

**T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**AISI 4140 ÇELİĞİNDE FARKLI YÜZEY MORFOLOJİLERİNİN  
GAZ NİTRASYON İŞLEMİNE ETKİSİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Sena HOŞVER**

**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**

**MAYIS 2023**



**T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**AISI 4140 ÇELİĞİNDE FARKLI YÜZEY MORFOLOJİLERİNİN  
GAZ NİTRASYON İŞLEMİNE ETKİSİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Sena HOŞVER**

**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Tez Danışmanı: Prof. Dr. Fatih ÜSTEL**

**MAYIS 2023**



Sena HOŞVER tarafından hazırlanan ‐AISI 4140 ‐ELİĐİNDE FARKLI YÜZEY MORFOLOJİLERİNİN GAZ NİTRASYON İŐLEMİNE ETKİSİ ‐ adlı tez ‐alıŐması 31.05.2023 tarihinde aŐaĐıdaki jüri tarafından oy birliĐi ile Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme MühendisliĐi Anabilim Dalı Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiŐtir.

### **Tez Jürisi**

- Jüri BaŐkanı :**       **Prof. Dr. Fatih ÜSTEL** .....  
Sakarya Üniversitesi
- Jüri Üyesi :**        **Dr. Öğr. Üyesi Garip ERDOĐAN** .....  
Sakarya Üniversitesi
- Jüri Üyesi :**        **Doç. Dr. Ekrem ALTUNCU** .....  
Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi



## **ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ**

Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Eğitim-Öğretim Yönetmeliğine ve Yükseköğretim Kurumları Bilimsel Araştırma ve Yayın Etiği Yönergesine uygun olarak hazırlamış olduğum “ AISI 4140 ÇELİĞİNDE FARKLI YÜZEY MORFOLOJİLERİNİN GAZ NİTRASYON İŞLEMİNE ETKİSİ ” başlıklı tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın tüm aşamalarında yukarıda belirtilen yönetmelik ve yönergeye uygun davrandığımı, tezin içerdiği yenilik ve sonuçları başka bir yerden almadığımı, tezde kullandığım eserleri usulüne göre kaynak olarak gösterdiğimi, bu tezi başka bir bilim kuruluna akademik amaç ve unvan almak amacıyla vermediğimi ve 20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince Sakarya Üniversitesi’nin abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Enstitü tarafından belirlenmiş ölçütlere uygun rapor alındığını, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun ortaya çıkması halinde doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi beyan ederim.

(31/05/2023)

Sena HOŞVER





*Hep destekçim olan annem ve her zaman benimle olduğunu bildiğim babama...*



## **TEŐEKKÜR**

Tez alıőmam boyunca hibir desteęini esirgemeyen, bilgi ve tecrübeleri ile katkılar saęlayıp, beni yönlendiren danıőmanım Sayın Prof. Dr. Fatih ÜSTEL'e,

alıőmamın analizlerinde yardımlarını esirgemeyen TESLAB ailesine,

Kullanmıő olduęum ham malzeme, proses ve tezgah kullanımında destek veren SARSILMAZ SİLAH SANAYİ A.Ő alıőanlarına,

Tez alıőmam süresince maddi, manevi hep yanımda olan canım ailem ve sevgili arkadaşlarıma teşekkürlerimi sunarım.

Sena HOŐVER



## İÇİNDEKİLER

### Sayfa

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ .....	v
TEŞEKKÜR .....	ix
İÇİNDEKİLER .....	xi
KISALTMALAR .....	xiii
SİMGELER .....	xv
TABLO LİSTESİ .....	xvii
ŞEKİL LİSTESİ .....	xix
ÖZET .....	xxi
SUMMARY .....	xxiii
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2. KAYNAK ARAŞTIRMASI .....</b>	<b>1</b>
<b>3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI .....</b>	<b>5</b>
3.1. Çelikler .....	5
3.2. Nitrasyon(Nitrürasyon) Çelikleri .....	5
3.3. AISI 4140 Çeliği .....	9
3.4. Nitrasyon (Nitrürleme) .....	14
3.5. Nitrasyon Uygulamaları .....	18
3.6. Gaz Nitrasyon .....	20
3.6.1. Gaz nitrasyonun faydaları .....	21
3.6.2. Proses detayları .....	21
3.7. Tuz Banyosunda Nitrasyon .....	25
3.7.1. Gaz ve tuz banyosunda nitrasyonun karşılaştırılması .....	28
3.8. Plazma Nitrasyon .....	30
3.9. Toz Nitrasyon .....	30
3.10. Nitrürlenebilirlik .....	31
3.11. Nitrasyon Öncesi Yüzey Hazırlığı .....	35
3.11.1. Kuşlama .....	36
3.11.2. Bilyalı dövme .....	37
3.11.3. Ultrasonik yıkama .....	38
<b>4. MATERYAL VE YÖNTEMLER.....</b>	<b>41</b>
4.1. Numune Seçimi .....	41
4.2. Numune Hazırlanışı .....	42
<b>5. ARAŞTIRMA BULGULARI .....</b>	<b>45</b>
<b>6. TARTIŞMA VE SONUÇLAR .....</b>	<b>61</b>
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>65</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>69</b>



## **KISALTMALAR**

<b>AISI</b>	: American Iron and Steel Institute
<b>TS</b>	: Technical Specification
<b>DIN</b>	: Deutsches Institut für Normung e.V.
<b>HV</b>	: Hardness Vickers
<b>HRC</b>	: Hardness Rockwell C
<b>MPA</b>	: Megapascal
<b>KSI</b>	: Kip Per Square Inch
<b>GPA</b>	: Gigapascal
<b>CCT</b>	: Continuously- Cooling- Transformation
<b>TTT</b>	: Time- Temperature- Transformation
<b>mm</b>	: Milimeter
<b>A</b>	: Annealed
<b>QT</b>	: Quenched Tempered
<b>BCC</b>	: Body Centered Cubic
<b>FCC</b>	: Face Centered Cubic
<b>T</b>	: Temperature
<b>kgf</b>	: Kilogram Force
<b>EDS</b>	: Energy Dispersive Spectrometry
<b>XRD</b>	: X-ray Diffraction
<b>SEM</b>	: Scanning Electron Microscope





## SİMGELER

$^{\circ}\text{C}$	: Santigrat
$^{\circ}\text{F}$	: Fahrenheit
$\mu\text{m}$	: Mikrometre
$t$	: Zaman [Birim]
$k$	: Bir sabit
$D_N$	: Nitrasyon derinliđi
$\gamma'$	: Gama
$\epsilon$	: Epsilon



## TABLO LİSTESİ

### Sayfa

<b>Tablo 3.1.</b> TS 2556’da verilen nitrasyon çelikleri ve bileşimleri. ....	<b>7</b>
<b>Tablo 3.2.</b> Nitrasyon çeliklerinin yumuşak tavlı ve ıslah edilmiş halde mekanik özellikleri. ....	<b>7</b>
<b>Tablo 3.3.</b> Nitrasyon çeliklerinin ısı işlem koşulları. ....	<b>8</b>
<b>Tablo 3.4.</b> TS 2256’da verilen nitrasyon çeliklerinin SAE/AISI karşılıkları ve kullanma yerleri. ....	<b>8</b>
<b>Tablo 3.5.</b> AISI 4140 standart alaşımlı çeliğin çeşitli özellikleri ve değerleri. ....	<b>13</b>
<b>Tablo 3.6.</b> Islah yapılmış şekilde AISI 4140 çeliğinin mekanik özellikleri. ....	<b>14</b>
<b>Tablo 4.1.</b> AISI 4140 çeliğinin kimyasal kompozisyonu. ....	<b>41</b>
<b>Tablo 4.2.</b> Numunelere yapılan yüzey hazırlama işlemleri ve markalamaları. ....	<b>43</b>
<b>Tablo 4.3.</b> Nitrasyon fırınının değerleri. ....	<b>44</b>



