sub> yapıları gözlenmiştir. Azotça genişletilmiş Ostenit yapısının altında Karbon' un genişlettiği Ostenit yapısı elde edilmiştir. Karbon' un daha hızlı yayınması nedeni ile GDOS analizinde karbon profili 10  $\mu$ m' ye kadar iken Azot profilinin 6  $\mu$ m' ye kadar olduğu görülmüştür [Blawert 2000].

Saf Krom, Molibden ve Tungsten numunelerin muhtelif dozlarda Azot implantasyonu neticesinde mikrosertlik değerlerinin ortalama 2 kat arttığı, sürtünme katsayısının düştüğü (Krom ve Molibden' de 0,9 dan 0,6 ya, Tungsten' de 0,7 den 0,4 e) belirtilmiştir. 1N yük altında <sup>1</sup>/<sub>2</sub>" çaplı Co-WC bilya kullanılan ball-on-disk aparatında 0,07 m/s hızla yapılan aşınma testlerinde 1 x  $10^{18}$  iyon/cm<sup>2</sup> dozundaki numunelerde aşınma izinin azaldığı, dolayısıyla ihmal edilebilir aşınma olduğu gözlenmiştir [Martinez 2003].

Azot/metal oranı 1 olan CrN, TiN gibi geçiş elementlerinin nitrürleri yüksek sertlikleri dolayısıyla aşınma dayanımı amacı ile yaygın olarak kullanılmaktadır. PVD yöntemleri ile üretilen Mo<sub>2</sub>N ve MoN yapılarının ise tribolojik ve katalitik özellikleri nedeni ile ilgi çekici olduğu Mandle [2005] tarafından ifade edilmiştir. Saf Molibden' in PIII yöntemi ile  $1,7 - 3,3 \times 10^{18}$  iyon/cm<sup>2</sup> dozlarında Azot implantasyonu neticesinde yüzeyde MoN tabakası oluştuğu, 580°C civarında c-Mo<sub>2</sub>N' ün t-Mo<sub>2</sub>N' e dönüştüğünü ve yüksek implantasyon sıcaklığında yeterince uzun işlem süresinde yüzeyde kalın bir Mo<sub>2</sub>N tabakası oluşabileceği belirtilmiştir.

Ostenitik paslanmaz çeliklerin Karbon ve Azot implantasyonları ile ilgili birçok araştırma mevcuttur. Bu arayer atomları ile implantasyon neticesinde nitrür, karbür,  $\alpha$ -Demir XRD' de düşük açılarda pikleri görülen bazı fazlar oluştuğu bilinmektedir. Bu fazlar kafes parametrelerini genişlettiği için genişlemiş Ostenit fazı olarak tanımlanmaktadır. Mottu [2002, 2004], AISI 316 Ostenitik paslanmaz çeliğe 1x10<sup>15</sup> ve 3,5x10<sup>16</sup> iyon/cm<sup>2</sup> aralığında Mo implantasyonu yapmış ve yapısal değişimleri incelemiştir. 4x10<sup>15</sup> doza kadar olan deneylerde Mo, kafes parametrelerini artırmıştır. 6x10<sup>15</sup> dozdan itibaren 200, 220 ve 311 kırınım piklerinin ikiye ayrıldığı ve bu durumun Ostenit kafesinin tetragonal deformasyonu ile açıklanabileceği belirtilmiştir. 1,5x10<sup>16</sup> dozdan itibaren ise Mo implantasyonu sonucu yeni bir  $\alpha$ ' ferritik yapının meydana geldiği, bu durumun, paslanmaz çeliğe Mo ilavesinin ferrit fazı oluşumunu artırdığı (Schaeffler<sup>1</sup> diyagramı) bilindiğinden dolayı, sürpriz olmadığı ifade edilmiştir. 1,5x10<sup>16</sup> doz ve yukarısında implantasyonlu tabakanın amorfizasyonunun görünür hale geldiği bildirilmiştir.

WC-TiC-Co semente karbür numunelerin PIII cihazında Azot, Mo, Mo+W implantasyonu neticesinde yüzey sertliğinin %150–250 oranında arttığı, Mo ve W implantasyonu ile bu artışın en yüksek seviyede olduğu Fu [2005] tarafından ifade edilmiştir. 5mm krom çeliği bilye kullanılarak gerçekleştirilen ball-on-disk testinde implantasyon sonrası sürtünme katsayısının test boyunca yaklaşık sabit kaldığı ve orijinal numuneye göre daha düşük olduğu belirtilmiştir. XPS sonuçları, WC-TiC tanelerinde yeni karbür ve nitrür fazları oluştuğunu, bunların tanelerin içerisine gömülmüş halde katı-hal çökelti fazları veya nano kümeler şeklinde bulunduğunu göstermektedir.

İmplantasyon yapılmış malzemelerin ısıl kararlılığı ile ilgili araştırmalar yetersizdir. H13 çeliğinin Mo implantasyonunu takiben temperleme davranışını inceleyen Jianhua [2005], 220°C' deki implantasyon sonrasında 350 ve 600°C' de temperleme işlemi gerçekleştirmiştir. Mo implantasyonu sonucu yüzeyde oluşan amorf tabakanın sürtünme

<sup>1)</sup> Özellikle yüksek alaşımlı çeliklerin kaynağında kaynak bölgesinin ferrit içeriğini belirlemede kullanılan Schaeffler Diagramı, faz bölgeleri ve izoferrit çizgilerinden oluşmaktadır.

katsayısını düşürdüğü, yüksek dozlu implantasyonda  $Mo_2C$  oluştuğu belirtilmiştir.  $350^{\circ}C'$  deki temperlemenin amorf tabakayı kırarak sürtünme katsayısı artırdığı ancak aşınma dayanımının  $Mo_2C$  oluşumuna yakından bağlı olduğu ve yüksek temperleme sıcaklığında  $Mo_2C'$  ün büyüyerek aşınma performansını tersine çevirdiği ifade edilmiştir.

Farklı mikro yapılara haiz 52100 ve 1080 çelik numunelerde pin-on-ring aparatında yapılan testlerde şiddetli aşınma şartlarında yüksek sertlikteki orijinal yapının daha iyi aşınma dayanımı göstermediği ve lamel yapılı perlitin martenzit yapıdan daha yüksek aşınma dayanımına sahip olduğu belirtilmiştir. Farklı mikro yapılar için aşınma dayanımları arasındaki fark sürtünme ısısına, plastik deformasyona ve mikro çatlak yayınımına karşı olan kararlılıklarına bağlıdır. Aşınma deneyleri Φ40x10 mm WC-%8Co ring üzerinde 10x4x20 mm pin deney numuneleri kullanılarak 20-140 N yük ve 0,6-2,4 m/s kayma hızlarında gerçekleştirilmiştir Wang [1999].

AISI 4140 çeliğin aşınma davranışını incelediği çalışmasında Podgornik [1999], farklı şartlarda plazma ve puls plazma nitrürleme işlemi uyguladığı numunelere O2 çeliğinden mamul disk üzerinde aşınma testleri gerçekleştirmiştir. Nitrürlemenin aşınmayı bir miktar azalttığı, kalın bileşen tabakasına sahip numunelerde aşınmanın arttığı, bu durumun gevrek yapıdan dolayı test başlangıcında tabakanın kırılması nedeni ile sert abrazif parçacıklar yüzünden olduğu ifade edilmiştir.

MEVVA iyon implantasyon ünitesinde Zr implantasyonu yapılan D3 takım çeliğinin yüzey aşınması, sürtünme ve sertlik özellikleri Akbaş [2002] tarafından incelenmiştir. Aşınma testleri  $\Phi$ 6mm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilye kullanılarak pin-on-disk cihazı ile 1 N yük ve 0,02 m/s hızında kuru sürtünme şartlarında gerçekleştirilmiştir. 0,36-1x10<sup>17</sup> iyon/cm<sup>2</sup> arasında üç farklı dozdaki implantasyon neticesinde sürtünme katsayısının orijinal numuneye göre önemli bir değişim göstermediği ancak en yüksek doza sahip numunenin en yüksek aşınma dayanımına sahip ve en sert olduğu bildirilmiştir.

Dişli veya kam uygulamalarındaki temas şartlarına uygun olarak aşınma testleri uygulanan 42CrAlMo7 çeliğinde 485 ve 890 Mpa max. Hertz temas basıncı altında

sürtünme ve aşınma özellikleri incelenmiştir. Plazma nitrürleme, gaz nitrürleme ve gaz nitrürleme + oksidasyon işlemleri yapılan üç numune ikiz-disk test cihazında temas noktası kayma hızı 0,178 m/s hızla dönerken sürtünme katsayısı kaydedilmiştir. En yüksek sürtünme katsayısı ve aşınma gaz nitrürlenmiş numunede gözlenirken en düşük sürtünme katsayısı ve aşınma değerlerinin oksidasyonlu numunede gerçekleştiği bildirilmiştir [Straffelini 2002].

Form kalıplarında plazma nitrürlemenin, PVD kaplanmış yüzeyin aşınma dayanımı ve yük taşıma kapasitesine etkisini inceleyen Podgornik [2003], Vanadis 4 toz metalurjisi çelik numunelere 60 µm kalınlığında yayınım tabakasına haiz, 2 µm kalınlıkta  $\gamma$ fazında bileşen tabakalı ve bileşen tabakasız olacak şekilde plazma nitrürleme işlemleri uygulamıştır. Daha sonra bu numunelere 2 µm kalınlığında TiN, TiB<sub>2</sub>, TaC ve DLC kaplama yapılmıştır. En yüksek Hertz temas basıncı (P<sub>max</sub>) 2,1–6,2 GPa aralığında ve 0,01 m/s kayma hızında sert çelik (850 HV) ve paslanmaz çelik (350 HV) bilyeler ile aşınma testleri uygulanmıştır. Bileşen tabakasız plazma nitrürleme işleminin, kaplama ile olan adezyonu, yük taşıma kapasitesini ve aşınma dayanımını artırdığı belirtilmiştir. Ayrıca, TiN ve TiB<sub>2</sub> kaplamaların en iyi aşınma dayanımına sahip olduğu ancak kırılgan ve karşı yüzeyden malzeme kazanmaya yüksek eğilimli olduğu, DLC kaplamanın mükemmel yapışmama özelliği nedeni ile form kalıplarında en iyi çözüm olduğu ifade edilmiştir.

AISI 316 paslanmaz çeliğin 3  $\mu$ m kalınlığında CrN PVD kaplanmasını takiben yapılan Zr implantasyonunda sürtünme katsayısının önemli oranda bir değişim göstermediği ancak 1x10<sup>17</sup> iyon/cm<sup>2</sup> doz için optimum sonuç elde edildiği Purushotham [2004] tarafından ifade edilmiştir.  $\Phi$ 6mm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilye ile 3,7 N yük altında (iz çapı 14 mm) yapılan aşınma deneylerinde 6x10<sup>16</sup> iyon/cm<sup>2</sup> doza kadar olan implantasyonun aşınma oranını etkilemediği, 8x10<sup>16</sup> iyon/cm<sup>2</sup> dozun implantasyonsuz duruma göre aşınma dayanımını artırdığı fakat artan doz ile aşınma oranını ve yüzey pürüzlülüğünün de arttığı bildirilmiştir.

## **3. MATERYAL VE YÖNTEM**

## 3.1. MATERYAL

Deneysel çalışmalarda kullanılmak üzere temin edilen 1.2379 ve 1.2436 çeliklerinin kimyasal bileşimleri aşağıdaki gibidir:

Çizelge 3.1. Numunelerin kimyasal bileşimleri.

ne	DIN	AISI	С	Si	Mn	Cr	Mo	V	W
alzen	1.2379	D2	1,55	0,30	0,30	11,00	0,75	0,75	-
Μ	1.2436	D6	2,10	0,25	0,30	11,50	-	-	0,70

Her iki malzeme için de Böhler firmasının kataloglarında yoğunluk 7,70 g/cm<sup>3</sup> olarak belirtilmiştir. Poisson oranı ise 0,29 olarak kabul edilmiştir. Malzemeler yuvarlak kesitli, 1.2379 için  $\varphi$ 30mm çapında, 1.2436 için ise  $\varphi$ 25mm çapında temin edilmiştir. Malzemeler CNC tornada 4mm kalınlığında kestirilmiştir.

Aşınma test cihazında aşındırıcı olarak tungsten karbür bilyeler kullanılmıştır. Tungsten karbür bilyelerin özellikleri Çizelge 3.2' de verilmiştir. Grade 25 için küresellik 0,000635 mm, çap toleransı 0,00254 mm dir.

Tungsten karbür	%93,5 - %94,5
Kobalt	%5,5 - %6,5
Çap	5mm
Grade	25
Çekme dayanımı	1517 MPa
Basma dayanımı	5171-5447 MPa
Elastiklik Modülü	~ 634 - 641 GPa
Poisson oranı	0,26
Yoğunluk	14,95 gr/cm <sup>3</sup>

Çizelge 3.2. Tungsten karbür bilye özellikleri

#### 3.2.1. Isıl Işlemler

Deneysel çalışmalarda kullanılan çelik numuneler, Çizelge 3.3' de verildiği şekliyle kodlandırılmışlardır. Genel olarak 1.2379 (D2) çeliği A, 1.2436 (D6) çeliği B şeklinde kodlanmıştır.

1.2379	1.2436	İslem	İslem Parametreleri
(D2)	( <b>D6</b> )	işicili	ișiciii i ul unicii cici î
A.1	B.1	Alındığı gibi	-
A.2	B.2	Islah edilmiş	-
A.3	B.3	PN	500°C 150Pa 4 saat
A.4	B.4	PN	500°C 150Pa 7 saat
A.5	B.5	PN	500°C 150Pa 10 saat
A.6	B.6	PN	500°C 450Pa 4 saat
A.7	B.7	PN	500°C 450Pa 7 saat
A.8	B.8	PN	500°C 450Pa 10 saat
A.9	B.9	PN	500°C 800Pa 4 saat
A.10	B.10	PN	500°C 800Pa 7 saat
A.11	B.11	PN	500°C 800Pa 10 saat
A.A	B.A	П	Mo iyon $8 \times 10^{15}$ iyon/cm <sup>2</sup>
A.C	B.C	П	Mo iyon $5 \times 10^{16}$ iyon/cm <sup>2</sup>
A.B	B.B	İİ + PN	x.A + x.7
A.D	B.D	İİ + PN	x.C + x.7
A.P	B.P	PN + İİ	x.7 + x.A
A.C	B.Q	PN + İİ	x.7 + x.C

Çizelge 3.3. Numune kodları.