## ŞEKİL LİSTESİ

### Sayfa

Şekil 3.1. AISI 4140 çeliği TTT diyagramı. ....	10
Şekil 3.2. AISI 4140 çeliği CCT diyagramı.....	11
Şekil 3.3. Fe-N denge diyagramı. ....	17
Şekil 3.4. %0.15 C'lu çeliğin gaz nitasyonu sonucu oluşan beyaz tabaka ve iğnesel demir nitürün çökeldiği difüzyon tabakası.....	18
Şekil 3.5. Nitasyon uygulanan parça örnekleri.....	19
Şekil 3.7. Gaz nitasyonu sırasında amonyanın ayrışması, azot açığa çıkması ve çeliğin bünyesine alınmasının şematik gösterilişi. ....	23
Şekil 3.8. Nitürlemenin başlaması.....	24
Şekil 3.9. %0.2 C içeren çeliğin 570°C'de 2 saat sulfinuz işleminden sonra yüzey tabakasındaki kükürt, azot ve karbon miktarları. ....	26
Şekil 3.10. Gaz nitürasyon ve tuffriding işleminden sonra yüzey tabakasında sertlik dağılımı.....	29
Şekil 3.11. %0.35 C, %0.30 Si, %0.70 Mn alaşımlı çelikte, nitasyon sonrası elementlerin sertliğe etkileri. ....	31
Şekil 3.12. Sıcaklığa bağlı nitasyon derinlik değişimi. ....	33
Şekil 3.13. Zamana bağlı nitasyon derinlik değişimi. ....	34
Şekil 3.14. Tane sınırlarında karbonitürler içeren nitürlenmiş bir çeliğin yüzey tabakası.....	35
Şekil 3.15. Dişli bir parçaya yapılan kumlama işlemi. ....	37
Şekil 3.16. Bir iş parçasına yapılan bilyalı dövme işlemi.....	38
Şekil 3.17. Bir iş parçasına yapılan ultrasonik yıkama işlemi. ....	38
Şekil 4.1. Spektrometre cihazı. ....	41
Şekil 4.2. Rockwell sertlik cihazı. ....	42
Şekil 4.3. Numune hazırlama cihazı. ....	42
Şekil 4.4. Kumlama cihazı.....	43
Şekil 4.5. Hassas kesme cihazı. ....	44
Şekil 4.6. Gaz nitasyon fırını. ....	44
Şekil 5.1. Numunelerin nitasyon öncesi ve sonrası görüntüleri. a) Yüzey hazırlanmamış b) parlatılmış c) 45° açı ile Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kumlanmış d) 90° açı ile Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kumlanmış e) 45° açı ile Cam küre kumlanmış f) 90° açı ile Cam küre kumlanmış. ....	45
Şekil 5.2. Numunelerin optik mikroskop görüntüleri(200x) ve beyaz tabaka kalınlıkları.....	46
Şekil 5.3. Ters optik mikroskop.....	47
Şekil 5.4. Numunelerin kesitten sertlik taramaları ve difüzyon derinlikleri.....	48
Şekil 5.5. Mikroickers sertlik ölçüm cihazı. ....	48
Şekil 5.6. Nitasyon sonrası numuneleri ölçülen pürüzlülük değerleri(Ra).....	49
Şekil 5.7. Taramalı elektron mikroskopu (SEM).....	49
Şekil 5.8. Numunelerin nitasyon öncesi ve sonrası yüzey SEM görüntüleri. ....	50

<b>Şekil 5.9.</b> Alümina ve cam küre ile kumlanmış nitrasyonlu numunelerin 3D görüntüleri.....	52
<b>Şekil 5.10.</b> EDS Grafikleri a) 90° açı ile Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kumlanmış b) 90° açı ile cam küre kumlanmış.....	53
<b>Şekil 5.11.</b> Numunelerin kesit SEM görüntüleri. a) Yüzey hazırlanmamış b) parlatılmış c) 45° açı ile Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kumlanmış d) 90° açı ile Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kumlanmış e) 45° açı ile cam küre kumlanmış f) 90° açı ile cam küre kumlanmış. ....	54
<b>Şekil 5.12.</b> Islatma ölçüm cihazı(Krüss) ve ölçüm şekli.....	55
<b>Şekil 5.13.</b> Islatma açıları görselleri ve dereceleri. ....	56
<b>Şekil 5.14.</b> Islatma açısı grafiği.....	58
<b>Şekil 5.15.</b> XRD cihazı. ....	58
<b>Şekil 5.16.</b> 90° Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve 90° cam küre ile kumlanmış numunelerin XRD analizi. ...	59

## AISI 4140 ÇELİĞİNDE FARKLI YÜZEY MORFOLOJİLERİNİN GAZ NİTRASYON İŞLEMİNE ETKİSİ

### ÖZET

Günümüzde yüzey sertleştirme işlemleri (karbürleme, elektrolitik kaplama vb.); aşınma direnci, mukavemet dayanımı, korozyon direnci gibi özelliklerin artırılmasında en çok kullanılan yöntemlerdir. Nitrasyon ise bu yöntemler içerisinde geliştirilmeye en açık, ekonomik ve boyutsal değişimlere neden olmaması ile en çok tercih edilen yöntemlerden biri olmuştur. Bu çalışmada, AISI 4140 çeliğinin gaz nitrasyon sonrası yüzey morfolojileri, kesit mikro yapıları ve altlık yüzeyin hazırlanma farklılıklarının nitrasyon sonrası yüzeye etkileri incelenmiştir. Yüzeyi 45° ve 90° açı ile alüminyum oksit kumlanmış, aynı şekilde yüzeyi 45° ve 90° açı ile cam küre kumlanmış, yüzeyi kumlanmamış ve parlatılmış numuneler, ultrasonik yıkama yapılarak, 590°C’de 40 dakika gaz atmosferinde nitrasyon işlemine tabii tutulmuştur. Farklı yüzey hazırlama işlemlerinin, AISI 4140 çeliği yüzeyinde geliştirilen nitür tabakasının homojenliği (beyaz tabaka kalınlığı) ve difüzyon derinliği üzerine olan etkisi ortaya koyulmaya çalışılmıştır. Deneysel sonuçlar; optik mikroskop, yüzey pürüzlülüğü, mikro sertlik ölçümleri yanında SEM ve XRD ile desteklenmiştir. Nitrasyon sonrası numune yüzeylerinde fiziksel değişim (matlaşma) gözlemlenmiştir. SEM ile numuneler kesitten incelendiğinde altlık yüzeye yapılan yüzey hazırlama işleminin, nitrasyon sonrası yüzeyde de etkili olduğu görülmektedir. Yüzey topografyalarında nitrasyon sonrası değişimlerin oluştuğu ve özellikle alümina ile kumlanan yüzeylerde, alümina partiküllerinin yüzeye saplandığı tespit edilmiştir. SEM görüntülerinde alümina ile kumlanmış numunelerin nitür tabakasının, kompakt bir şekilde oluşmadığı hatta yüzeye saplanan partiküllerin düşmesi sonucu üst yüzeyde krater benzeri yüzey kusurları tespit edilmiştir. Cam küre ile kumlanmış yüzeyler, alümina ile kumlanmış yüzeyler ile karşılaştırıldığında daha düzgün olduğu görülmektedir. Yüzey pürüzlülükleri incelendiğinde; nitrasyon öncesi en düşük yüzey pürüzlülüğünü parlatılmış olan numune gösterirken, en yüksek pürüzlülüğü 90° alümina ile kumlanmış numune göstermiştir. Nitrasyon sonrasında da bu sıralama değişmemiştir. Nitrürlenmiş numunelere kesitten mikro sertlik taraması yapılarak tespit edilen difüzyon derinliklerinin sonuçlarına göre en düşük difüzyon derinliği 200 µm ile parlatılmış numune de ölçülmüştür. En fazla difüzyon derinliğine sahip numuneler ise 350 µm derinlik ile yüzeyi hazırlanmamış ve 90° alümina ile kumlanmış numunelerdir. XRD difraktogramında nitürlerin altlık malzemedeki Fe elementi ile birleşerek oluşturduğu Fe<sub>2-3</sub>N ve Fe<sub>4</sub>N fazlarının varlığı tespit edilmiştir. Islatma açıları ölçülerek sıvı ve nitürlü yüzey arasındaki çekim kuvvetleri incelenmiş ve yüzeyine işlem yapılmamış numune ile 45° açı ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kumlanmış olan numunenin nitrasyon sonrası temas açılarının arttığı saptanmıştır.





## **EFFECT OF DIFFERENT SURFACE MORPHOLOGIES TO AISI 4140 STEEL ON GAS NITRATION PROCESS**

### **SUMMARY**

Surface hardening processes (carburizing, electroplating, etc.); They are the most used methods to increase properties such as wear resistance, strength resistance, corrosion resistance. Nevertheless, Nitriding is one of the most preferred method due to economical point of view, not being a cause of dimensional changes, and it is the most reliable method to develop among these methods.

The purpose of nitration is to increase the surface hardness. The nitriding process takes advantage of the low solubility of nitrogen in the ferritic crystalline structure to promote precipitation of iron nitrides or alloy nitrides. Atomic nitrogen is introduced to the surface of the material, and as the material cools, iron nitride and alloying element nitrides precipitate on its surface. A nitride layer (binding layer), which is mostly cohesive, forms on the surface. This layer is connected to a diffusion zone where the precipitated nitrides are evenly distributed in the steel matrix, resulting in hardening especially for alloy steel. Because nitrogen lowers the gamma/alpha conversion temperature of iron to 590°C, nitriding temperatures are usually below this temperature. The resulting nitride layer creates high hardness on the material surface, increases corrosion resistance, increases wear and fatigue resistance.

There are 4 different types of nitration. In powder nitration, the parts are placed in boxes similar to box cementation. Approximately after 15% nitriding accelerator material is placed at the bottom of the box, the parts to be nitrided are placed. By placing nitriding powders on the pieces, the box is tightly closed and placed in the oven between 520-570°C.

Plasma nitriding is carried out at temperatures between 350- 590 °C. The positively charged ions strike the component acting as the cathode in front of the furnace wall (anode) at high velocities. Initially, this ion bombardment causes cleaning (sputtering) of the component surface and allowing the passive layers to be removed. Consequently It is heated and the component surface is nitrided.

Nitration in a salt bath is as old as nitration in a gaseous environment and still widely in use today. The nitriding applied in the salt bath is carried out between 510-570°C as in gas nitriding. In this process, which is also performed at low temperature, both cyanates and cyanides are included as a bath content.

However, gas nitriding is a thermochemical surface hardening process used to increase wear resistance, surface hardness and fatigue life by dissolving nitrogen and hard nitride precipitates, and a working temperature range of 450 - 590 C° is used.

Since the nitration process is a process that interacts directly with the surface of the material, surface preparation and cleaning before nitration is extremely important. Oils and impurities that may remain on the material surface due to previous processes such as grinding or manufacturing directly affect the nitration process to be performed. The

surface preparation processes carried out before the nitriding process also have a great effect on the desired surface properties. Just prior to nitriding, degreasing and abrasive (sand) must be removed. Sandblasting with alumina and glass spheres is a method used to prepare the material surface prior to nitration. Both methods have advantages alumina has higher abrasion resistance and hardness with the provision of more rougher surface preparation. However, glass spheres, are less aggressive and cause less scratches and deformation on the material surface. The method to be preferred is depend on the properties of the material, the nitration process requirements and the intended use.

In this study, the effects of surface morphologies and substrate preparation differences on cross-section microstructures of AISI 4140 steel with a core hardness of 30 HRC after gas nitriding have been investigated. The effects of surface morphologies on diffusion depth and wetting angle have been evaluated. The surfaces of the samples; cut surface, polished surface, sandblasted surfaces with aluminum oxide at an angle of 45°-90° and with a glass ball at an angle of 45°- 90°. After the ultrasonic washing of the samples, the surfaces prepared in 6 different ways, 580 C° Kn controlled nitration has been carried out in the gas nitriding oven. The effect of the nitride layer formed on the surface of the samples made of AISI 4140 steel, which has different surface morphologies, on the homogeneity (white layer thickness) and diffusion depth has been tried to be revealed.

Experimental results; Optical microscope was supported by SEM and XRD devices with surface roughness, micro hardness measurements, wetting angle measurement. After nitration, matting was observed as a physical change on the sample surfaces. The white layer thicknesses were measured with an optical microscope and it was determined that the white layer thickness increased in the sandblasted samples depending on the angle. The thickest white layer was seen in the 90° sandblasted with alumina. It was observed that the white layer formation was low in the polished sample. When the surface roughness are examined; The polished sample showed the lowest surface roughness before nitration, while the sandblasted sample with 90° alumina showed the highest roughness. It was revealed that this order of roughness did not change after the nitration process. When the samples are examined from the cross-section by SEM, it is seen that the surface morphology formed on the substrate is also reflected on the surface after nitration. After nitration, there were changes in the surface topographies, and the surface roughnesses were measured lower after nitration. When the surfaces were examined by SEM before nitration, it was determined that alumina particles were stuck on the surface, especially on the surfaces sandblasted with alumina. In the SEM images after nitration, the nitride layer of the samples sandblasted with alumina did not form compactly, and even crater-like surface defects were detected on the upper surface as a result of the falling particles adhering to the surface. Surfaces blasted with glass beads appear smoother than surfaces blasted with alumina. According to the results of diffusion depth detection by microhardness scanning made from the sections of nitrided samples, 200 µm diffusion depth was measured in the polished sample with the lowest diffusion depth. The samples with the highest diffusion depth are the samples with unprepared surface and sandblasted with 90° alumina, with a depth of 350 µm. In the XRD diffractogram, the presence of Fe<sub>2-3</sub>N and Fe<sub>4</sub>N phases, which nitrides form by combining with the Fe element in the base material, was determined. The attraction forces between the liquid and the nitrided surface were investigated by measuring the wetting angles, and it was determined that

the contact angles of the untreated sample and the sample that was sandblasted with  $\text{Al}_2\text{O}_3$  at a  $45^\circ$  angle increased after nitration.

In the literature, there are studies in which processes such as sandblasting before nitration affect the white layer formed after nitration and the depth of diffusion. In the study of J. Baranowska et al. in 2002, it was also found that the white layer thickness in the sample whose surface was etched by electrolytic method was higher than the polished one; It is argued that the diffusion depth is higher in the sample with a rough surface, which is due to this. The results found in this study seem to support Baranowska's work.



## 1. GİRİŞ

Yüzey işlemleri, bir bileşenin sünek bir çekirdeğe ve yüzeyde daha yüksek sertliğe sahip olması gerektiğinde, aşınma direncini ve titreşim direncini artırmak için basma gerilimi ile birlikte kullanılmaktadır [1].

Endüstriyel uygulamalarda malzemelerin aşınma ve korozyon direncini, yorulma dayanımı ve mikroyapılarını iyileştirmek için nitrasyon, iyon bombardımanı, karbürizasyon ve termokimyasal yüzey işlemleri yapılmaktadır [2].

Nitrasyon bu yüzey işlemleri arasında kullanımı giderek artan ve geliştirilmeye açık yöntemlerden biridir. Yüksek yüzey sertliklerinin elde edilmesi, ekonomik işlem maliyeti, boyutsal değişimlere oluşmaması, parametrelerinin kontrolü sayesinde ihtiyaca uygun işlem yapılabilmesi nitrasyon işleminin önemini ve kullanımını arttırmaktadır [3].

Makineler ve bileşenler yüksek yüzey gerilimlerine ve dinamik yüklere maruz kaldığında, özel yüksek performanslı çeliğin kullanılması hayati önem taşır. Yüksek yüzey sertliği ve iyi yorulma mukavemetinin gerekli olduğu ve malzemenin aynı zamanda yüksek sıcaklıklara maruz kaldığı durumlarda, nitrülendirilmiş çelikler mükemmel bir seçimdir.

DIN EN 10052:1994-01'e göre nitrülendirme, yüzey tabakasını azotla zenginleştirmek için bir iş parçasının termo-kimyasal işlemi olarak tanımlanır. Karbonitrasyon, yüzey tabakasının azot ve karbon ile zenginleştirilmesini içerir [1].