PN : Plazma Nitürleme

İİ : İyon İmplantasyonu

Takım çeliği numunelere, temperleme diyagramları göz önünde bulundurularak ıslah işlemi uygulanmıştır. A ve B numunelerinin Karbon içeriklerine bağlı olarak Demir-Karbon diyagramındaki yerleri Şekil 3.1' de gösterilmiştir. Su verme ve temperleme işlemleri ile ilgili sıcaklık-soğuma diyagramları ise şekil 3.2' de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Demir-Karbon Denge Diyagramı.

Islah edilen numunelerin her iki yüzeyine de yüzey pürüzlülüğü  $R_a < 0,350$  olacak şekilde satıh taşlama işlemi uygulanmış, bunu takiben lepleme yapılarak  $R_a < 0,085$  elde edilmiştir. Son olarak numunelerin bir yüzeyi  $R_a < 0,080$  olacak şekilde 0,05µm alümina ile parlatılmıştır.



Şekil 3.2. Numune A (a) ve B (b) için su verme ve temperleme işlemleri

Islah işlemi sonrası malzemelerin teslim sertlikleri 1.2379 için 60-62 HRc, 1.2436 için ise 58-60 HRc' dir.

## 3.2.2. Plazma Nitrürleme

Plazma nitrürleme işlem sıcaklığı genel olarak 420-540°C aralığında gerçekleştirilmektedir. Sıcaklık arttıkça yayınımın hızlandığı ve bileşen tabakası kalınlığının arttığı literatürden bilinmektedir [Blawert 1998, Berg 2000]. Takım çeliklerinin plazma nitrürlenmesi, kullanım yerlerine bağlı olarak ıslah işleminden sonra

gerçekleştirildiğinden dolayı malzemenin temperleme diyagramı dikkate alınmalıdır. Plazma nitrürleme sıcaklığına bağlı olarak çekirdek sertliği düşebileceğinden uygun işlem sıcaklıkları tespit edilmelidir. 1.2379 ve 1.2436 çelikleri bu amaca uygun olarak 520°C' nin üzerinde temperlenmiş ve plazma nitrürleme işlemleri 500°C sabit sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir.

İşlem basıncı için ideal bir değer yoktur. Malzeme cins ve geometrisine bağlı olarak 130-1300 Pa (1-10 torr) aralığında seçilebilir [ASM Volume 4]. Basınç çok düşük ise malzeme etrafında oluşan plazma bulanık olur, yüzeyi net olarak kaplamaz ve nitrürleme mekanizması etkin değildir. Çok yüksek basınçlarda ise yüzeyde oluşan plazma ışınımı gidip gelebilir. Yüzeyde plazma oluşmadığında nitrürleme işlemi de duraklar. Deneysel çalışma üç farklı basınç ve zaman şartlarında gerçekleştirilmiştir. Çizelge 3.3' de belirtildiği gibi 1,5, 4,5 ve 8 mbar mutlak basınç altında 4, 7 ve 10 saat süre ile işlem yapılmıştır. Plazma nitrürleme cihazı soğuk cidarlı DC-sabit plazma ünitesi olup gaz olarak amonyak (NH<sub>3</sub>) kullanılmaktadır. Amonyak gazının plazma ortamında bozunması ve  $\alpha$ -Fe ile reaksiyonu aşağıdaki gibidir:

$NH_3 \longrightarrow$	$NH_2 + H^+ + e$	+ 1656,089 kJ/mol (500°C' de)
$NH_2 \longrightarrow$	$NH + H^+ + e$	+ 1582,163 kJ/mol (500°C' de)
NH →	$NH^+ + e$	+ 1242,472 kJ/mol (500°C' de)
$\mathrm{NH}^+ \longrightarrow$	$N + H^+$	+ 334,674 kJ/mol (500°C' de)
N►	$N^+ + e$	+ 1381,511 kJ/mol (500°C' de)
$N_2 \longrightarrow$	$N_2^{+} + e$	+ 1481,956 kJ/mol (500°C' de)
$N_2^+ \longrightarrow$	$N + N^+$	+ 749,509 kJ/mol ( $500^{\circ}$ C' de)
$2Fe_{\alpha} + N$ —	$\rightarrow$ Fe <sub>2</sub> N	- 390,271 kJ/mol (500°C' de)
$4Fe_{\alpha} + N$ —	→ Fe <sub>4</sub> N	- 396,890 kJ/mol (500°C' de)

Plazma nitrürlenmiş her numuneden bir adet aşınma testi, bir adet de sertlik dağılımı için olmak üzere ikişer adedi bakalite alınmıştır.

#### 3.2.3. İyon İmplantasyonu

İyon implantasyonu, malzeme yüzeylerinin mekanik, fiziksel ve kimyasal özelliklerinin iyileştirilmesi amacı ile kullanılan ve önemli avantajlara sahip gelişmiş bir yüzey işlemidir. Gaz ve metal iyonları  $10^{15} - 10^{18}$  iyon/cm<sup>2</sup> dozlarında implante edilmektedir. Azot implantasyonu yaygın olarak kullanılmaktadır. Bunun sebebi, gaz iyonları ışın demetinin daha kolay elde edilebilmesi ve çelikten mamul bir çok parçanın nitrür oluşturan elementler içermesi nedeniyledir. Bunun yanında metal iyon implantasyonu uygulamaları sınırlı kalmıştır.

Metal iyon implantasyonunun avantajları: 1) İstenen elementin malzeme yüzeyine implantasyonu neticesinde faz diyagramları ile tahmin edilemeyen alaşımların oluşturulabilmesi, 2) düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesi, 3) ölçülerin ve yüzey pürüzlülüğün değişmemesi, 4) etki derinliğinin kontrol edilebilmesi, 5) yüksek verim ve tekrarlanabilirlik [Sharkeev 1999]. MEVVA (Metal Vapor Vacuum Ark) metal iyon kaynaklarının geliştirilmesi ile birlikte metal iyon implantasyonu uygulamaları yaygınlaşmıştır.

Molibden implantasyonunun bazı malzemelerin aşınma dayanımını artırdığı ancak implantasyon tabakasının ısıl kararlılığının şüpheli olduğu Jianhua [2005] tarafından belirtilmiştir. Diğer yandan çeliklere Molibden implantasyonunun sertliği artırdığı, korozyon dayanımını iyileştirdiği ve sürtünme katsayısını düşürdüğü Sharkeev [1999] tarafından ifade edilmiştir.

Numunelere Molibden implantasyonu yapılmıştır. Molibden metali periyodik tabloda altı numaralı grupta ve beşinci periyotta yer almaktadır. Molibden, Karbon ve Azotun özellikleri Çizelge 3.4'deki gibidir:

Adı	Molibden	Karbon	Azot
Sembol	Мо	C	Ν
Atom numarası	42	6	7
Atom ağırlığı	95,94	12,0107	14,0067
Atom yarıçapı	0,1386nm KN=12	0,078nm	0,074nm
Kristal yapısı	HMK a <sub>o</sub> =0,3147nm	Kübik	Hegzagonal
Yoğunluk	$10,22 \text{ g/cm}^3$	$3,51 \text{ g/cm}^3$	0,00117 g/cm <sup>3</sup>
Ergime sıcaklığı	2620 °C	3550 °C	-210,1 °C
Elektron dağılımı	$\frac{1s^22s^22p^63s^23p^63d^{10}}{4s^24p^64d^55s^1}$	$1s^22s^22p^2$	$1s^22s^22p^3$
İyonizasyon enerjisi	7,0924 eV	11,2603 eV	14,5341 eV

*Çizelge 3.4.Mo,C ve N özellikleri [Pierson 1996].* 

Molibden implantasyonları ANSTO' da (Australian Nuclear Science and Technology Organisation) gerçekleştirilmiştir. İyon implantasyon cihazı MEVVA olup ekstraksiyon voltajı 40kV, iyon demeti akımı 20-100mA ve puls frekansı <20Hz olduğu bildirilmiştir. Molibden iyon yükü dağılımı Çizelge 3.5' de görülmektedir.

Çizelge 3.5. Mo iyon dağılımı

İyon Cinsi	Dağılım
Mo <sup>+</sup>	%2
Mo <sup>2+</sup>	%21
Mo <sup>3+</sup>	%49
Mo <sup>4+</sup>	%25
Mo <sup>5+</sup>	%3

40kV ekstraksiyon voltajı altında Molibden için ortalama iyon enerjisi 120keV' dir. İyon dozları  $8x10^{15}$  ve  $5x10^{16}$  iyon/cm<sup>2</sup> olacak şekilde implantasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. 3.2.4. Sertlik Ölçümleri

Sertlik ölçümleri 10 gram yük kullanılarak Vickers yöntemi ile yapılmıştır. Sertlik dağılımı ölçümleri sadece plazma nitrürlenmiş numunelerde gerçekleştirilmiştir. Sertlik dağılımı için malzemeler, kesme cihazında kesilerek bakalite alınmış ve sırasıyla 180, 320, 400, 600 ve 1000 kum zımpara kâğıtları ile parlatma cihazında zımparalanmıştır. Aşındırıcı tane büyüklüğü 180, 320, 400, 600 ve 1000 kum için sırasıyla 75 µm, 46 µm, 35 µm, 26 µm ve 18 µm'dir. Bu işlemi takiben 6 µm ve 1 µm elmas pasta kullanılarak çuha ile parlatılmıştır. Mikro Vickers sertlik ölçme cihazında test süresi 10 s olacak şekilde ölçümler gerçekleştirilmiştir. Tüm sertlik ölçümlerinde beş adet ölçüm yapılarak aritmetik ortalaması alınmıştır. Ayrıca aşağıdaki istatistikî bilgiler hesap edilmiştir:

*Standart sapma,*  $\sigma$ : Veri değerlerinin aritmetik ortalama (X) dan farklarının karelerinin toplamının ortalamasının kareköküdür.

Range: Veri kümesi içerisindeki en büyük ve en küçük değer arasındaki farktır.

*Varyasyon:* Standart sapmanın ortalamaya göre değişimidir ( $\sigma$ /X).

*Standart hata:* Aritmetik ortalamada oluşan hatanın bir ölçüsüdür ( $\sigma/\sqrt{n}$ ).

Sertlik dağılımları için kesit yüzeyleri parlatılan numunelerde önce nitrürlemeden etkilenmemiş bölgeden (yüzeyden 2mm içeriden) çekirdek sertliği ölçülmüştür. Daha sonra yüzeyden içeriye doğru 20µm aralıklarla her derinlikte beşer adet olmak üzere 120µm derinliğe kadar ölçümler yapılmıştır. Bu derinlikten sonra 150, 175 ve 200µm mesafeleri göz önüne alınmıştır. DIN 50 190/3 standardına göre nitrürleme derinliği, çekirdek sertliğinin 50 HV üzerindeki sertlik değerine ulaşılan derinlik olarak kabul edilmektedir.

A3 numunesi için örnek nitrürleme derinliği (Nd), interpolasyon ile hesaplanmıştır:

Nitrürleme derinliğindeki sertlik (HV<sub>Nd</sub>) = Çekirdek sertliği + 50

Buradan  $HV_{Nd} = 613 + 50 = 663HV$  olup,

681,8 - 663,0	60 - Nd		18,8	60- Nd
	=	=>	=	
681,8 - 615,3	60 - 80		66,5	- 20

Buradan, Nd = 60 - (-20 \* 0,283) ve  $Nd \approx 65 \mu m$ . bulunur.

Plazma nitrürlenmiş numunelerin nitrürleme derinlikleri Bölüm 4' de verilmiştir.

#### 3.2.5. Aşınma Testleri

Aşınma testleri ball-on-disk cihazında gerçekleştirilmiştir. 1,6 Newton ile 9,1 Newton arasında üç farklı normal kuvvet uygulanarak Φ5mm çapında tungsten karbür bilye çelik numuneye temas ettirilmiş, 6,87 mm/s kayma hızında 80 m. mesafe boyunca sürtünme kuvveti bir yük hücresi ile ölçülerek bilgisayara iletilmiştir. Geliştirilen yazılım ile sürtünme kuvveti değişimi ve hesaplanan sürtünme katsayısı kaydedilmiştir. Tunsten-karbür / çelik sürtünme sistemi için sürtünme katsayısı 0,19 olarak belirtilmiştir [ASM Handbook Vol.18]. Her aşınma deneyi öncesi ve sonrasında numuneler hassas terazide tartılarak test boyunca oluşan kütle kaybı kaydedilmiştir. İşlemler sırasında aşınma ürünü kalıntıları ortamdan uzaklaştırılmamıştır.

Aşınma test yükleri, max. Hertz temas basıncı 1 GPa' ın üzerindedir. Temas basıncının hesaplanmasında kullanılan veriler Çizelge 3.6' da belirtilmiştir. A ve B malzemelerinin basma gerilmesi altında dayanımları ise 62 HRc sertlik değeri için sırasıyla 2,20 GPa ve 2,21 GPa' dır.

Malzeme	v	E (MPa)	Çap (mm)	Yükler (g)	Kuvvet (N)
А	0,29	209.900	x	170,12	1,668
В	0,29	194.000	x	422,45	4,143
Bilye	0,26	634.000	5	929,25	9,113

Çizelge 3.6. Aşınma test numuneleri verileri ve yükler

Bölüm 2.5.1' de (sayfa 19) verilen formüller kullanılarak her yük (normal kuvvet) için max. temas basıncı hesaplanmıştır. Örnek hesaplama aşağıdaki gibidir:

Malzeme A ve 170,12 g yük (1,668 N) için:

$$K_{a} = \left[ \frac{3 \left( ((1-0,26^{2})/634000) + ((1-0,29^{2})/209900) \right)}{8 \left( (1/5) + (1/\infty) \right)} \right]^{1/3}$$

$$K_{a} = \left[ \frac{3 \left( 1,47x10^{-6} + 4,36x10^{-6} \right)}{8 0,2} \right]^{1/3} \longrightarrow K_{a} = 0,02219$$

Buradan,  $a = K_a \sqrt[3]{F} \implies a = 0,02219 \sqrt[3]{1,668} \implies a = 0,02632$  bulunur.

Son olarak  $p_{max}$ = (3F) / (2 $\Pi a^2$ ) eşitliğinde değerler yerine konulduğunda

 $P_{max} = (3x1,668) / (2x \prod x0,02632^2) = 1.149 \text{ MPa}$  buradan,

**p**<sub>max</sub> = **1,149 GPa** bulunur.

Değişik yük değerlerine bağlı olarak elde edilen temas basınçları Çizelge 3.7' de, Hertz temas basıncının malzeme basma dayanımına oranı ile birlikte verilmiştir.

P <sub>max</sub> (GPa) ve Basma dayanımına oranı	1,668 N		4,143	3 N	9,113 N	
Α	1,149	%52	1,556	%71	2,024	%92
В	1,104	%50	1,496	%68	1,945	%88

Çizelge 3.7. Aşınma test numuneleri temas basınçları

3.2.6. Optik Mikroskop ve SEM Çalışmaları

Sertlik dağılımı ölçümleri ile ilgili örnek optik görüntü mikrosertlik cihazından 400 büyütme ile alınmıştır (Şekil 3.3).



Şekil 3.3 Sertlik dağılımı örnek fotoğrafı (A11 ve B11 için).

Başlangıç malzemesi, ıslah edilmiş ve plazma nitrürlenmiş numunelerin kesit yüzeyleri parlatılarak %3lük Nital (nitrik asit + etil alkol) ile 10 saniye süresince dağlanmış, mikroyapılar Nikon LE150 optik mikroskop ile 200 ve 400 büyütme altında incelenmiş ve Clemex görüntü analiz sistemi ile fotoğrafları bilgisayar üzerinden alınmıştır.

Aşınma izleri 1' den 3' e kadar numaralandırılmıştır. 1 numaralı iz 170,12 g, 3 numaralı iz ise 929,25 g test yüküne karşılık gelmektedir. Aşınma deney numunesi örnek fotoğrafi ise Şekil 3.4' de verilmiştir.

Aşınma izleri de optik mikroskopta incelenerek 422,45g yüke ait izin, x200 büyütme ile çekilen resimleri Şekil 4.73'den Şekil 4.83'e kadar verilmiştir. Plazma nitrürlenmiş numunelerden sadece 3, 7 ve 11 kodlu numunelerin aşınma izleri gösterilmiştir.



Şekil 3.4. Aşınma testi sonrası örnek görüntü.

Plazma nitrürlenmiş numunelerden 3, 7 ve 11 kodlu numuneler ile yüksek iyon dozlu implantasyonlu numunelerin 2 numaralı aşınma izinine ait SEM görüntüleri Şekil 4.84 ile Şekil 4.95 aralığında verilmiştir.

# 3.2.7. XRD Çalışmaları

A ve B numuneleri için, başlangıç malzemesi, plazma nitrürlenmiş ve iyon implantasyonu yapılmış numunelerin XRD analizleri Tübitak Gebze'de Schimadzu XRD–6000 cihazında Cu X-ışını tüpü ( $\lambda$ =1,5405 Angstrom) kullanılarak yaptırılmıştır. XRD verilerinin karşılaştırılması Şekil 4.31 ile Şekil 4.38 aralığında gösterilmiştir. Fazlara ait yansıma düzlemleri EK-1'de verilmiştir.

#### 4. DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA

### 4.1. SERTLİK DEĞERLERİNİN YORUMLANMASI

Islah işlemi sonrası A numunesinde 766 HV, B numunesinde 640 HV ortalama sertlik değerleri elde edilmiştir. Yüzeyleri parlatılan başlangıç numunesi ve ıslah edilmiş numunelerde yapılan ölçümlerde Vickers sertlik değerleri Çizelge 4.1' de verilmiştir. Islah edilmiş numunelere plazma nitrürleme işlemi uygulandıktan sonra çekirdek sertlikleri ise A ve B için sırasıyla 633 HV ve 561 HV olarak ölçülmüştür. Plazma sıcaklığındaki beklemeden dolayı temperleme nitrürleme işlem etkisi gerçekleşmektedir. Çünkü su verilmiş çeliklerin gevrekliğini gidermek için 150-650°C aralığında temperleme işlemi yapılır [Bargel 1980]. Plazma nitrürleme işlemi 500°C' de gerçekleştirildiğinden dolayı temperleme etkisi yapacağı açıktır. Yüksek Karbon' lu celiklerde Fe<sub>3</sub>C çökelmesi ve bunun sonucu olarak da kübik martenzitin kafes gerilmelerinin düşmesi neticesinde sertlik düşüşü görüldüğünden bu durum beklenmektedir. 1.2379 numune üzerindeki plazma nitrürleme deneyleri sonrasında çekirdek sertliğinin 540 HV' den 450 HV' ye düştüğünü belirterek bu durumun Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> -Krom Karbür çökelti fazlarının büyümesi ve temperleme etkisi sonucu dislokasyon yoğunluğunun azalması neticesinde meydana geldiğini Devi [1998] bildirmiştir.

Ölçüm No	B.1	B.2	A.1	A.2
1	286,2	647,9	236,8	772,3
2	289,8	647,9	219,1	772,3
3	308,7	624,3	234,1	727,1
4	282,6	635,9	247,8	788,4
5	289,8	647,9	236,6	772,3
Aritmetik Ort.	291,4	640,8	234,9	766,5
Std. Sapma	10,1	10,6	10,3	23,1
Range	26,1	23,6	28,7	61,3
Varyasyon	%3,5	%1,7	%4,4	%3,0
Standart Hata	4,5	4,7	4,6	10,3

Çizelge 4.1. Başlangıç numunesi ve ıslah edilmiş numunelerin sertlikleri (HV).

Plazma nitrürleme işlemi sırasında Azot malzeme yüzeyinden içeriye doğru yayınır. Nitrürleme işlemi neticesinde nitrürlenmiş bir bölge oluşur ve genellikle bileşen tabakası ve bunun hemen altında yer alan yayınım tabakası olarak ikiye ayrılır. işlem şartlarına (sıcaklık, süre, basınç) bağlı olarak yüzeyde oluşabilecek bileşen tabakasında  $\epsilon$ -Fe<sub>2,3</sub>N ve/veya  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N fazları meydana gelir. Yayınım tabakasında Azot arayer atomu şekline çözünür veya alaşım elementleri ile nitrür çökeltileri oluşturur [Pye 2003]. Nitrür çökeltileri (Krom, Molibden, Vanadyum Nitrür vb) kafesi bozar, matris yapı ile aralarındaki uyumsuzluk nedeni ile gerilme alanları oluşur, dislokasyonları sıkıştırır. Böylece sertlik önemli oranda artar [Berg 2000, Schacherl 2004]. Plazma nitrürlenmiş numunelerin yüzey sertlikleri de Çizelge 4.2' de verilmiştir.

Ölçüm No	A.3	A.4	A.5	A.6	A.7	A.8	A.9	A.10	A.11
1	895,7	980,0	1219,2	1188,5	1130,6	1391,9	1513,8	1391,9	1430,9
2	856,7	980,0	1002,9	1130,6	1318,7	1430,9	1430,9	1391,9	1391,9
3	1002,9	1002,9	1159,0	1284,2	1251,1	1513,8	1558,0	1354,6	1391,9
4	1002,9	980,0	1130,6	1130,6	1188,5	1391,9	1430,9	1354,6	1430,9
5	980,0	1002,9	1103,2	1159,0	1159,0	1354,6	1471,5	1354,6	1391,9
Arit. Ort.	947,6	989,2	1123,0	1178,6	1209,6	1416,6	1481,0	1369,5	1407,5
Std. Sapma	67,3	12,5	79,7	63,7	75,6	60,7	55,0	20,4	21,4
Range	146,2	22,9	216,3	153,6	188,1	159,2	127,1	37,3	39
Varyasyon	<b>%</b> 7,1	<b>%</b> 1,3	<b>%</b> 7,1	<b>%</b> 5,4	%6,3	%4,3	%3,7	<u>%</u> 1,5	%1,5
Std. Hata	30,1	5,6	35,7	28,5	33,8	27,1	24,6	9,1	9,6

Çizelge 4.2 Plazma Nitrürlenmiş numunelerinin yüzey sertlikleri (HV).

Ölçüm No	B.3	<b>B.4</b>	B.5	<b>B.6</b>	<b>B.7</b>	<b>B.8</b>	B.9	B.10	<b>B.11</b>
1	915,8	876,4	957,9	1076,7	1051,2	936,4	1051,2	1188,5	1284,2
2	895,7	876,4	936,4	1076,7	1051,2	1051,2	1159,0	1051,2	1251,1
3	857,6	915,8	1002,9	1103,2	915,8	957,9	1251,1	1284,2	1318,7
4	895,7	936,4	936,4	1076,7	957,9	980,0	1103,2	1188,5	1251,1
5	915,8	957,9	957,9	1103,2	980,0	980,0	1130,6	1251,1	1251,1
Arit. Ort.	896,1	912,6	958,3	1087,3	991,2	981,1	1139,0	1192,7	1271,2
Std. Sapma	23,8	36,2	27,2	14,5	59,4	43,2	74,2	89,2	30,2
Range	58,1	81,5	66,5	26,5	135,4	93,3	147,9	233	67,6
Varyasyon	%2,7	%4,0	%2,8	%1,3	%6,0	%4,4	%6,5	%7,5	%2,4
Std. Hata	10,6	16,2	12,1	6,5	26,6	19,3	33,2	39,9	13,5

Yüzey sertliğindeki artışının ıslah edilmiş duruma göre, en az süre ve basınç şartlarında A için %23, B için %40 oranında olduğu görülmektedir. Plazma Nitrürleme işlem süresi ve basıncı arttıkça yüzey sertliğinin arttığı ve en yüksek basınç ve en uzun süre şartlarına haiz numunelerdeki artışın A için %83, B için %98 oranında olduğu görülmektedir. Elde edilen sertlik değerleri Berg [2000], Alves Jr. [2000] ve Devi [1998]' nin sonuçları ile uyumludur. Şekil 4.1' de yüzey sertliklerindeki değişim grafiksel olarak ifade edilmiştir. İşlem basıncındaki değişimin etkisi görülmektedir. Sabit basınçta artan süre ile yüzey sertliklerinin A için en fazla %20, B için %11 oranında arttığı, ancak sabit süreli deneylerde artan basınç ile bu oranların A için en fazla %56, B için %32 olduğu görülmüştür.

Nitrürleme potansiyeli, nitrürleme işlemi için itici güçtür ve genel olarak amonyak atmosferinde nitrürlenebilme yeteneği şeklinde tanımlanır [ASM Handbook Vol.4]. N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> gaz oranının ve basınç artışının yüzey sertliğini artırdığı bilinmektedir [Podgornik 1999, Jeong 2001]. Bu durumun, malzeme yüzeyine aktif Azot transferinin artmasına sebep olduğu ve nitrür fazları oluşumunu hızlandırdığı söylenebilir. Oluşan nitrür fazlarına bağlı olarak elde edilen sertlik değerinin de artması beklendiğinden dolayı basınç parametresinin işlem süresi parametresine göre yüzey sertliği artışında daha önemli faktör olduğu düşünülmektedir. En yüksek yüzey sertlikleri A9 ve B11 numunelerinde elde edilmiştir. Bu değerler Çelik [2001]' in sonuçları ile benzerdir.



Şekil 4.1 Plazma Nitrürleme Şartlarına Bağlı Olarak A ve B Grubu Numunelerin Yüzey Sertlikleri

Sertlik dağılımları için kesit yüzeyleri parlatılan numunelerde önce nitrürlemeden etkilenmemiş bölgeden (yüzeyden 2mm içeriden) çekirdek sertliği ölçülmüştür. Daha sonra yüzeyden içeriye doğru 20µm aralıklarla her derinlikte beşer adet olmak üzere 120µm derinliğe kadar ölçümler yapılmıştır. Bu derinlikten sonra 150, 175 ve 200µm mesafeleri göz önüne alınmıştır. DIN 50 190/3 standardına göre nitrürleme derinliği, çekirdek sertliğinin 50 HV üzerindeki sertlik değerine ulaşılan derinlik olarak kabul edilmektedir. Plazma nitrürlenmiş A ve B numunelerinin sertlik dağılımları ve nitrürleme derinlikleri Çizelge 4.3 ile Çizelge 4.20 aralığında verilmiştir.

*Cizelge 4.3. A.3 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 613HV)* 

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	821,9	839,5	821,9	895,7	876,4	851,1	33,43	73,8	3,9%	14,9
40	741,8	741,8	713,0	741,8	727,1	733,1	12,91	28,8	1,8%	5,8
60	647,9	635,9	713,0	713,0	699,2	681,8	37,1	77,1	5,4%	16,6
80	624,3	613	613	602	624,3	615,3	9,347	22,3	1,5%	4,2

Çizelge 4.4. A.4 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 613HV)

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1026,7	1159,0	1159,0	1130,6	1130,6	1.121,2	54,69	132,3	4,9%	24,5
40	957,9	980,0	895,7	915,8	957,9	941,5	34,56	84,3	3,7%	15,5
60	613,0	821,9	756,8	602,0	685,8	695,9	94,04	219,9	13,5%	42,1
80	602,0	647,9	613,0	624,3	602,0	617,8	19,17	45,9	3,1%	8,6

Çizelge 4.5. A.5 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 613HV)

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1188,5	1219,2	1284,2	1076,7	1103,2	1.174,4	84,97	207,5	7,2%	38,0
40	1051,2	1002,9	936,4	1026,7	1002,9	1.004,0	42,76	114,8	4,3%	19,1
60	915,8	821,9	936,4	957,9	895,7	905,5	52,18	136,0	5,8%	23,3
80	821,9	772,3	804,9	788,4	856,6	808,8	32,48	84,3	4,0%	14,5
100	672,8	635,9	613	635,9	660,2	643,6	23,36	59,8	3,6%	10,4
120	602	635,9	602	635,9	624,3	620,0	17,12	33,9	2,8%	7,7

Mesafe	Ölcüm	Ölcüm	Ölcüm	Ölcüm	Ölcüm	Aritm. Ort	Std. Sapm	Range	Varyasyon	Std. Hata
20	1219,2	1219,2	1251,1	1251,1	1251,1	1.238,3	17,47	31,9	1,4%	7,8
40	1103,2	1103,2	1103,2	1076,7	1076,7	1.092,6	14,51	26,5	1,3%	6,5
60	821,9	895,7	727,1	672,8	660,2	755,5	101	235,5	13,4%	45,2
80	672,8	727,1	713	613	660,2	677,2	45,28	114,1	6,7%	20,3
100	647,9	624,3	613	560,9	624,3	614,1	32,33	87,0	5,3%	14,5

Çizelge 4.6. A.6 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 635,9HV)