Nitrülendirme prosesi genellikle amonyak ya da amonyak-hidrojen atmosferinde gerçekleştirilir. Fırın atmosferinde bulunan amonyak, yüksek sıcaklıklarda ayrışarak, çelik yüzeyinden yayılan atomik azotun kaynağını oluşturur. Nitrlendirme koşulları (gaz bileşimi, sıcaklık, süre vb.), substratın mikro yapısı ve bileşimi nitrlenen parçalarının yapısını ve özelliklerini belirler [4].

Nitrüleme ile çeliğin yüzeyinde beyaz tabaka oluşmakta ve yüzey sertliği, aşınma ve korozyon direnci beyaz tabaka ile artmaktadır. Elde edilen yüzey sertlikleri 600-650°C sıcaklıklardaki ısı işlemler sonrasında da kalıcı olmaktadır [5].

Nitrasyon ile oluşturulan beyaz tabaka genellikle iki kısımdan oluşur; kübik veya hegzagonal nitrür tabakalarından oluşan beyaz katman (bileşik katman) ve altında çözünmüş azot ve sert nitrür çökeltilerinin bulunduğu difüzyon katmanıdır [1]. Yaklaşık 10-20 mm kalınlığında olan bileşik katman aşınmaya karşı direnç sağlamaktadır. Bu tabakanın kalınlaşması yorulma dayanımını düşürmektedir. Difüzyon katmanında da azot miktarına bağlı olarak alaşım elementleri ile ince nitrürler oluşturur [6].

Nitrüleme, tüm çelik malzemelere uygulanabilmektedir fakat özellikle ıslah çelikleri ve çekirdek özellikle iyileştirilen bir grup çelik, nitrasyon çelikleri olarak tanımlanırlar. Nitrasyon çelikleri, ıslah edilmiş çekirdek ile yüzey arasındaki geçişin daha uyumlu olmasını sağlayabilmek amacı ile %0,30 ila 0,45 kadar karbon içerirler. Bu çelikler, kuvvetli nitrür teşekkül ettirebilen alüminyum, krom, molibden ve vanadyum alaşımlı olabilirler [7].

Molibden ilave edildiğinde nitrasyon sıcaklığında kırılma riski azalmaktadır. Nikel, silisyum, mangan gibi diğer alaşım elementleri nitrüleme özellikleri üzerinde etkisi daha azdır. Alüminyum çok kuvvetli nitrür oluşturmaktadır. Böylece özellikle Al içerikli çeliklerde (% 0.85-1.5 Al) çok iyi nitrüleme sonuçları alınır. Ayrıca Vanadyum da güçlü bir nitrür yapıcıdır [8].

Krom ve molibden elementlerini içeren AISI 4140 çeliği de başarıyla nitrülenebilir ve 60 HRC'ye kadar bir yüzey sertliği verir. Nitrüleme 495-590°C' de yapılır, ardından çarpılma problemini azaltan yavaş soğutma yapılır. Bu nedenle parçalar, yalnızca nihai boyuta yakın bir şekilde işlenebilir. Nitrüleme sıcaklık aralığı tavlama sıcaklığının altında olduğundan, çekirdeğin gerilme mukavemeti genellikle etkilenmez [9].

Nitrasyon işleminin en önemli özelliği, bir faz gerektirmemesidir. Ne ferritten östenite ne de östenitten martenzite dönüşüm gerçekleşmemektedir. Tüm proses boyunca çelik ferrit fazında (veya alaşım bileşimine bağlı olarak sementit fazında) kalmaktadır.

Bu, ferritin moleküler yapısının (hacim merkezli kübik–bcc) kafes konfigürasyonunu değiştirmediği veya karbonlama gibi daha geleneksel yöntemlerde olduğu gibi östenitin yüzey merkezli kübik (fcc) kafes karakteristiğine dönüşmediği anlamına

gelmektedir. Ayrıca, hızlı soğutma veya su verme yerine sadece serbest soğutma gerçekleştiğinden, östenitten martenzite sonradan dönüşüm gerçekleşmez. Moleküler boyut değişikliği de yoktur ve daha da önemlisi boyutsal değişiklik yoktur, yalnızca azot difüzyonunun neden olduğu çelik yüzeyindeki hacimsel değişiklikten dolayı sadece hafif bir büyüme [10].

Nitrasyon işlemi malzemenin direkt yüzeyi ile etkileşim halindeki bir işlem olması nedeni ile nitrasyon öncesi yapılan yüzey hazırlığı ve temizliği son derece önemlidir. Önceki yapılan taşlama veya imalat gibi proseslerden dolayı malzeme yüzeyinde kalabilecek yağlar ve kirlilikler yapılacak olan nitrasyon işlemi direkt olarak etkilemektedir. Nitrasyon işlemi sonrasında istenen yüzey özelliklerinde de öncesinde yapılan yüzey hazırlama işlemlerinin etkisi büyüktür. Yapılan literatür incelemelerinde, nitrasyon öncesi yapılan kumlama benzeri işlemlerin nitrasyon sonrası oluşan beyaz tabaka ve difüzyon derinliğini etkilediği çalışmalar bulunmaktadır [11].

Sunulan yüksek lisans çalışmasında, AISI 4140 çeliği yüzeyleri farklı kumlama malzemeleri ile (alümina ve cam küre) ile aktifleştirilmiş ve sonrasında nitrasyon işlemine tabi tutulmuştur. Ayrıca yüzeyine herhangi bir aktifleştirme/kumlama işlemi yapılmamış olan numune ve yüzeyi parlatılmış numuneler ile birlikte aynı şartlarda nitrasyon işlemine tabi tutulmuştur. Yüzey hazırlamanın nitrasyon sonrası yüzey topografyasına, oluşan beyaz tabaka kalınlığına ve nitrasyon derinliğine olan etkisi araştırılmış ve ayrıca yüzey hazırlama yöntemine bağlı olarak beyaz tabakanın ıslatma açıları ölçülmüştür.





## 2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

L. Tamil Moli ve ark. 2016 yılında “Gazlı Nitrürleme AISI 4140 Alaşımli Çeliğın Korozyon Üzerindeki Etkileri Ve Sertlik Özellikleri” adlı bir çalıřma yapmıřlardır. Bu çalıřmalarında, AISI 4140 çeliğinden imal edilmiř bir vidalı press makine milinde gaz nitrürlemenin korozyon davranıřı incelenmiřtir. Çukurlařma korozyonu, řaft arızasının ana nedeni olarak belirmiřler ve bu çalıřmada, yüzey sertleřtirme iřlemi olarak gaz nitrürleme uygulanarak, AISI 4140 alařımlı çelik řaft üzerindeki korozyon direncini artırmak için arařtırmalar yapılmıřtır. Gaz nitrürleme, 525 °C, 550 °C ve 575 °C sıcaklıklarda gerçekteřtirilmiřtir. Sonuçlar incelendiğinde, ısıl iřlemsiz numunelerin korozyon oranının, nitrürlenmiř numunelere kıyasla %77 daha yüksek olduėunu göstermiřtir. Ayrıca nitrürlenmiř numunelerin sertliėinin, iřlem görmemiř numunelere göre daha yüksek olduėu bulunmuřtur. Sonuç olarak, gaz nitrürlemenin AISI 4140 alařımlı çelikten yapılmıř řaftın yüzey sertliėini ve korozyon direncini önemli ölçüde artırabileceėi ve dolayısıyla arızanın temel nedeni olan çukurlařmayı azaltabileceėi sonucuna varmıřlardır [12].

B.B. Fathallah ve ark. 2019 yılında “Tařlama Parametrelerinin Ve Gaz Nitrürleme Derinliėinin AISI D2 Takım Çeliğinin Tařlanabilirliėi Ve Yüzey Bütünlüėü Üzerindeki Etkisi” adlı bir çalıřma yapmıřlardır. Bu çalıřmalarında, nitrasyon öncesi ve sonrası tařlama ve gaz nitrürleme parametrelerinin (kesme derinliėi, ařındırıcı tip, soėutma modu ve nitrürleme derinliėi) AISI D2 takım çeliğinin malzeme öėütülebilirliėi ve üretilen yüzey bütünlüėü üzerindeki kombinasyon etkilerini incelemeyi amaçlamaktadır. Sonuç olarak, sol-jel ařındırıcı türü ile tařlamanın gaz nitrürleme öncesi yüzey sertliėini Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e göre daha da arttırdıėı gösterilmiřtir. Termal çatlakların sadece Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ařındırıcı türü ve konvansiyonel soėutma modunda ortaya çıktıėı gözlenmiřtir [13].