Çizelge 4.7. A.7 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 660,2HV)

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1219,2	1251,1	1219,2	1219,2	1251,1	1.232,0	17,47	31,9	1,4%	7,8
40	957,9	839,5	876,4	895,7	895,7	893,0	42,91	118,4	4,8%	19,2
60	895,7	804,9	857,6	804,9	857,6	844,1	39,05	90,8	4,6%	17,5
80	699,2	727,1	804,9	741,8	699,2	734,4	43,46	105,7	5,9%	19,4
100	672,8	672,8	660,2	713	613	666,4	35,86	100,0	5,4%	16,0

Çizelge 4.8. A.8 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 660,2HV)

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1103,2	1188,5	1051,2	1076,7	980	1.079,9	76,08	208,5	7,0%	34,0
40	839,5	839,5	936,4	936,4	839,5	878,3	53,07	96,9	6,0%	23,7
60	772,3	772,3	804,9	756,8	821,9	785,6	26,8	65,1	3,4%	12,0
80	821,9	727,1	772,3	727,1	788,4	767,4	40,88	94,8	5,3%	18,3
100	821,9	772,3	804,9	727,1	804,9	786,2	37,62	94,8	4,8%	16,8
120	672,8	685,8	756,8	756,8	857,6	746,0	73,6	184,8	9,9%	32,9
150	741,8	713	672,8	699,2	699,2	705,2	25,11	69,0	3,6%	11,2

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1284,2	1354,6	1284,2	1354,6	1159	1.287,3	79,9	195,6	6,2%	35,7
40	980	876,4	895,7	821,9	957,9	906,4	63,69	158,1	7,0%	28,5
60	857,6	772,3	788,4	839,5	772,3	806,0	39,89	85,3	4,9%	17,8
80	865,8	772,3	685,8	713	727,1	752,8	70,5	180,0	9,4%	31,5
100	660,2	685,8	727,1	613	560,9	649,4	64,49	166,2	9,9%	28,8
120	602	591,3	613	591,3	570,8	593,7	15,63	42,2	2,6%	7,0

*Çizelge 4.9. A.9 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 580,9HV)* 

Çizelge 4.10. A.10 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 660,2HV)

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1076,7	1188,5	1159	1130,6	1219,2	1.154,8	54,74	142,5	4,7%	24,5
40	1076,7	1103,2	1076,7	1159	1076,7	1.098,5	35,74	82,3	3,3%	16,0
60	741,8	788,4	980	821,9	821,9	830,8	89,64	238,2	10,8%	40,1
80	839,5	821,9	895,7	804,9	876,4	847,7	37,72	90,8	4,5%	16,9
100	821,9	741,8	788,4	713	772,3	767,5	41,98	108,9	5,5%	18,8
120	660,2	727,1	741,8	741,8	672,8	708,7	39,28	81,6	5,5%	17,6
150	685,8	727,1	772,3	713	713	722,2	31,73	86,5	4,4%	14,2

Çizelge 4.11. A.11 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 660,2HV)

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1318,7	1318,7	1219,2	1391,9	1284,2	1.306,5	62,67	172,7	4,8%	28,0
40	1219,2	1219,2	1219,2	1284,2	1159	1.220,2	44,28	125,2	3,6%	19,8
60	1219,2	1130,6	1051,2	1219,2	1130,6	1.150,2	70,87	168,0	6,2%	31,7
80	876,4	895,7	936,4	980	1002,9	938,3	53,76	126,5	5,7%	24,0
100	804,9	821,9	772,3	804,9	839,5	808,7	24,88	67,2	3,1%	11,1
120	713	727,1	713	727,1	772,3	730,5	24,41	59,3	3,3%	10,9
150	741,8	647,9	713	647,9	685,8	687,3	41,04	93,9	6,0%	18,4

Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Aritm. Ort.	Std. Sapm.	Range	Varyasyon	Std. Hata
20	756,8	876,4	821,9	876,4	839,5	834,2	49,3	119,6	5,9%	22,1
40	635,9	541,9	624,3	624,3	635,9	612,5	39,9	94,0	6,5%	17,8
60	551,2	660,2	580,9	602	580,9	595,0	40,7	109,0	6,8%	18,2
80	788,4	570,8	570,8	551,2	591,3	614,5	98,2	237,2	16,0%	43,9
100	635,9	551,2	532,7	551,2	551,2	564,4	40,7	103,2	7,2%	18,2
120	452,7	560,9	515,1	532,7	515,1	515,3	39,7	108,2	7,7%	17,7
150	551,2	560,9	532,7	532,7	541,9	543,9	12,2	28,2	2,2%	5,5
175	551,2	506,6	532,7	532,7	515,1	527,7	17,4	44,6	3,3%	7,8

Çizelge 4.12. B.3 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 551,2HV)

Çizelge 4.13. B.4 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 532,7HV)

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	936,4	1002,9	1159	1026,7	1076,7	1040,3	83,4	222,6	8,0%	37,3
40	1026,7	1002,9	1051,2	1051,2	1002,9	1027,0	24,2	48,3	2,4%	10,8
60	915,8	839,5	839,5	915,8	857,6	873,6	39,2	76,3	4,5%	17,5
80	560,9	613	788,4	635,9	685,8	656,8	86,2	227,5	13,1%	38,5
100	635,9	624,3	602	624,3	624,3	622,2	12,3	33,9	2,0%	5,5
120	647,9	570,8	635,9	580,9	613	609,7	33,5	77,1	5,5%	15,0
150	515,1	532,7	523,8	523,8	551,2	529,3	13,7	36,1	2,6%	6,1
175	515,1	515,1	523,8	506,6	515,1	515,1	6,1	17,2	1,2%	2,7

Çizelge 4.14. B.5 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 551,2HV)

						1	1			
						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1076,7	1076,7	1103,2	1076,7	1102	1087,1	14,2	26,5	1,3%	6,3
40	1051,2	936,4	1159	980	1026,7	1030,7	84,2	222,6	8,2%	37,7
60	839,5	857,6	895,7	857,6	876,4	865,4	21,4	56,2	2,5%	9,6
80	635,9	772,3	788,4	756,8	713	733,3	61,3	152,5	8,4%	27,4
100	685,8	699,2	741,8	713	699,2	707,8	21,3	56,0	3,0%	9,5
120	624,3	570,8	580,9	613	602	598,2	22,2	53,5	3,7%	9,9
150	551,2	591,3	541,9	570,8	541,9	559,4	21,4	49,4	3,8%	9,6
175	580,9	602	570,8	551,2	541,9	569,4	23,9	60,1	4,2%	10,7

Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Aritm. Ort.	Std. Sapm.	Range	Varyasyon	Std. Hata
20	876,4	915,8	895,7	895,7	915,8	899,9	16,5	39,4	1,8%	7,4
40	936,4	915,8	839,5	876,4	895,7	892,8	37,2	96,9	4,2%	16,7
60	713	804,9	741,8	756,8	727,1	748,7	35,4	91,9	4,7%	15,8
80	580,9	541,9	541,9	560,9	570,2	559,2	17,3	39,0	3,1%	7,7
100	591,3	523,8	474,7	580,9	551,2	544,4	47,1	116,6	8,6%	21,0
120	506,6	772,3	482,4	541,9	580,8	576,8	115,4	289,9	20,0%	51,6
150	560,9	699,2	438,9	551,2	570,2	564,1	92,4	260,3	16,4%	41,3
175	560,9	551,2	506,6	541,9	551,2	542,4	21,1	54,3	3,9%	9,4

*Çizelge 4.15. B.6 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 541,9HV)* 

Çizelge 4.16. B.7 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 532,7HV)

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1188,5	1159	1076,7	1103,2	1159	1137,3	45,8	111,8	4,0%	20,5
40	1103,2	915,8	980	980	1002,9	996,4	68,0	187,4	6,8%	30,4
60	821,9	936,4	839,5	876,4	821,9	859,2	48,5	114,5	5,6%	21,7
80	756,8	672,8	713	713	741,8	719,5	32,2	84,0	4,5%	14,4
100	647,9	699,2	713	660,2	685,8	681,2	27,0	65,1	4,0%	12,1
120	699,2	660,2	613	624,3	660,2	651,4	34,1	86,2	5,2%	15,2
150	560,9	602	580,9	580,9	591,3	583,2	15,2	41,1	2,6%	6,8
175	602	591,3	560,9	551,2	541,9	569,5	26,0	60,1	4,6%	11,6

Çizelge 4.17. B.8 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 591,3HV)

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1026,7	1188,5	1219,2	1159	1076,7	1134,0	80,1	192,5	7,1%	35,8
40	876,4	936,4	839,5	915,8	876,4	888,9	37,9	96,9	4,3%	16,9
60	699,2	713	635,9	685,8	699,2	686,6	29,9	77,1	4,4%	13,4
80	788,4	685,8	804,9	660,2	713	730,5	63,5	144,7	8,7%	28,4
100	660,2	660,2	741,8	727,1	685,8	695,0	37,8	81,6	5,4%	16,9
120	624,3	672,8	624,3	647,9	624,3	638,7	21,6	48,5	3,4%	9,7
150	624,3	756,8	580,9	602	613	635,4	69,7	175,9	11,0%	31,2
175	570,8	624,3	570,8	591,3	580,9	587,6	22,2	53,5	3,8%	9,9

Mesafe	Ölcüm	Ölcüm	Ölcüm	Ölcüm	Ölcüm	Aritm. Ort.	Std. Sapm.	Range	Varvasvon	Std. Hata
20	1188,5	1318,7	1251,1	1188,5	1188,5	1227,1	58,0	130,2	4,7%	25,9
40	895,7	957,9	839,5	957,9	915,8	913,4	49,3	118,4	5,4%	22,1
60	741,8	772,3	624,3	727,1	772,3	727,6	61,0	148,0	8,4%	27,3
80	685,8	788,4	685,8	727,1	685,8	714,6	45,0	102,6	6,3%	20,1
100	560,9	804,9	804,9	660,2	647,9	695,8	106,7	244,0	15,3%	47,7
120	660,2	741,8	804,9	647,9	647,9	700,5	70,3	157,0	10,0%	31,4
150	672,8	613	699,2	613	624,3	644,5	39,3	86,2	6,1%	17,6
175	672,8	647,9	647,9	660,2	624,3	650,6	18,0	48,5	2,8%	8,0
200	635,9	602	613	580,9	602	606,8	20,0	55,0	3,3%	9,0

*Çizelge 4.18. B.9 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 570,8HV)* 

Çizelge 4.19. B.10 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 613HV)

						Aritm.	Std.			Std.
Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ort.	Sapm.	Range	Varyasyon	Hata
20	1188,5	1076,7	1103,2	1159	1103,2	1126,1	46,0	111,8	4,1%	20,6
40	1051,2	1103,2	980	1026,7	1051,2	1042,5	44,7	123,2	4,3%	20,0
60	915,8	772,3	727,1	788,4	804,9	801,7	70,1	188,7	8,7%	31,3
80	804,9	804,9	788,4	772,3	788,4	791,8	13,7	32,6	1,7%	6,1
100	660,2	647,9	635,9	647,9	635,9	645,6	10,1	24,3	1,6%	4,5
120	647,9	647,9	699,2	660,2	635,9	658,2	24,5	63,3	3,7%	10,9
150	613	602	685,8	624,3	602	625,4	35,0	83,8	5,6%	15,6
175	591,3	635,9	613	602	591,3	606,7	18,6	44,6	3,1%	8,3

Çizelge 4.20. B.11 numunesi sertlik dağılımı (çekirdek sertliği 560,9HV)

Mesafe	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Ölçüm	Aritm. Ort.	Std. Sapm.	Range	Varyasyon	Std. Hata
20	1159	1219,2	1188,5	1188,5	1159	1182,8	25,1	60,2	2,1%	11,2
40	1284,2	1219,2	1130,6	1159	1219,2	1202,4	59,8	153,6	5,0%	26,7
60	1051,2	1103,2	1026,7	1076,7	1051,2	1061,8	29,1	76,5	2,7%	13,0
80	1051,2	915,8	915,8	980	1002,9	973,1	58,3	135,4	6,0%	26,1
100	788,4	741,8	741,8	804,9	772,3	769,8	28,1	63,1	3,6%	12,6
120	672,8	727,1	685,8	685,8	713	696,9	22,4	54,3	3,2%	10,0
150	624,3	580,9	741,8	635,9	613	639,2	60,9	160,9	9,5%	27,2
175	685,8	647,9	591,3	624,3	647,9	639,4	34,8	94,5	5,4%	15,6
200	551,2	551,2	602	613	591,3	581,7	28,9	61,8	5,0%	12,9

A ve B grubu numunelerin sabit basınç, değişken süre altında sertlik dağılımları Şekil 4.2, Şekil 4.3 ve Şekil 4.4' de gösterilmiştir.



Şekil 4.2. A ve B grubu numunelerde 1,5mbar basınçtaki plazma nitrürleme neticesinde sertlik dağılımları.



Şekil 4.3. A ve B grubu numunelerde 4,5mbar basınçtaki plazma nitrürleme neticesinde sertlik dağılımları.



Şekil 4.4. A ve B grubu numunelerde 8mbar basınçtaki plazma nitrürleme neticesinde sertlik dağılımları.

A3 numunesi için örnek nitrürleme derinliği (Nd) interpolasyon ile hesaplanmıştır: Nitrürleme derinliğindeki sertlik = Çekirdek sertliği + 50 = 613 + 50 = 663HV

681,8 - 663,0	60 - Nd		18,8	60- Nd
681,8 - 615,3	= <u>60 - 80</u>	=>	66,5	- 20

Buradan Nd = 60 - (-20 \* 0,283) ve  $Nd \approx 65 \mu m$ . bulunur.

Plazma nitrürlenmiş numunelerin nitrürleme derinlikleri Çizelge 4.21' de verilmiştir.