H. Kovacı ve ark. 2019 yılında “ Bilyalı Dövme Ön İřleminin Ve Plazma Nitrürleme Parametrelerinin AISI 4140 Düşük Alařımlı Çeliğın Yapısal, Mekanik Ve Tribolojik Özelliklerine Etkileri ” adlı bir çalıřma yapmıřlardır. Bu çalıřmada, Saf azot difüzyon ortamı (akıřkan yataklı reaktör) ve gazsız (muffle reaktör) kullanan sert krom

kaplamadan önce ve sonra nitrüleme gazı ile işlenen AISI 4140 takım çeliğinin yüzey tabakası özellikleri deneysel olarak incelenmiştir. Sonuç, sert krom katmanları olan nitrüleme substratının, sert krom katmanları olmayandan neredeyse iki kat daha fazla azot atomu konsantrasyonuna sahip olduğunu göstermektedir. Gaz nitrüleme difüzyon işleminin etkinliğinin ve verimliliğinin mufla reaktöründe gaz kullanılmadan üretilebileceğini ancak numunelerin önce sert krom kaplanması gerektiğini göstermektedir [14].

S.Kikuchi ve J. Komotori, 2008 yılında “Nitrasyon Öncesi İnce Parçacık Dövme İşleminin AISI 4135 Çeliğinin Yorulma Özelliklerine Etkisi” adlı bir çalışma yapmışlardır. Bu çalışmada, yeni bir hibrit yüzey modifikasyon işlemi olan nitrülemeden önce ince parçacık dövme(FPP) işlemi önerilmiştir. Nitrülemeden önce FPP işleminin, 2.36'lık bir stres konsantrasyon faktörü Kt ile çentikli AISI 4135 çeliğin yorulma mukavemeti üzerindeki etkilerini açıklığa kavuşturmak için, oda sıcaklığında bir dönme eğilme yorulma test makinesi kullanılarak yorulma testleri yapılmıştır. Yüzeyi modifiye edilmiş katmanı karakterize etmek için sertlik ve artık gerilim dağılımları ölçülmüştür. Sonuç olarak, nitrülemeden önce FPP ile işlenmiş numunenin yüzey sertliği, nitrülenmiş numuneninkinden daha yüksektir. Nitrülemeden önce FPP ile işlenmiş numunenin bileşik tabakasının kristal yapısı, nitrülenmiş numuneninkinden farklıdır. FPP ile işlenmiş numunenin bileşik tabakası yoğundur. Bu, nitrülemeden önce FPP işleminin çeliğin yorulma mukavemetinin iyileştirilmesi için çok etkili olduğunu göstermektedir [15].

A.F.M. Arif, 2010 yılında “ Proses Değişkenlerinin Kontrollü Nitrasyon Potansiyeli ile H13 Takım Çeliğinin Gaz Nitrülemesi Üzerindeki Etkisi ” adlı çalışmayı yapmıştır. Sıcak ekstrüzyon kalıpları için kullanılan tipik bir malzeme olan AISI H13, nitrür tabakası oluşumu üzerindeki kontrollü nitrüleme sürecini morfoloji, kasa derinliği ve nitrür tabakası boyunca sertlik değişimi açısından değerlendirmek amacıyla otomatik iki aşamalı kontrollü nitrüleme işlemi kullanılarak bir çalışma yapmıştır. Gerçek nitrüleme döngüsünün sıralı olarak birleştirilmiş bir termal difüzyon analizi, sonlu eleman kodu ABAQUS kullanılarak sayısal olarak gerçekleştirilmesi araştırılmıştır. Sonuçlar, nitrür tabakasının büyümesinin ve difüzyon bölgesindeki azot konsantrasyonu dağılımının, deneysel sonuçlarla yakın bir uyum içinde sayısal olarak doğru bir şekilde tahmin edilebileceğini göstermektedir. Nitrüleme süresinin, sıcaklığın ve potansiyelin etkisi incelenmiş ve bu parametrelerin,

nitasyon derinliđinin bir fonksiyonu olarak azot konsantrasyonu ve sertlik deđişimi açısından nitrür tabakası oluşumunu önemli ölçüde etkilediđi bulunmuştur [16].



### **3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI**

#### **3.1. Çelikler**

İçerdikleri karbon miktarına göre demir karbon alaşımları iki ana gruba ayrılmaktadır; “çelikler” ve “dökme demirler” olarak adlandırılır [17]. Her türlü istenmeyen elementlerden ve bileşimlerden arındırılmış, %0,02 ve 2,06 arasında karbon içeren demir alaşımıdır [18] ve ağırlıkça %2,06’dan daha fazla karbon içeren alaşımlar ise; dökme demir olarak isimlendirilmektedir.

Dökme demir cinsi malzemelerin içinde malzemenin özelliğini bozacak oranlarda da mangan (Mn), silisyum (Si), fosfor (P), kükürt (S) gibi elementler ve ağırlıkça %3-%5 oranlarında karbon vardır. Malzemede yüksek oranda karbon ve sayılan elementlerin bulunması malzemeyi dayanıksız ve kırılğan yapar. Bu malzemeler eğmeye, bükmeye, birbirine kaynatılmaya, çekmeye ve döverek şekillendirmeye uygun değildir. Bu uygunsuzlukları yok ederek demire üstün özellikler kazandırmak için, içindeki zararlı elementler kimyasal olarak ayrıştırılır. Bu sayede üstün niteliklere sahip çelik elde edilmiş olur [17]. Sertleşebilirliği ve şekil verilebilmesi özellikleri sayesinde endüstrinin en önemli malzemesi çelik olmuştur. farklı üretimlerle, alaşımlama ile veya uygun ısıl işlem sayesinde istenilen niteliklerde çelik elde edilebilmektedir [18].

#### **3.2. Nitrasyon(Nitrürasyon) Çelikleri**

Nitrasyon işlemi, tüm çelik malzemelere uygulanabilir. Fakat, ıslah edilebilir ve çekirdek özellikleri çok iyi duruma getirebilir bir grup çelik, özellikle nitrasyon çelikleri olarak tanımlanırlar [7].

Nitrasyon çeliği, sertleştirilmiş bir yüzey oluşturmak için azotu bir metalin yüzeyine yayan bir ısıl işlem olan nitrürleme olarak bilinen oldukça özel bir yüzey sertleştirme işlemiyle işlenmiş çeliktir.

Kabuk sertleştirme, metal bir nesnenin yüzeyini sertleştirmenin basit bir işlemidir. Bu süreçte metal objenin yüzeyi sertleşse de metal objenin çekirdeği yumuşak kalır. Bu işlem ağırlıklı olarak çelik için kullanılır, ancak titanyum, alüminyum ve molibden için de kullanılır. Kabuk sertleştirme, yüzey sertleştirme olarak da bilinir [19].

Nitrasyon elikleri, TS 2556 (Şubat 1977) ve DIN 17211'de standartlaştırılmıřtır ve bu standartlarda bulunan aynı elikler; aynı sembol ve malzeme numaralarıyla belirtilmekte, aynı spesifikasyonlarda verilmektedir. Bazı nitrasyon eliklerinin eřitleri ve bileřimleri Tablo 3.1.'de verilmektedir.

Nitrasyon elikleri, yzey ile ıslah edilmiř ekirdek arasındaki geiřin daha uyumlu olabilmesi iin %0,30 ila 0,45 kadar karbon ierirler. Düşük alařımlı olarak retilen bu elikler, kuvvetli nitrür teřekkül ettirebilen alüminyum, krom, molibden ve vanadyum alařımlı olabilirler. Bu elementler aynı zamanda eliğın sertleřebilirliğini de olduka iyileřtirmektedir.