Kod	A.3	A.4	A.5	A.6	A.7	A.8	A.9	A.10	A.11
Nd	65	68	98	78	87	146	107	119	184
Kod	<b>B.3</b>	<b>B.4</b>	B.5	<b>B.6</b>	<b>B.7</b>	<b>B.8</b>	<b>B.9</b>	<b>B.10</b>	<b>B.11</b>
Nd	85	130	119	77	150	119	192	98	87

*Çizelge 4.21. Plazma nitrürlenmiş numunelerin nitrürleme derinlikleri (Nd)* 

Sabit basınçta artan süre ile nitrürleme derinliğinin artış gösterdiği, A ve B numunelerinde en yüksek artışın 4,5 mbar basınçta gerçekleştiği görülmüştür. Sabit süreli deneylerde ise artan basınç ile A numunesinde düzgün bir artış görülmekle beraber B numunesinde 7 ve 10 saat süreli deneylerde nitrürleme derinliğinin azaldığı tespit edilmiştir. Krom' un Azot' a olan afinitesi, Krom nitrür fazlarının büyümesi ve Azot' un demir-nitrür fazları içindeki yayınım katsayısının düşük olması [Gressman 2007] nedeni ile 7 saatin üzerinde Azot yayınımının azaldığı söylenebilir. Basınç ve süre arttıkça optik mikroskop görüntülerinde yayınım tabakasının belirgin hale geldiği görülmektedir (Şekil 4.11 – Şekli 4.26). Nitrürleme derinliğinin işlem sıcaklığı ve süresine bağlı olduğu bilinmektedir [Çelik 2001, Jeong 2001, Borgioli 2002]. Nitrürleme süresi ile beraber malzemenin Krom içeriği de nitrürleme derinliğini etkilemektedir. Artan Krom miktarı ile nitrürleme derinliğinin azaldığı Schacherl [2004] ve Alves Jr. [2000] tarafından ifade edilmiştir. Deneyler sırasında işlem sıcaklığı ve malzemeler (Krom içeriği) değişmediğinden dolayı işlem süresindeki artışın nitrürleme derinliğine etkisi Şekil 4.5' de görülmektedir.

Yukarıda ifade edildiği gibi basınç artışı ile yüzeye aktif Azot transferi artmakta, yüksek Krom içeriğinden dolayı ve Kromun Azot' a olan afinitesi nedeni ile etki derinliği sınırlı kalmaktadır [Alves Jr. 2000]. Diğer yandan işlem süresindeki artış ile Azot yayınımı daha fazla olacağından işlem süresi parametresinin nitrürleme derinliğine olan etkisinin işlem basıncı parametresine göre daha fazla olduğu söylenebilir. B grubu numunelerde süre arttıkça yüzeyden  $30 - 50 \ \mu m$  içerideki bölgede nitrür fazlarının belirginleşerek tane sınırlarında kalınlaştığı mikroyapı resimlerinde görülmektedir (Şekil 4.14 – Şekil 4.30). En fazla nitrürleme derinliği A11 ve B9 numunelerinde tespit edilmiştir.



Şekil 4.5 Plazma Nitrürleme Şartlarına Bağlı Olarak A ve B Grubu Numunelerin Nitrüreleme Derinlikleri

### 4.2. MİKROYAPI SONUÇLARININ YORUMLANMASI

Başlangıç malzemelerine ait optik mikroskop görüntüleri Şekil 4.6 ve Şekil 4.8' de verilmiştir. Islah edilmiş numunelerde (A2 ve B2) temperlenmiş martenzit yapı içinde değişik boyut ve formda karbür çökeltileri beyaz renkli yapılar olarak görülmektedir (Şekil 4.7 ve Şekil 4.9). Tane sınırlarında ince sementit ağı mevcuttur. XRD paterninde de  $\alpha$ -Fe, Cr ve Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> pikleri görülmektedir (Şekil 4.31 ve Şekil 4.32). B2 numunesinde ise ayrıca Fe<sub>3</sub>C piki de görülmektedir.



Şekil 4.6. A1 numunesi x400 büyütme.



Şekil 4.7. A2 numunesi x400 büyütme.



Şekil 4.8. B1 numunesi x400 büyütme.


Şekil 4.9. B2 numunesi x400 büyütme.

Saf demir nitrürlendiğinde üç farklı Fe-N fazı oluşur: 1) Azot, HMK Fe kafes içerisinde oktahedral düzende arayer atomu olarak rasgele dağılmış vaziyette bulunur, 2) YMK Fe kafes içerisinde oktahedral düzende arayer atomu olarak düzenli bir şekilde bulunduğu  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N fazı, 3) HSP Fe kafes içerisinde oktahedral düzende arayer atomu olarak kısmen düzenli bir şekilde bulunduğu  $\varepsilon$ -Fe<sub>2</sub>N fazı. Nitrürleme şartları  $\varepsilon$  fazı oluşumunu desteklerse bu faz yüzeyde oluşur.  $\gamma$ ' fazı ise  $\varepsilon$  fazının altında oluşur. Bileşen tabakası olarak adlandırılan bu bölgenin altında Azot' un  $\alpha$ -Fe içerisinde arayer olarak çözündüğü yayınım tabakası bulunur. Eğer demir matris, Azot' a afinitesi yüksek alaşım elementleri içeriyorsa bu elementlerin nitrürleri oluşabilir. Örneğin Krom, Azot' un Demir matris içerisindeki aktivitesini düşürdüğünden dolayı demir nitrür oluşumunu azaltır. YMK CrN ve hegzagonal Cr<sub>2</sub>N çökelti fazları birbirleri ile uyumlu veya yarı uyumlu şekilde çekirdeklenir ve büyür. Nitrürleme süresinin artması ile CrN partikülleri büyür (sürekli büyüme – continuous coarsening). CrN partiküllerinin lamel yapıda gelişmesi süreksiz büyüme (discontinuous coarsening) olarak adlandırılır. Her iki reaksiyon da eş zamanlı oluşabilir [Schacherl 2004].

Matris yapının normal Azot taşıma kapasitesinin aşılması durumunda ortaya çıkan fazla Azot üç şekilde bulunabilir: 1) Dislokasyonlarda tutulan, 2) Matris/çökelti arayüzünde absorbe edilen, 3)  $\alpha$ -Fe matris içinde ek olarak çözünmüş halde (matris gerilme altındadır). Matris çökelti arayüzünde absorbe edilen fazla Azot, nitrürleme süresi arttıkça CrN ile  $\alpha$ -Fe arayüzünde tutunamayabilir ve birleşerek moleküler Azot oluşur. Bunun sonucu olarak yapıda boşluklar (porozite) meydana gelir. A11 numunesinde tespit edilen boşlular Şekil 4.10' da görülmektedir. Bileşen tabakası kalınlığının artışı porozite artışı ile bağlantılıdır. Yayınım tabakasında ise porozite tane sınırlarında gerçekleşir [Devi 1998].



Şekil 4.10. A11 numunesi x1000 büyütme. Yayınım tabakasında ve nitrür fazları içerisinde boşluklar görülmektedir.

1,5 mbar basınçta 4, 7 ve 10 saat süre ile plazma nitrürlenmiş numunelere ait mikroyapı fotoğraflarında artan süreye bağlı olarak belirginleşen ve büyüyen bir yayınım tabakası görülmektedir (Şekil 4.11 – Şekil 4.16). İşlem süresi arttıkça ağ şeklinde oluşan nitrür fazları daha da belirginleşmiştir. Bu yapının, yüzeyde oluşan  $\varepsilon$  ve  $\gamma$ ' Fe-N fazları ile Azot yayınımı neticesinde meydana gelen Cr-N fazlarının birleşerek genişlemesi neticesinde oluştuğu söylenebilir. Diğer taraftan yüksek Karbon' a haiz A ve B numunelerinde (%1.55 C ve %2.10 C) Karbon' un büyük bir kısmı karbür, bir kısmı ise katı eriyik olarak yapıya dağılmış haldedir. Serbest Karbon Azot ile birlikte yayınır ve yüzeyde Karbonca fakir bir bölge kalır [Thorwarth 2000]. Bu durumun, nitrür fazlarının ağ şeklindeki oluşumunu desteklediği düşünülebilir. Çünkü bu yapılar Karbon oranı daha yüksek olan B numunesinde daha fazla miktarda görülmektedir. Ayrıca A grubu numunelerde gözlenmeyen boşlukların B grubu numunelerde artan süre ile çoğaldıkları tespit edilmiştir. Moleküler Azot nedeni ile meydana gelen mikro porozitenin genellikle bileşen tabakasında meydana geldiği, yayınım tabakasındaki büyük çaplı porozitelerin ise daha çok karbür fazları ile ilgili olduğu Devi [1998] tarafından ifade edilmiştir.



Şekil 4.11. A3 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.12. A4 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.13. A5 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.14. B3 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.15. B4 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.16. B5 numunesi x200 büyütme.

4,5 mbar basınçta 4, 7 ve 10 saat süre ile plazma nitrürlenmiş numunelere ait mikroyapı fotoğraflarında yayınım tabakası belirgindir (Şekil 4.17 – Şekil 4.22). A grubu numunelerde artan süre ile ağ şeklindeki nitrür fazlarının azaldığı,10 saatlik işlem sonunda ağ şeklinde çökelti fazı kalmadığı görülmektedir (Şekil 4.19). Bu durum, oluşan  $\varepsilon$  ve  $\gamma$ ' Fe-N fazlarının bozunarak Azot' un iç bölgelere yayınması şeklinde değerlendirilebilir. Artan süre ile yayınım tabakası kalınlığının arttığı tespit edilmiştir. Benzer şekilde B grubu numunelerde porozitelerin de artan süre ile küçüldüğü tespit edilmiştir (Şekil 4.20 – 4.22).



Şekil 4.17. A6 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.18. A7 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.19. A8 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.20. B6 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.21. B7 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.22. B8 numunesi x400 büyütme.

8 mbar basınçta 4, 7 ve 10 saat süre ile plazma nitrürlenmiş numunelere ait mikroyapı fotoğraflarında yayınım tabakası belirgindir (Şekil 4.23 – Şekil 4.30). İşlem süresi arttıkça ağ şeklinde oluşan nitrür fazlarının belirginleştiği, A11 ve B11 numunelerinde ise yüksek yoğunlukta oluşarak ana yapıda bulunan karbür çökeltileri ile birleştiği görülmektedir. 4,5 mbar basınçtaki deneylerde azalma eğiliminde olan ağ şeklindeki nitrür yapısının 8 mbar basınçtaki deneylerde artış göstermesinin nedeni, artan basınç ile nitrürleme potansiyelindeki artış sonucu nitrür fazları oluşumunun desteklenmesi olarak değerlendirilebilir. Yüzeyden 60–70 μm içeride oluşan boşlukların ise A10'a göre arttığı ve yüzeye paralel çizgi halinde devam ettiği görülmüştür (Şekil 4.25). İç bölgelerde plaka martenzit yapısı belirgin hale gelmiştir.



Şekil 4.23. A9 numunesi x400 büyütme.



Şekil 4.24. A10 numunesi x400 büyütme.



Şekil 4.25. A11 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.26. A11 numunesi x400 büyütme.



Şekil 4.27. B9 numunesi x400 büyütme.



Şekil 4.28. B10 numunesi x400 büyütme.



Şekil 4.29. B11 numunesi x200 büyütme.



Şekil 4.30. B11 numunesi x400 büyütme.

A grubu numunelerde nitrürleme derinliğinin artan basınç ve süre ile arttığı görülmektedir. Elde edilen sonuçlar Berg [2000], Alves [2000] ve Jeong [2001]' un çalışmalarını desteklemektedir.

B grubu numunelerde de, A grubuna benzer şekilde, artan basınç ve süre ile nitrürleme derinliğinin arttığı görülmektedir. Ancak 8 mbar' daki deneylerde nitrürleme derinliğinde önemli bir değişiklik olmamasına rağmen kalın bir bileşen tabakası oluşumu ve yayınım bölgesindeki nitrür fazlarının kalınlaşarak ağ şeklinde 45 μm derinliğe kadar dağılım gösterdiği tespit edilmiştir.

Başlangıç numunesi, plazma nitrürlenmiş (3, 7 ve 11 kodlu) numuneler ve yüksek doz implantasyonlu numunelere ait XRD paternleri Şekil 4.31 – Şekil 4.38 aralığında verilmiştir.



Şekil 4.31. A ve A7 numuneleri XRD paterni.



Şekil 4.32. B ve B7 numuneleri XRD paterni.



Şekil 4.33. A, A-A ve A-C numuneleri XRD paterni.



Şekil 4.34. A7, A-B ve A-D numuneleri XRD paterni.



Şekil 4.35. A7, A-P ve A-Q numuneleri XRD paterni.



Şekil 4.36. B, B-A, B-C numuneleri XRD paterni.



Şekil 4.37. B7, B-B, B-D numuneleri XRD paterni.



Şekil 4.38. B7, B-P, B-Q numuneleri XRD paterni.

A7 numunesinin XRD analizlerinde  $Cr_2N$  ve  $\varepsilon$ -Fe<sub>3</sub>N pikleri görülmektedir (Şekil 4.31). Devi [1998], 1.2379 çeliğinin plazma nitrürlenmesi neticesinde sıcaklık ve süreden bağımsız olarak  $\varepsilon$  ve  $\gamma$ ' fazlarının karışık halde oluştuğunu ifade etmiştir. Diğer yandan Thorwart [2000] aynı çelik üzerindeki plazma nitrürleme sonucu  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N fazının tespit edilemediğini belirtmiştir.  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N fazının pikinin görülmemesinin bu faz yapılarının çok küçük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.  $\varepsilon$ -Fe<sub>3</sub>N fazının baskın olarak meydana gelmesi ve  $Cr_2N$  fazının varlığı Da Siva Rocha [1999], Blawert [1998] ve Zhong [2003]' un sonuçlarını desteklemektedir.

B7 numunesinin XRD analizlerinde ise güçlü nitrür pikleri görülmemektedir (Şekil 4.32). Islah edilmiş numuneye göre  $Fe_3C$  ve  $Cr_7C_3$  piklerinin düşmesi, çok küçük boyutlarda muhtelif nitrür fazlarının oluşması nedeni ile büyük faz yapılarının bozunması şeklinde açıklanabilir.

Sadece iyon implante edilen AA, AC, BA ve BC numunelerinde yeni oluşan fazlara ait pikler görülmemektedir (Şekil 4.33 ve Şekil 4.36). Bu durum, implantasyon bölgesinin 0,1 µm' den küçük olmasından dolayı oluşabilecek fazların XRD yansıma düzlemlerinin tespit edilememesi (XRD cihazının hassasiyeti) ya da implante edilmiş Molibden atomlarının noktasal kusur ve dislokasyon oluşumu haricinde kimyasal bir reaksiyonun gerçekleşmemesi şeklinde ifade edilebilir. Molibden implantasyonu neticesinde balistik etki nedeni ile Molibden' in yeralan atomu şeklinde yapıda bulunduğu Mottu [2004] tarafından ifade edilmiştir. Yüksek dozlu implantasyon sonrasında BC numunesinde tüm piklerin başlangıç malzemesine göre azaldığı görülmektedir (Şekil 4.36). Mevcut fazlara ait piklerin azalmasının, implantasyon bölgesinde oluşan amorf yapıdan [Mottu 2002] kaynaklandığı da düşünülebilir.

Plazma nitrürleme üzerine iyon implantasyonu yapılan AB numunesinde benzer sonuç elde edilirken AD numunesinde ise  $Mo_2N$ ,  $Cr_2N$  ve  $Fe_3N$  fazlarına ait piklerin güçlü bir şekilde oluştuğu tespit edilmiştir (Şekil 4.34). BB numunesinde  $Cr_7C_3$  ve  $Fe_3C$  pikleri kaybolurken  $Fe_2C$ ,  $Fe_3N$  ve  $Mo_2N$  pikleri görülmektedir (Şekil 4.37). BD numunesinde ise bunlara ek olarak  $Cr_2N$  piki tespit edilmiştir. Plazma nitrürleme neticesinde mikroyapı fotoğraflarında da görüldüğü gibi oluşan nitrür fazları, Molibden implantasyonu neticesinde Molibden iyonları ile etkileşime girerek  $Mo_2N$  fazı oluşmuştur.

İyon implantasyonu sonrasında plazma nitrürlenen AP ve AQ numunelerinde XRD paterninde CrN,  $Mo_2N$ ,  $Cr_2N$  ve  $Fe_3N$  fazları tespit edilmiştir (Şekil 4.35). Zhong [2003] ve Mandle [2005] Molibden implantasyonu sonrası  $Mo_2N$  fazı oluşumunu

bildirmişlerdir. BP ve BQ numunelerinde Fe<sub>2</sub>C, Mo<sub>2</sub>N ve Fe<sub>3</sub>N fazları görülmektedir (Şekil 4.38). Yüksek dozlu implantasyon neticesinde ayrıca  $Cr_2N$  fazına ait pik ortaya çıkmıştır.

Plazma nitrürleme ve iyon implantasyonu yapılan numunelerde, AB numunesi hariç, Mo<sub>2</sub>N fazının ortaya çıktığı görülmektedir. Bu durum tetragonal Mo<sub>2</sub>N ve kübik Mo<sub>3</sub>N<sub>2</sub> oluşumunu tespit eden Isheim [2001]' in sonuçlarını desteklemektedir. Tespit edilen Mo<sub>2</sub>N fazları tetragonal yapıda olup, Mandle [2005] Molibden implantasyonu deneylerinde 580°C üzerinde Mo<sub>2</sub>N yapısının kübikten tetragonale dönüştüğünü belirtmiştir. Isheim [2001], 600°C' deki plazma nitrürleme deneylerinde tetragonal Mo<sub>2</sub>N fazlarının oluştuğunu bildirmiştir. Plazma nitrürleme ve Mo implantasyonu işlemlerinin arka arkaya gerçekleştirilmesi ile tetragonal yapıya dönüşümün plazma nitrürleme sıcaklığında (500°C) gerçekleştiği söylenebilir. Benzer şekilde, Plazma nitrürleme ve yüksek dozlu iyon implantasyonu yapılan numunelerde ise Cr<sub>2</sub>N fazının XRD paterninde görünür hale geldiği tespit edilmiştir. Her iki deney malzemesinin de %11 civarında Cr ihtiva etmesi nedeni ile Cr<sub>2</sub>N fazı oluşumu beklenebilir.

## 4.3. AŞINMA TESTLERİNİN YORUMLANMASI

Aşınma testlerine ait sürtünme katsayısı değişimi grafikleri 170,12 g, 422,45 g ve 929,25 g yük için Şekil 4.39 – Şekil 4.49 aralığında verilmiştir. A grubu numunelerde başlangıç malzemesi ve ıslah edilmiş olanlarda testin başlaması ile beraber sürtünme katsayısı hızla artmakta ve sürekli rejim şartlarına geçerek 0,5 - 0,7 arasında seyretmektedir (Şekil 4.39 ve Şekil 4.40). Plazma nitrürleme neticesinde sürtünme özelliklerinin iyileştiği, en düşük sürtünme değerlerinin A3, A4 ve A6 numunelerinde elde edildiği görülmektedir (Şekil 4.41 – Şekil 4.43). Plazma nitrürleme işlem basıncı ve süresinin artması ile birlikte yüzeyde oluşan bileşen tabakasının ( $\varepsilon$ -Fe<sub>2,3</sub>N ve  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N) miktarının arttığı mikroyapı fotoğraflarında görülmektedir. Sürtünme sırasında bileşen tabakası kırılmakta, sert, abrazif parçacıklar açığa çıkarak temas şartlarını bozmaktadır. Böylece sürtünme katsayısı değişmekte ve abrazif aşınma karakteri ortaya çıkmaktadır (Şekil 4.41 – Şekil 4.49). Bu durum Podgornik [1999] ve Karaoğlu [2003]' nun çalışmalarında da belirtilmiştir.



Şekil 4.39. A1 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.40. A2 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.41. A3 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.42. A4 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.43. A5 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.44. A6 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.45. A7 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.46. A8 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.47. A9 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.48. A10 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.49. A11 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.

B grubu numunelerde başlangıç malzemesi ve ıslah edilmiş olanlarda testin başlangıcında sürtünme katsayısı belirgin bir hızla artış göstermekte, başlangıç malzemesinde temas basıncında bağımsız olarak 0,5 civarına kalmasına rağmen ıslah edilmiş numunede en düşük temas basıncı için 0,9 değerine kadar ulaşmaktadır (Şekil 4.50 ve Şekil 4.51). Plazma nitrürleme neticesinde yüzeyde oluşan nitrür fazlarının sürtünme özelliklerini iyileştirdiği, testin başlaması ile sürtünme katsayısının belirli bir hızla artarak 0,4 – 0,6 mertebelerine kadar artış trendinde devam ettiği görülmektedir (Şekil 4.52 – Şekil 4.60). En iyi sürtünme şartları B5 (Şekil 4.54) ve B6 (Şekil 4.55) numunelerinde görülmektedir. Artan basınç ve süre ile yüzey bölgesinde oluşan nitrür fazlarının kalınlaşması neticesinde temas basıncı altında kırılma eğiliminin artarak sürtünme şartlarını değiştirdiği, A grubu numunelerde olduğu gibi burada da görülmektedir.



Şekil 4.50. B1 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.51. B2 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.52. B3 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.53. B4 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.54. B5 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.55. B6 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.56. B7 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.57. B8 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.58. B9 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.59. B10 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.60. B11 numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.

İyon implantasyonlu A grubu numunelerde ise (Şekil 4.61 ve Şekil 4.62) testin başlangıcında sürtünme katsayısı daha yavaş artmakta, en düşük yük için 0,2 civarında, yüksek yüklerde ise 0,6 civarında seyretmektedir. Artan iyon dozu ile bu durumun biraz daha iyileşme gösterdiği görülmektedir. Molibeden implantasyonunun sürtünme katsayısını iyileştirdiği Sharkeev [1999] ve Mottu [2004] tarafından ifade edilmiştir.

İyon implantasyonu yapılan B grubu numunelerin tamamında başlangıç sürtünme katsayısı 0,05' in altındadır (Şekil 4.63 – Şekil 4.64). Sadece implantasyon yapılan numunelerde testin başlangıcında sürtünme katsayısı artarak 0,15 – 0,30 arasında sürekli rejim şartlarına ulaşmaktadır. Artan iyon dozu ile bu değişim kötüleşmektedir.



Şekil 4.61. AA numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.


Şekil 4.62. AC numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.63. BA numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.64. BC numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.

Plazma nitrürlemeyi takiben yapılan implantasyon neticesinde A grubu numunelerde her yük için sürtünme katsayısı değişim profili belirgin bir şekilde ayrılmıştır. Yüksek iyon dozunun bu grup için olumsuz etkisi görülmektedir. Her iki iyon dozu neticesinde en düşük temas basıncı için sürtünme katsayısı 0,2 civarında kalmasına rağmen 1,5 ve 2 GPa temas basıncındaki testlerde sürtünme katsayısındaki değişim hızlı olmuş ve 0,4 mertebelerine çıkmıştır. En düşük yükte sürtünme katsayısının 0,05' ten başlayarak test boyunca 0,2 değerinin altında kalması (Şekil 4.65 ve Şekil 4.66), Molibden implantasyonu sonucu yüzey bölgesinde oluşan  $\varepsilon$ -Fe<sub>2,3</sub>N ve  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N fazları içine gömülen Molibden iyonlarının, amorf bölgeler oluşturarak sürtünme katsayısını düşürmesi şeklinde açıklanabilir [Jianhua 2005]. Artan yük ile amorf yapının nitrür fazlarının kırılmasını kolaylaştırdığı, dolayısıyla sürtünme katsayısının ani artış göstermesi düşünülebilir.



Şekil 4.65. AB numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.66. AD numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.

Plazma nitrürleme sonrası yapılan düşük dozlu implantasyon neticesinde B grubu numunelerde temas basıncından bağımsız olarak sürtünme katsayısı 0,16 civarında seyretmektedir (Şekil 4.67). Ancak yüksek dozda durum 0,25 – 0,30 arasında tespit edilmiştir (Şekil 4.68).



Şekil 4.67. BB numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.68. BD numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.

İmplantasyon sonrasında plazma nitrürleme yapılan A grubu numunelerde ise her iki iyon dozunda da en düşük temas basıncı için sürtünme katsayısı 0,1 civarında sabit kalmaktadır (Şekil 4.69 ve Şekil 4.70). Artan temas basıncı ile sürtünme katsayısı da artış göstermekte, yüksek iyon dozunda biraz daha kötüleşmektedir. Ancak her durumda sürtünme katsayısı test boyunca ani değişim göstermeden en yüksek 0,35 - 0,4 civarında seyretmektedir. Nitrürleme sıcaklığında, implantasyonlu bölgeye Azot' un yayınımı ve nitrür fazları ile Molibden atomları arasındaki etkileşim (Mo<sub>2</sub>N fazı oluşumu) nedeni ile sürtünme özelliklerinin daha da iyileşebileceği söylenebilir.



Şekil 4.69. AP numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.70. AQ numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.

İmplantasyonu takiben yapılan plazma nitrürleme işlemi ile B grubu numunelerin sürtünme özelliklerinin en iyi duruma gelerek test boyunca sürtünme katsayısının 0,2' nin altında kaldığı görülmektedir (Şekil 4.71 ve Şekil 4.72). Bu grup için iyon dozunun sürtünme katsayısı değişimini etkilemediği tespit edilmiştir. Jianhua [2005], H13 numunelere Mo implantasyonu neticesinde sürtünme katsayısının 0,2' den küçük olduğunu belirtmiştir. Özellikle yüksek dozlu Mo implantasyonu sonrasında yüzeyde oluşan amorf bölge sürtünme katsayısını düşürebilmektedir. İmplantasyon sonrası yapılan tavlama ile sürtünme özelliklerinin kötüleştiği, aşınma testi boyunca sürtünme katsayısının artarak orijinal numuneye yaklaştığı, bu durumun yüzeyde oluşan Mo<sub>2</sub>C fazlarına bağlı olduğu ve tavlama sıcaklığındaki artış ile Mo<sub>2</sub>C fazlarının büyüyerek sürtünme özelliklerini kötüleştirdiği yine Jianhua [2005] tarafından belirtilmiştir.



Şekil 4.71. BP numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.



Şekil 4.72. BQ numunesi sürtünme katsayısı değişimleri.

Başlangıç numunesi, ıslah edilmiş, plazma nitrürlenmiş (3,7 ve 11 kodlu) numuneler ile implantasyon yapılmış numunelerde 2 numaralı (425,45 gram yük) aşınma izine ait optik fotoğraflar Şekil 4.73 - Şekil 4.83 aralığında gösterilmiştir.



Şekil 4.73. A1 ve B1 numuneleri aşınma izi



Şekil 4.74. A2 ve B2 numuneleri aşınma izi



Şekil 4.75. A3 ve B3 numuneleri aşınma izi



Şekil 4.76. A7 ve B7 numuneleri aşınma izi



Şekil 4.77. A11 ve B11 numuneleri aşınma izi



Şekil 4.78. AA ve BA numuneleri aşınma izi



Şekil 4.79. AC ve BC numuneleri aşınma izi



Şekil 4.80. AB ve BB numuneleri aşınma izi



Şekil 4.81. AD ve BD numuneleri aşınma izi



Şekil 4.82. AP ve BP numuneleri aşınma izi



Şekil 4.83. AQ ve BQ numuneleri aşınma izi

Aşınma izlerine ait SEM fotoğraflarında (Şekil 4.84 – Şekil 4.95) nitrür fazları ve bu ince tabakaların kırılması neticesinde aşınma ortamında abrazif etki oluşturan parçacıklar görülmektedir.

A3 numunesinde (Şekil 4.84) tüm temas basınçlarında sürtünme katsayısının değişmediği bu durumun nitrür tabakasının çatlamasına rağmen dağılmaması nedeni ile abrazif etkisin oluşmaması şeklinde açıklanabilir. A7, A11, B3, B7 ve B11 numunelerinde nitrür tabakası tamamen kırılmış ve parçacıklar ortama dağılmış haldedir.

İyon implantasyonlu AC numunesinde yüzeyde herhangi bir kırılma olmadığı ancak aşınma ucunun hareket doğrultusunda oluşan yığılmalar nedeni ile sürtünme katsayısının arttığı söylenebilir (Şekil 4.87). Benzer durum BC numunesinde de geçerlidir (Şekil 4.93) ve AC' ye göre daha az yığılma söz konusudur. Plazma nitrürlenmiş ve implantasyon yapılmış AD (Şekil 4.88), AP (Şekil 4.89), BD (Şekil 4.94) ve BP (Şekil 4.95) numunelerinde de yüzeydeki nitrür tabakalarında çatlaklar ve kırılmalar mevcuttur.



Şekil 4.84. A3 numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.85. A7 numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.86. A11 numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.87. A.C numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.88. A.D numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.89. A.P numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.90. B3 numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.91. B7 numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.92. B11 numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.93. B.C numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.94. B.D numunesi SEM görüntüsü.



Şekil 4.95. B.P numunesi SEM görüntüsü.

Aşınma testlerindeki kütle kaybı miktarları Çizelge 4.22 ve 4.23' de verilmiştir.