Nitrasyon elikleri, ıslah eliklerine kıyasla ıslah edilmiř ekirdek yapısı ile daha yüksek yzey sertliklerinde ve özellikle darbeye maruz yerlerde kullanıldıklarından dolayı, daha saf olarak retilmeye alıřılırlar ve fosfor miktarı en fazla %0,030 olabilir. Ek olarak, genelde ok ince taneli eliklerdir.

Nitrasyon eliklerinin yumuřak tavlı halde sertlikleri ve ıslah iřleminden sonra kesite bağımlı olarak mekanik özellikleri Tablo 3.2.'de verilmiřtir. Nitrasyon iřleminin uygulandığı sıcaklığın, ıslahta uygulanan meneviř sıcaklığından daha düşük olması zorunludur (Tablo 3.3.). Ayrıca, düşük nitrasyon sıcaklığıyla daha yüksek yzey sertliklerine ulařabildiğı iin, bu eliklerde 492 ila 520°C sıcaklıkları arasında nitrasyon iřlemleri uygulanır. Alüminyum iermeyen eliklerde yaklaşık 800 HV, alüminyumlu eliklerde 900-950 HV yzey sertliğı oluřmaktadır. Islah iřleminden sonra nitrasyon uygulanacak eliklerin molibden iermesi, hem meneviř dayanımı hem de sıcaklığa dayanımı yüksektir. Kullanım yerlerine örnek olarak, takım tezgahlarında iletme milleri, kayıt rayları, masterlar, sıcak buhar armatürleri ve plastiklerin iřlenmesinde fazla zorlanan takımlar söylenebilir [7]. Nitrasyon eliklerinin kullanım yerleri, Tablo 3.4.'de verilmiřtir.

**Tablo 3.1.** TS 2556’da verilen nitrasyon çelikleri ve bileşimleri.

Çelik Türü		Kimyasal Bileşim(% ağırlık)									
Malzeme No.	Sembol	C	Si	Mn	P <sub>max</sub>	S <sub>max</sub>	Cr	Mo	Ni	V	Al
1.8507	34CrAlMo5	0,34-0,42	0,20-0,50	0,50-0,80	0,030	0,035	1,00-1,30	0,15-0,25	-	-	0,80-1,20
1.8509	41CrAlMo7	0,38-0,45	0,20-0,50	0,50-0,80	0,030	0,035	1,00-1,30	0,25-0,40	-	-	0,80-1,20
1.8515	31CrMo12	0,38-0,35	0,15-0,40	0,40-0,70	0,030	0,035	2,30-3,30	0,30-0,50	≥0,30	-	-
1.8523	39CrMoV13-9	0,35-0,42	0,15-0,40	0,40-0,70	0,030	0,035	3,00-3,50	0,80-1,10	-	0,15-0,25	-
1.8550	34CrAlNi7	0,30-0,37	0,15-0,40	0,40-0,70	0,030	0,035	1,50-1,80	0,15-0,25	0,85-1,15	-	0,80-1,20

**Tablo 3.2.** Nitrasyon çeliklerinin yumuşak tavlı ve ıslah edilmiş halde mekanik özellikleri.

Çelik Türü		Yumuşak Tavlınmış Halde Sertlik	Islah Edilmiş Halde Mekanik Özellikleri												Nitrasyon Sonrası Yüzey Sertliği
			Akma Sınırı- Re ≥ MPa			Çekme Dayanımı- Rm ≤ MPa			Kopma Uzaması- A ≥ %			Çentik Darbe ≥ J			
			≤40 mm	> 40 mm ≤100mm	>100 mm ≤250 mm	≤40 mm	> 40 mm ≤100 mm	>100 mm ≤250 mm	≤40 mm	> 40 mm ≤100 mm	>100 mm ≤250 mm	≤40 mm	> 40 mm ≤100 mm	>100 mm ≤250 mm	
Malzeme No.	Sembol	BSD 30												VSD	
1.8507	34CrAlMo5	248	590	-	-	780	-	-	14	-	-	41	-	-	950
1.8509	41CrAlMo7	262	735	735	-	980	-	-	12	12	-	34	34	-	950
1.8515	31CrMo12	248	835	785	685	1230	1130	1100	10	11	12	48	48	48	800
1.8523	39CrMoV13-9	262	1080	-	-	1420	1270	1080	8	-	-	27	-	-	800
1.8550	34CrAlNi7	245	-	685	590	1470	1000	1000	-	12	14	-	34	41	900

**Tablo 3.3.** Nitrasyon çeliklerinin ısıtılma koşulları.

Çelik Türü		Isıl İşlem Koşulları							
		Sıcak Şekillendirme Sıcaklığı	Yumuşak Tavlama Sıcaklığı	İslah İşleminde Östenitleştirme Sıcaklığı ve Ani Soğutma Ortamı			Meneviş Sıcaklığı	Mekanik İşlemeden Sonra Gerilim Giderme Sıcaklığı	Nitrasyon Sıcaklığı
				Su	Yağ	Hava			
Malzeme No.	Sembol	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C
1.8507	34CrAlMo5	1050-850	650-700	900-930	910-940	-	570-650	550-570	500-520
1.8509	41CrAlMo7	1050-850	650-700	-	880-920	-	570-650	550-570	500-520
1.8515	31CrMo12	1100-900	650-700	-	870-910	-	570-700	550-570	490-510
1.8523	39CrMoV13-9	1050-850	650-700	-	920-960	920-960	570-650	550-570	490-510
1.8550	34CrAlNi7	1050-850	650-700	-	850-900	-	580-660	550-580	500-520

∞

**Tablo 3.4.** TS 2256'da verilen nitrasyon çeliklerinin SAE/AISI karşılıkları ve kullanma yerleri.

Çelik Türü		SAE-AISI	Kullanım Yeri
Malzeme No.	Sembol		
1.8507	34CrAlMo5	A355 CLD	80 mm kalınlığına kadar olan malzemeler için 350 ila 500° sıcaklıklarında yüksek sürekli dayanımından dolayı sıcak buhar armatürlerinde
1.8509	41CrAlMo7	A355 CLA	1.8507 malzemesi ile benzer ve 100 mm kalınlığa kadar parçalarda yüksek yüzey sertliği
1.8515	31CrMo12	-	250 mm kalınlığına kadar, yüksek yüzey sertliğinde ağır aşınmaya zorlanan parçalar
1.8523	39CrMoV13-9	-	Maksimum 40 mm kalınlığa kadar aşınmaya zorlanan her türlü parçada
1.8550	34CrAlNi7	-	Özellikle büyük ölçülerde ve kesitte, piston kolu, daldırma pistonu ve vidalı mil gibi ağır makine parçalarında



### 3.3. AISI 4140 Çeliđi

AISI 4140 çeliđi, krom ve molibden alařım elementlerini içermesinden dolayı, ısıl işlem sonrasında martenzit yapı oluřturması, mukavemet, süneklilik ve tokluk gibi mekanik özelliklerin bir arada bulunduđu bir çeliktir. Bu sebepler sayesinde dolayı AISI 4140 çeliđi yaygın bir kullanım alanına sahiptir [20]. AISI 4100 serisi çeliđi, düşük alařımlı yapı çelikleri, dövme kalite çelikler, orta karbonlu çelik ve alařımlı çelik olarak da isimlendirilmektedir [21].

AISI 4140 çeliđi diđer ıslah çelikleri ile karşılaştırıldığında orta derecede sertleşebilir ancak onlara göre dayanım ve tokluğu ise daha iyidir. Ancak çalışma alanlarındaki performansı normal değerlerdedir. Yüksek karbon içermesi sayesinde daha iyi sertleşir ve mukavemeti artar. Sertleştirme ve temperleme ısıl işlemleri rahatlıkla uygulanabilmektedir. Isıl işlem ve gerilme konsantrasyonu ile çeşitli sıcaklıklarda dönüşüme geçirilebilmektedir. Bunun nedeni çalışma koşullarındaki mukavemetlerinin 480°C'den sonra hızlı bir şekilde azalmasıdır [17].

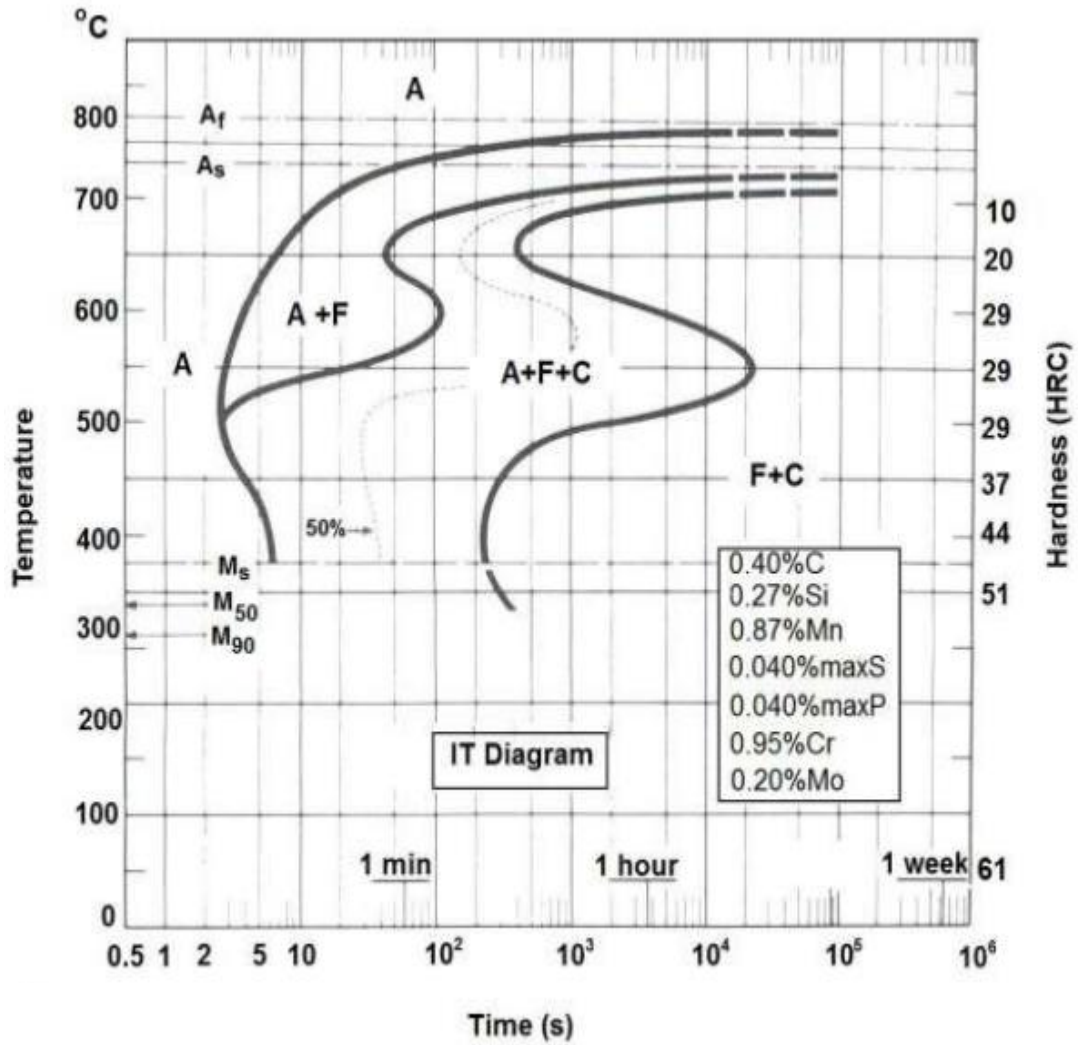
AISI 4140, daha yüksek karbon içeriđi dışında bileşim olarak 4130'a benzer. Orta derecede sertleşebilirlik ile iyi mukavemet ve tokluğun bir kombinasyonunu gerektiren, ancak kullanım koşullarının sadece orta derecede önemli olduđu uygulamalarda kullanılır. Daha yüksek karbon içeriđi nedeniyle 4140 çeliđi, 4130'dan daha fazla sertleşebilirliğe ve dayanıklılıđa sahiptir, ancak 4140 çeliđinde şekillendirilebilirlik ve kaynaklanabilirlikten biraz ödün verilir. 1650 MPa'ya (240 ksi) kadar çekme mukavemetleri, 4140'ta geleneksel su verme ve temperleme ısıl işlemleriyle kolayca elde edilir [22].

AISI 4140 çeliđinde yüksek mukavemet arandığında, ısıl işlem uygulaması sonucu hidrojen gevrekliđi oluşabilir. Fakat hidrojen gevrekliđini önlemek ve süneklilik kazandırmak için 2-4 saat 190°C'de menevişleme işlemi yapılmaktadır. Sürünme dirençlerini 540°C'ye kadar koruyabilmektedir. 1100 - 1200°C'de kolayca şekil verilebilmektedir ve sıcak şekillendirilme işlemi sonrasında yavaşça sođutulmalıdır. Isıl işlemler sonrasında kaynak kabiliyeti artmaktadır. % 62 oranında sođuk şekillendirilebilirler. AISI 4140 çelikleri çubuk, lama, levha, merdane, veya döküm yöntemiyle üretilip şekillendirilebilirler [10]. Ayrıca, sođuk çekme mil ve çubukları, makine çelikleri, yaylar, türbin motorları, turbo jeneratörlerin fren halka ve kolları,

gemi zincir ve demirleri yapımında, demir yol tekerlekleri ve millerinde ve birçok yerde kullanılmaktadırlar [21].

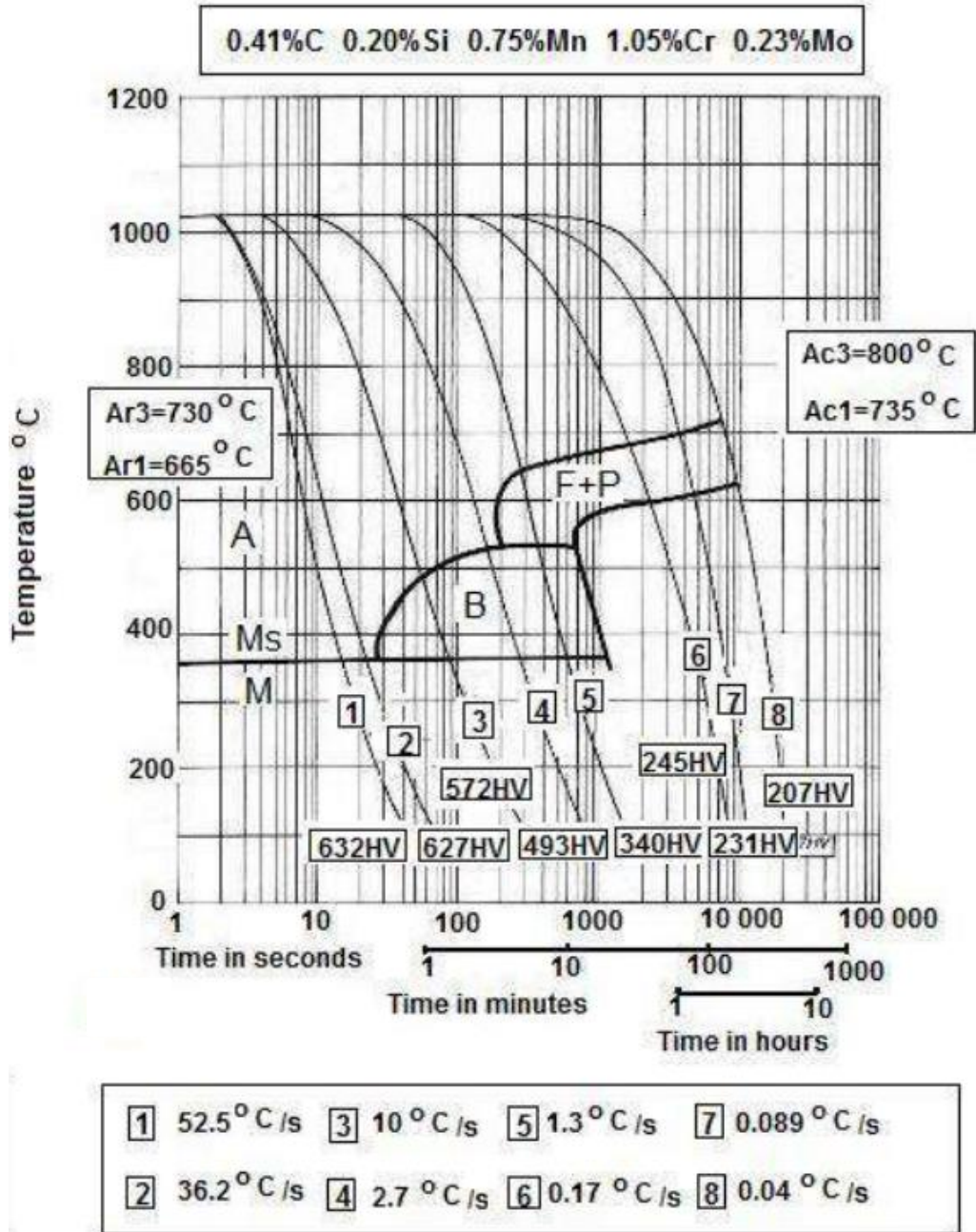
TTT(Time- Temperature- Transformation) diyagramları, sıcaklığın ve zamanın fonksiyonu olarak alaşım içerisinde aşırı soğuma şartlarına bağlı olarak oluşacak faz dönüşümlerinin belirlenmesinde tercih edilmektedir. CCT (Continuously- Cooling- Transformation) karbonlu çeliğin sınırlı sürede sürekli soğuması sırasında oluşturduğu yapı türlerini gösteren diyagramdır.