Kuvvet		Kütle kaybı (gram)							
(N)	A.3	A.4	A.5	A.6	A.7	A.8	A.9	A.10	A.11
1,668	0,0022	0,0017	0,0009	0,0014	0,0012	0,0021	0,0023	0,0018	0,0006
4,143	0,0010	0,0009	0,0027	0,0020	0,0027	0,0010	0,0017	0,0022	0,0028
9,113	0,0014	0,0009	0,0019	0,0012	0,0003	0,0008	0,0010	0,0004	0,0004
	A.1	A.2	A.A	A.C	A.B	A.D	A.P	A.Q	
1,668	0,0053	0,0020	0,0005	0,0007	0,0013	0,0015	0,0004	0,0006	
4,143	0,0025	0,0022	0,0015	0,0009	0,0003	0,0007	0,0010	0,0026	
9,113	0,0018	0,0013	0,0018	0,0007	0,0008	0,0007	0,0011	0,0013	

Çizelge 4.22. A grubu numunelerin kütle kaybı miktarları.

Cizelge 4.23.	B	grubu	numunelerin	kütle	kavhi	miktarl	arı
Çızılge 4.25. i	$\boldsymbol{\nu}$	SINDA	manancierm	Runc	RayDi	miniari	an

Kuvvet		Kütle kaybı (gram)							
(N)	<b>B.3</b>	<b>B.4</b>	<b>B.5</b>	<b>B.6</b>	<b>B.7</b>	<b>B.8</b>	<b>B.9</b>	<b>B.10</b>	<b>B.11</b>
1,668	0,0022	0,0013	0,0024	0,0008	0,0018	0,0017	0,0003	0,0013	0,0001
4,143	0,0004	0,0013	0,0003	0,0015	0,0010	0,0009	0,0015	0,0012	0,0001
9,113	0,0004	0,0020	0,0009	0,0007	0,0006	0,0007	0,0007	0,0006	0,0007
	<b>B.1</b>	<b>B.2</b>	B.A	B.C	B.B	B.D	B.P	B.Q	
1,668	0,0005	0,0011	-0,0009	0,0003	0,0001	0,0003	0,0010	0,0004	
4,143	0,0005	0,0005	-0,0004	0,0006	0,0005	-0,0003	0,0010	-0,0002	
9,113	0,0003	0,0004	-0,0008	-0,0001	0,0001	-0,0004	-0,0008	0,0003	

Plazma nitrürlenmiş A grubu numunelerde genel olarak yük arttıkça kütle kaybının azaldığı görülmektedir (Çizelge 4.22). Ancak A5 numunesinde bu durum tersi bir hal almıştır. A6 numunesinde ise en düşük ve en yüksek yük arasında kütle kaybı açısından bir fark yoktur. A1 ve A2 numuneleri için de yük arttıkça kütle kaybı azalmaktadır. Tüm testlerde en yüksek kütle kaybı A1 numunesinde en düşük yük altında gerçekleşmiştir. En düşük kütle kaybı ise yüksek dozlu implantasyon yapılan numunededir.

Yükün, dolayısıyla temas basıncının artmasının, aşınma izinde plastik deformasyona yol açtığı ve sürtünme sırasında ortaya çıkan abrazif parçacıkların yüzeyden uzaklaştırılmadan ana malzemeye gömüldüğü düşünülebilir. Başlangıç malzemesinde kütle kaybının doğrusal olarak azalması bu durumu açıklamaktadır. Islah edilmiş

malzeme için ise düşük ve orta yükte kütle kaybı aynı mertebede, yüksek yükte ise azalmaktadır. Bu durum mukavemeti artan ana yapının plastik deformasyona olan direnci nedeniyledir. Benzer şekilde plazma nitrürlenmiş numunelerde de yüzey bölgesindeki nitrür fazlarının kırılması ile açığa çıkan çok sert abrazif parçacıkların yine yüksek sertlikteki matris malzemeye gömülebilmesi için orta yükün yeterli olmadığı, bu yük altındaki aşınma testlerinde kütle kaybının diğer yüklere göre fazla olmasından dolayı düşünülebilir.

Sadece iyon implantasyonlu numunelerde ise düşük dozda yük arttıkça kütle kaybının arttığı, yüksek dozda ise kütle kaybının değişmediği gözlenmiştir. Plazma nitrürleme sonrası yapılan implantasyon neticesinde artan yük ile kütle kaybının azaldığı, implantasyon üzerine yapılan plazma nitrürleme neticesinde ise durumun tersine döndüğü görülmektedir. A grubu numunelerde en az kütle kaybı AC, AB ve AP numunelerindedir. Genel olarak plazma nitrürleme sürtünme katsayısını düşürmekle birlikte aşınma açısından çok yüksek bir iyileşme göstermemektedir. Bu durum yüzeydeki nitrür fazlarının kırılması neticesinde abrazif etkinin artmasından dolayıdır. En düşük sürtünme katsayısı A3, A4 ve A6' da görülmektedir. Düşük yük için sürtünme katsayısı ve kütle kaybı açısından en iyi sonuç AC ve AP numunelerindedir. B grubu numunelerde ise artan yük ile kütle kaybı genel olarak azalmaktadır (Çizelge 4.23). B6 ve B9 numunelerinde önemli bir değişim gözlenmemektedir. Ancak B4 ve B11 numunelerinde artış tespit edilmiştir. Başlangıç malzemesinde tüm yük değerlerinde kütle kaybı değişmemiştir ve düşük değerlerdedir. İslah edilmiş numunede düşük yükte kütle kaybı artış göstermiş, artan yük ile bu değer azalarak başlangıç malzemesindeki değerlere gelmiştir.

Sadece düşük dozlu implantasyon yapılan numunelerde tüm testlerde kütle kazanımı görülmektedir. Yüksek dozda ise kütle kaybı değerlerinin başlangıç malzemesinden daha az olduğu tespit edilmiştir. Plazma nitrürleme sonrası iyon implantasyonu yapılan numunelerde tüm yüklerde başlangıç malzemesinden daha az kütle kaybı söz konusudur. Ancak yüksek iyon dozlu numunelerde artan yük ile malzeme kazanımı ortaya çıkmıştır. İmplantasyon sonrası yapılan plazma nitrürleme neticesinde düşük dozda kütle kaybının arttığı, düşük doz ve yüksek yük altında malzeme kazanımı olduğu, yüksek dozda ise başlangıç malzemesine göre kütle kaybının daha iyi olduğu tespit edilmiştir.

B grubu malzemenin, başlangıç malzemesi olarak kütle kaybı ve sürtünme katsayısı değerlerinin A grubu malzemeden daha iyi olduğu aşınma testleri sonucunda görülmektedir. Plazma nitrürleme neticesinde başlangıçta düşük devam eden sürtünme katsayısı daha sonra artış göstererek ilk duruma göre daha fazla yükselmiştir. Yüzeydeki nitrür fazlarının kırılarak bu durumu etkilediği düşünülmektedir. En düşük sürtünme katsayısı iyon implantasyonlu numunelerde BB, BP ve BQ' da görülmektedir. Molibden iyon implantasyonunun sürtünme özeliklerini iyileştirdiği ancak aşınma karakterinde adezif etki oluşturduğu söylenebilir. En az kütle kaybı B11 ve BB numunelerinde tespit edilmiştir. SEM fotoğraflarından da görüldüğü gibi Molibden implantasyonu yapılmış olan B grubu numunelerde yüzeydeki nitrür fazlarının kırılma eğilimi azdır.

#### **5. SONUÇLAR**

Yapılan bu çalışmada ıslah edilmiş numunelere farklı basınç ve sürelerde plazma nitrürleme işlemi uygulandı. Ayrıca plazma nitrürlenmiş numunelerden bir gruba iki farklı dozda Molibden iyon implantasyonu yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- Plazma nitrürleme işleminin yüzey sertliklerini, başlangıç malzemesine göre yaklaşık 7 kat artırdığı, plazma nitrürleme ile elde edilen sertlik değerlerinin su verme ile elde edilebilecek sertlikten daha fazla olduğu görülmüştür.
- 2. Genel olarak yüzeyde oluşan bileşen tabakası kalınlığının 0,1 μm' ye kadar olduğu, en kalın bileşen tabakasının ise en yüksek basınç ve süre şartlarında B11 numunesinde 4 μm civarında meydana geldiği tespit edilmiştir. Her iki grup numunede de Cr oranının %11 civarında olması ve Krom' un Azot' a afinitesi nedeniyle demir-nitrür fazları oluşumunun sınırlı kalması beklenebilir.
- 3. Nitrürleme derinliğinin 4,5 mbar işlem basıncına kadar olan deneylerde artan süre ve basınç ile arttığı tespit edilmiştir. 8 mbar basınçtaki deneylerde ise artış eğiliminde olan nitrürleme derinliği bir noktadan itibaren sınırlı kalmaktadır. Bu şartlarda Azot' un iç bölgelere yayınmadan, yüzeye yakın bölgelerde kalın nitrür çökeltileri oluşturduğu görülmüştür.
- Artan süre ve basınç ile B numunesinde yüzeye paralel ve yüzeyden yaklaşık 60 μm derinlikte boşluklar tespit edilmiştir. Bu durumun karbür fazlarından kaynaklanabileceği (Devi 1998), ayrıca numune yüzeylerinin parlatılması sırasında oluşabileceği düşünülmektedir.
- 5. Plazma nitrürlemenin sürtünme katsayısını düşürerek aşınma özelliklerini iyileştirdiği aşınma testlerinden görülmektedir. Ancak, yüzeyde oluşan nitrür fazlarının kırılması ve sert nitrür parçacıklarının aşınma ortamına girmesi nedeni

ile abrazif aşınma karakteri görülmekte ve bu durumda sürtünme katsayısı artış göstermektedir.

- 6. Molibden iyon implantasyonunun sürtünme katsayısını önemli oranda düşürdüğü tüm testlerde görülmektedir. Plazma nitrürlenmiş ve Molibden implantasyonu yapılmış numunelerde yüzeydeki nitrür fazlarının, plazma nitrürlenmiş numunelere göre daha az da olsa çatladığı ve kırıldığı tespit edilmiştir. Sürtünme katsayısının test boyunca düşük kalması nedeni ile abrazif etkinin çok sınırlı olduğu söylenebilir.
- Molibden implantasyonu neticesinde XRD verilerinde Mo<sub>2</sub>N ve Cr<sub>2</sub>N fazlarının oluşumu tespit edilmiştir. Bu fazların sadece plazma nitrürlenmiş yapıya göre sürtünme özelliklerini daha da iyileştirdiği söylenebilir.
- A grubu numunelerde plazma nitrürleme sonucu sürtünme katsayısı önemli oranda düşmektedir. Kütle kaybı açısından ise Molibden implantasyonu plazma nitrürlemeye göre daha iyi sonuç vermektedir.
- 9. B grubu numunlerin başlangıç durumundaki aşınma dayanımı A grubu malzemelere göre daha iyidir ve plazma nitrürlemenin önemli bir iyileşme gösterdiği söylenemez. Ancak plazma nitrürleme neticesinde sürtünme katsayısında iyileşme gözlenmektedir. B grubu numunelere Molibden implantasyonu sürtünme katsayısını önemli oranda düşürmektedir.
- 10. Plazma nitrürlenmiş A ve B grubu numunelerin aşınma testlerinde sürtünme katsayısı değişimi ve kütle kaybının birbiri ile belirgin bir bağlantısı tespit edilememiştir. Bu durum yüzeyde oluşan nitrür fazlarının kırılması, yük ve sürtünme şartlarına bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimi ve kütle kaybında değişken bir durum ortaya çıkması ile açıklanabilir.

- Başlangıç malzemesine göre A numunesinde ıslah işlemi ile kütle kaybı ve sürtünme katsayısı değerleri azalma göstermekte, B numunesinde ise değişmemektedir.
- 12. Tüm Molibden implantasyonlu A grubu numunelerde 1,15 Gpa temas basıncı için kütle kaybı ve sürtünme katsayısı başlangıç malzemesine göre önemli oranda düşmüştür. Artan temas basıncı ile sürtünme katsayısı artış göstermiştir. B grubu numulerde ise tüm temas basınçlarında sürtünme katsayısı (BD numunesi hariç) 0,20' nin altında kalmıştır.
- 13. Molibden implantasyonu üzerine yapılan plazma nitrürleme işlemi neticesinde sürtünme katsayısındaki değişim diğer uygulamalara göre daha az olmuştur. Molibden implantasyonunun her iki grup malzemenin de aşınma ve sürtünme özelliklerini iyileştirdiği söylenebilir.

#### KAYNAKLAR

ASM HANDBOOK 1988. Forming and Forging, Vol 14, Eds Semiatin, S.L., Joseph R. Davis, ASM International, Ohio.

ASM HANDBOOK 1994. Surface Engineering, Vol 5, Ed. Steven R. LAMPMAN, ASM International, Ohio.

BARGEL, H.J., G. SCHULZE 1980. Werkstoffkunde. Verlag Gmbh., Duesseldorf. Çev. ŞEFİK GÜLEÇ, AHMET ARAN 1987. Malzeme Bilgisi Cilt 2. Gebze.

SMITH, W.F. 1993. Structure and Properties of Engineering Alloys. McGraw Hill. Çev. MEHMET ERDOĞAN 2000. Nobel Yayın Dağıtım, Ankara.

PYE, DAVID 2003. Practical Nitriding and Ferritic Nitricarburizing. ASM International, Ohio.

BERG, M., BUDTZ-JORGENSEN, C.V. 2000. On plasma nitriding of steels. Surface & Coatings Technology, Vol.124, p.25-31.

ASM HANDBOOK 1991. Heat Treating, Vol 4, Eds Joseph R. Davis, Grace M. Davidson, Steven R. Lampman, Theodore B. Zorc, ASM International, Ohio.

MUSIL, J., VLCEK, J. 2000. Recent progress in plasma nitriding. Vacuum, Vol.59, p.940-951.

CZERWIEC, T., MICHEL, H. 1998. Low-pressure, high density plasma nitriding: mechanisms, technology and results. Surface & Coatings Technology, Vol.108-109, p.182-190.

ÖZTARHAN, A., BROWN, I. 2005. Metal vapour vacuum arc ion implantation facility in TURKEY. Surface & Coatings Technology, Vol.196, p.327-332.

ASM HANDBOOK 1992. Friction, Lubrication and Wear Technology, Vol 18, Ed Henry, Scott D. ASM International, Ohio.

YANG, L.J. 2005. A test methodology fort he determination of wear coefficient. Wear, Vol.259, p.1453-1461.

LEI, M.K., ZHANG, Z.L. 1997. Plasma Source Ion Nitriding of pure iron: formation of an iron nitride layer and hardned diffusion layer at low temperature. Surface & Coatings Technology, Vol.91, p.25-31.

JIRASKOVA, Y, HAVLICEK, S. 2001. Characterization of iron nitrides prepared by spark erosion, plasma nitriding and plasma immersion ion implantation. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol.234, p.477-488.

ALVES, Jr., CLODOMIRO, RODRIGUES JOSE de ANCHIETA 2000. Growth of nitrided layers on Fe Cr alloys. Materials Science & Engineering A, Vol.279, p.10-15.

SKOLOWSKA, A., RUDNICKİ, J. 2001. Nitrogen transport mechanisms in low temperature ion nitriding. Surface & Coatings Technology, Vol.142-144, p.1040-1045.

JEONG, B.Y., KIM, M.H. 2001. Effects of the process parameters on the layer formation behaviour of plasma nitrided steels. Surface & Coatings Technology, Vol.141, p.182-186.

Da SILVA ROCHA, A., STROHAECKER, T. 1999. Microstructure and residual stresses of a plasma-nitrided M2 tool steel. Surface & Coatings Technology, Vol.115, p.24-31.

ZHONG, Li, HAN, Xi. 2003. Research of component phases microstructure shape of a rapid ion itriding layer. Journal og Materials Engineering and Performance, Vol.12 p.xxx-xxx.

BLAWERT, C, MORDIKE, B.L. 1998. Surface treatment of nitriding steel 34CrAlNi7: a comparision between pulsed plasma nitriding and plasma immersion ion implantation. Surface & Coatings Technology, Vol.98, p.1181-1186.

UMA DEVI, M, MOHANTY, O.N. 1998. Plasma-nitriding of tool steels for combined percussive impact and Rolling fatigue wear applications. Surface & Coatings Technology, Vol.107, p.55-64.

BORGIOLI, F, GALVANETTO, E. 2002. Glow-discharge nitriding and post-oxidising treatments of AISI H11 steel. Surface & Coatings Technology, Vol.162, p.61-66.

ALSARAN, A, ÇELİK, A. 2001. Structural characterization of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel. Materials Characterization, Vol.47, p.207-213.

ALSARAN, A, KARAKAN, M. 2002. The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel. Materials Characterization, Vol.48, p.323-327.

KARAKAN, M, ALSARAN, A. 2003. Effects of various gas mixtures on plasma nitriding behaviour of AISI 5140 steel. Materials Characterization, Vol.49, p.241-246.

ALSARAN, A, ÇELİK, A. 2005. Structural, mechanical and tribological properties of dublex-treated AISI 5140 steel. Materials Characterization, Vol.54, p.85-92.

KARAOĞLU, S. 2003. Structural characterization and wear behaviour of plasmanitrided AISI 5140 low-alloy steel. Materials Characterization, Vol.49, p.349-357.

ÇELİK, A, EFEOĞLU, İ. 2001. Microstructure and structural behaviour of ion-nitrided AISI 8620 steel. Materials Characterization, Vol.46, p.39-44.

PODGORNİK, B. 2001. Wear resistance of puls plasma nitrided AISI 4140 and A355 steels. Materials Science & Engineering A, Vol.315, p.28-34.

PELLIZZARI, M. 2003. Thermal fatigue resistance of gas and plasma nitrided 41CrAlMo7 steel. Materials Science & Engineering A, Vol.352, p.186-194.

FEUGEAS, J.N. 2003. Time evolution of Cr and N on AISI 304 steel surface during puls plasma ion nitriding. Thin Solid Films, Vol.424, p.130-138.

ISHEIM, D., SIEM, E.J. 2001. Nanometer-scale solute segregation at heterophase interfaces and microstructural evolution of molybdenum nitride precipitates. Ultramicroscopy, Vol.89, p.195-202.

TONGHE, Z., HUIXING, Z. 2000. Industrialization of MEVVA source ion implantation. Surface & Coatings Technology, Vol.128-129, p.1-8.

THORWARTH, G., MANDL, S. 2000. Plasma immersion ion implantation of coldwork steel. Surface & Coatings Technology, Vol.125, p.94-99. BLAWERT, C., MORDIKE, B.L. 2000. Characterization f dublex layer structures produced by simultaneous implantation of nitrogen and carbon into austenitic stainless steel X5CrNi189. Surface & Coatings Technology, Vol.128, p.219-225.

MARTINEZ, R., GARCIA, J.A. 2003. Study of the tribolojical modification induced by nitrogen implantation on Cr, Mo and W. Surface & Coatings Technology, Vol.174, p.1253-1259.

MANDLE, S. 2005. Nitride formation in transtion metals during high fluence-high temperature implantation. Surface & Coatings Technology, Vol.200, p.584-588.

MOTTU, N., VAYER, M. 2002. Structural Modification induced by Mo implantation in stainless steel. Surface & Coatings Technology, Vol.151, p.47-50.

MOTTU, N., VAYER, M., ERRE, R. 2004. Xe and Mo ion implantation on austenitic stainless steel: structural modification. Surface & Coatings Technology, Vol.183, p.165-173.

FU, R., KWOK, S. 2005. Surface modification of cemented carbide using plasma nitriding and metal ion implantation. Surface & Coatings Technology, Vol.196, p.150-154.

JIANHUA, Y., MINGFEI, C. 2005. The annealing behaviour of H13 steel implanted with molybdenum ions. Materials Science and Engineering A, Vol.395, p.214-217.

WANG, You, LEI, Tingquan. 1999. Tribo-metallographic behaviour of high carbon steels in dry sliding II. Microstructure and wear. Wear, Vol.231, p.12-19.

PODGORNIK, B. 1999. Wear properties of induction hardened, conventional plasma nitrided and pulsed plasma nitrided AISI 4140 steel in dry sliding conditions. Wear, Vol.232, p.231-242.

AKBAŞ, N., ÖZTARHAN, A. 2002. Investigation on the tribology of Zr ion implanted tool steel. Wear, Vol.252, p.540-545.

STRAFFELINI, G., AVI, G. 2002. Effect of three nitriding treatments on tribological performance of 42CrAlMo7 steel in boundary lubrication. Wear, Vol.252, p.870-879.

PODGORNIK, B., HOGMARK, S. 2003. Wear resistance and anti-sticking properties of dublex treated forming tool steel. Wear, Vol.254, p.1113-1121.

PURUSHOTHAM, K.P., WARD, L.P. 2004. wear behaviour of CrN coatings MEVVA ion implanted with Zr. Wear, Vol.257, p.901-908.

PIERSON, O. HUGH 1996. Handbook Of Refractory Carbides And Nitrides. Noyes Pulication, New Jersey.

SCHACHERL, R.E., GRAAT, P.C.J. 2004. The Nitriding Kinetics of Iron-Chromium Alloys; The Role of Excess Nitrogen: Experiments and Modelling. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 35A, p.3387-3398.

GRESSMAN, T. 2007. Fe-C and Fe-N Compound Layers: Growth Kinetics and Microstructure. Dissertation an der Universtaet Stuttgart Bericht Nr.206, Max-Planc-Institute für Metallforschung.

SHARKEEV, Y.P., GRITSENKO, B.P. 1999. Modification of Metallic Materials and Hard Coatings Using Metal Ion Implantation. Vacuum, Vol.52, p.247-254.

# EK - 1 XRD YANSIMA DÜZLEMLERİ

Fe	Demir – fe	<u>rrit kübik</u>
20	Ι	h k l
44,7124	· 100	) 110
65,0818	20	200
82,4158	30	211

## FeC Demir-karbür

20	Ι	h k l
39,9819	35	
42,6691	45	
44,9649	100	

# Fe<sub>2</sub>C Demir-karbür hegzagonal

20	Ι	h k l
37,7176	25	100
41,519	25	002
43,2691	100	101

<u>Fe<sub>2</sub>C De</u>	emir-karbi	<u>ir ortorombik</u>
20	Ι	h k l
41,8411	30	020
42,7962	100	111
43,7973	46	210

<u>Fe<sub>3</sub>C</u>	Demir-karbi	<u>ür ortorombik</u>
20	Ι	h k l
42,9162	57	211
43,7801	67	102
45,0311	100	031

Cr	Krom		kübik
20		Ι	h k l
44,4305		100	110
81,8036		30	211
115,409	7	20	310
$\underline{Cr_7C_3}$	Krom-	<u>karbür</u>	Ortorombik
20		Ι	h k l
39,222		33	150
42,5821		46	112
44,2045		100	151
<u>Fe<sub>3</sub>N</u>	ε-Dem	<u>ir-nitrü</u>	<u>rhegzagonal</u>
20		Ι	h k l
43,7281		100	111
57,5472	,	54	112
69,2832	,	52	300
CrN	Krom-	nitriir	kübik
2011 20	<u>IXIOIII</u>	I	h k l
37 5705		80	111
43 775		100	200
63 5985		80	220
05,5705		00	
<u>Cr<sub>2</sub>N</u>	0 77		
_	B-Kro	<u>m-nitrü</u>	<u>r</u>
20	β-Kro	<u>m-nitrü</u> I	<u>r</u> h k l
<b>20</b> 40,2248	<u>β-Kro</u>	<u>m-nitrü</u> I 21	<u>r</u> <b>h k l</b> 0 0 2
<b>20</b> 40,2248 42,647	β-Kro	<u>m-nitrü</u> I 21 100	<u>r</u> <b>h k l</b> 0 0 2 1 1 1
<b>20</b> 40,2248 42,647 56,061	<u>β-Kro</u>	<u>m-nitrü</u> I 21 100 19	r h k l 0 0 2 1 1 1 1 1 2
<b>20</b> 40,2248 42,647 56,061 MoaN	<u>β-Kro</u>	<u>m-nitrü</u> I 21 100 19 den-nitr	<b>h k l</b> 0 0 2 1 1 1 1 1 2
20 40,2248 42,647 56,061 <u>Mo<sub>2</sub>N</u> 20	<u>β-Kro</u>	<u>m-nitrü</u> I 21 100 19 <u>den-nitr</u>	<b>h k l</b> 0 0 2 1 1 1 1 1 2 <u>ür tetragonal</u>
20 40,2248 42,647 56,061 <u>Mo<sub>2</sub>N</u> 20 37,7176	<u>β-Kro</u>	<u>m-nitrü</u> I 21 100 19 <u>den-nitr</u> I	r h k l 0 0 2 1 1 1 1 1 2 <u>ür tetragonal</u> h k l 1 1 2
20 40,2248 42,647 56,061 <u>Mo<sub>2</sub>N</u> 20 37,7176	<u>B-Kro</u>	<u>m-nitrü</u> I 21 100 19 <u>den-nitr</u> I 100 33	$\frac{f}{h k l} \\ 0 0 2 \\ 1 1 1 \\ 1 1 2 \\ \frac{f}{ur}  tetragonal} \\ h k l \\ 1 1 2 \\ 2 0 0$
20 40,2248 42,647 56,061 <u>Mo<sub>2</sub>N</u> 20 37,7176 43,204	<u>B-Kro</u>	<u>m-nitrü</u> I 21 100 19 <u>den-nitr</u> I 100 33 27	$\frac{\mathbf{r}}{\mathbf{h} \mathbf{k} \mathbf{l}} \\ 0 \ 0 \ 2 \\ 1 \ 1 \ 1 \\ 1 \ 1 \ 2 \\ \frac{\mathbf{r} \mathbf{i} \mathbf{r}}{\mathbf{r}} \frac{\mathbf{tetragonal}}{\mathbf{h} \mathbf{k} \mathbf{l}} \\ \mathbf{h} \mathbf{k} \mathbf{l} \\ 1 \ 1 \ 2 \\ 2 \ 0 \ 0 \\ \mathbf{a} \mathbf{l} 2 \\ \end{array}$

### ÖZGEÇMİŞ

Ersin Eser KORKMAZ, 20 Kasım 1971 tarihinde Bursa'da doğdu. İlkokulu Bursa Atatürk İlkokulu ve orta öğrenimini Bursa Erkek Lisesi'nde tamamladıktan sonra 1988 yılında İstanbul Atatürk Fen Lisesi' nden mezun oldu. Aynı yıl İstanbul Teknik Üniversitesi Makina Fakültesi Makina Mühendisliği bölümünde lisans eğitimine başladı. 1992 yılında Makina Mühendisliği bölümünden mezun oldu ve akademik İngilizce eğitimi için UMIST' de (University of Manchester Science and Technology) bulundu. 1993 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makina Anabilim Dalı Makina Mühendisliği Bölümünde yüksek lisans eğitimine başladı. Aynı yıl Bursa' da tekstil sektöründe bakım mühendisi olarak iş hayatına atıldı. 1997 yılında yüksek lisans çalışmasını bitirdi ve 1998 yılında askerlik görevini tamamlayarak aynı fabrikada Makine ve Enerji Müdürü olarak göreve başladı. 2005 yılında Kuşadası' nda gerçekleştirilen SMMIB 05 (Surface Modification of Materials by Ion Beams) kongresinde yerel organizasyon komitesi üyesi olarak görev aldı. 2006 yılında tekstil sektöründeki görevinden ayrılarak plazma nitrürleme konusunda faaliyetlere başladı. Halen aynı konuda çalışmalarına devam etmektedir.

## TEŞEKKÜR

Bu çalışmada hiçbir zaman yardım ve desteğini esirgemeyen danışman hocam Sayın Prof. Dr. Ali BAYRAM' a, tezin gelişimindeki katkılarından dolayı Tez İzleme Komitesinin değerli üyeleri Sayın Prof. Dr. Agah UĞUZ ve Sayın Prof. Dr. Aslı HOCKENBERGER' e, iyon implantasyonu konusunda SMMIB 05 Kongresinde bilgilerini paylaşan ve beni yönlendiren Sayın Prof. Dr. Ahmet ÖZTARHAN, Dr. Ronghua WEI, Prof.Dr. Daryush ILA ve Dr. Andre ANDERS'e, İmplantasyon deneylerinin yapılması konusunda bana kapılarını açan ANSTO (Australian Nuclear Science and Technology Organization) yetkililerine ve deneyleri gerçekleştiren Dr. Peter EVANS'a, SEM ölçümlerinde destek veren Sayın Öğretim Görevlisi Dr. Sertan Kemal AKAY' a, maddi ve manevi desteğini hiçbir zaman esirgemeyen aileme sonsuz teşekkür ederim.