Şekil 3.1’de AISI 4140 çeliğine ait bir TTT diyagramı bulunmaktadır. TTT diyagramı ile malzemede istenen yapı oluşuncaya kadar belirlenen sıcaklığa hızla soğutulur ve bu sıcaklıkta bekletilir. İstenilen malzeme iç yapısına dönüşüm gerçekleşinceye kadar sabit sıcaklıkta bekletilir ve tekrar soğutulur.



Şekil 3.1. AISI 4140 çeliği TTT diyagramı.

AISI 4140 çeliğine ait CCT diyagramı Şekil 3.2’ de görülmektedir. Bu diyagram, özel soğutma ortamlarında oluşturulan soğutma hızının, ostenitten martenzite veya beynitten perlitte faz dönüşümünün etkilerini içermektedir. Su verme ortamının etkilerinin bu diyagramlar sayesinde teorik olarak tahmin edilebilmektedir.



Şekil 3.2. AISI 4140 çeliği CCT diyagramı.

CCT diyagramı ile soğutma hızları sonunda malzemede meydana gelen içyapı dönüşümleri görülmektedir. Çok hızlı soğutma (örneğin su) ile yapının tamamen martenzite dönüşeceği diyagramlarda açıkça görülmektedir. Çok hızlı olmayacak

şekilde örneğin yağda soğutularak beynitik bir yapı elde edilebilir. Yine Şekil 3.2'deki CCT diyagramından malzeme içyapısını ferrit ve perlite dönüştürmek için yavaş soğuma gerektiği görülmektedir.

Alüminyum, molibden, volfram, tantalyum, krom, zirkonyum, niyobyum, titanyum, vanadyum ve bor nitrür yapıcı en önemli elementleridir. Bu elementlerle AlN, TiN, NbN, ZrN, TaN, VN, W<sub>2</sub>N, CrN, Cr<sub>2</sub>N, MoN ve BN gibi nitrür fazları oluşmaktadır. Bu nitrür fazlarından kübik yapılı olan fazlar oldukça kararlıdır, ostenit sıcaklığında bile zor çözünürler, hatta TiN, ergiyikte bile kararlı halde bulunmaktadır [23].

AISI 4140 çelikleri makine imalat endüstrisinde oldukça yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Sadece talaşlı imalat endüstrisinde yaklaşık %10 oranında kullanılmaktadır [22].

AISI 4140 çeliğinin en önemli özelliği, içerisinde bulunan Cr ve Mo alaşım elementleri sayesinde, su verme sırasında sert martenzitik bir yapı elde edilmesi, mukavemet, süneklik ve tokluk gibi mekanik özelliklerin hepsini sağlanmasıdır. Bu alaşım elementleri ile yüksek sertleşebilirlik yeteneğine sahiptir. Kullanım alanının her zaman yaygın olmasının nedeni tüm bu özelliklere sahip bir çeliktir. En büyük dezavantajları, makine elemanlarının çoğunda özgül sıcaklık değerlerinde yapılan temperleme ile gevrek yapı oluşmasıdır. Bu dezavantajı önlemek için, uygun temper sıcaklığı seçilmelidir. Ostenitleme işlemi ve sonrasında temper koşullarına göre, metalurjik özelliklerin değişmesi ile birlikte malzemelerin bazı özellikleri de farklılaşmaktadır. Bu nedenle temperleme sonrası 4140 çeliğinin özelliklerinin incelenmesi gerekir [17].

Bu çelik, 480 °C (900 °F) kadar yüksek sıcaklıklarda kullanılabilir; bu sıcaklığın üzerinde, artan sıcaklıkla mukavemeti hızla düşer. Malzeme kolayca nitrürlenebilir. Diğer martenzitik ve ferritik çelikler gibi, 4140 çeliği de düşük sıcaklıklarda sünek davranıştan gevrek davranışa geçiş yapar, geçiş sıcaklığı ısıtma işlemi ve stres konsantrasyonu ile değişir. 4140 çeliği, yüksek mukavemet seviyeleri için ısıtma işlemi tabii tutulduğunda, hidrojen gevrekleşmesine maruz kalır. Süneklik, 190 °C'de (375 °F) 2 ila 4 saat fırınlanarak geri yüklenebilir.

**Tablo 3.5.** AISI 4140 standart alaşımlı çeliğin çeşitli özellikleri ve değerleri.

<b>ÖZELLİKLER</b>	<b>DEĞERLER</b>
Yoğunluk	7.85 g/cm <sup>3</sup>
Erime noktası	1416°C
Gerilme direnci	655 MPa
Akma dayanımı	415 MPa
Yığın modülü (çelik için tipik)	140 GPa
Kesme modülü (çelik için tipik)	80 GPa
Elastik modülü	190-210 GPa
Poisson oranı	0.27-0.30
Kopmada uzama (50 mm olarak)	25.70%
Sertlik, Brinell	197
Sertlik, Knoop (Brinell sertliğinden dönüştürülmüş)	219
Sertlik, Rockwell B (Brinell sertliğinden dönüştürülmüş)	92
Sertlik, Rockwell C (Brinell sertliğinden dönüştürülmüş. Değer normal HRC aralığının altındadır, yalnızca karşılaştırma amaçlıdır)	13
Sertlik, Vickers (Brinell sertliğinden dönüştürülmüş)	207

Tablo 3.5.'da AISI 4140 çeliğinin çeşitli özellikleri ve değerleri verilmektedir [24]. Tablo 3.6.'da ise AISI 4140 çeliğinin kesite bağlı mekanik özellikleri verilmektedir. Çelik 4140 çubuk, çubuk, dövme, levha, levha, şerit ve döküm olarak mevcuttur. Bağlantı çubukları, krank milleri, direksiyon mafsalları, akslar, petrol kuyusu sondaj uçları, piston çubukları, pompa parçaları, yüksek basınçlı borular, büyük endüstriyel dişliler, flanşlar gibi birçok yüksek mukavemetli makine parçası olarak pensler, takım tezgahı parçaları, anahtarlar, maşa çeneleri, dişliler ve saplamalar (bazıları nitrürlenmiş şekilde) için kullanılmaktadır [22].

**Tablo 3.6.** Islah yapılmış şekilde AISI 4140 çeliğinin mekanik özellikleri.

KESİT ÇAP(mm)	AKMA SINIRI (kg/mm <sup>2</sup> )	ÇEKME DAYANIMI (kgf/mm <sup>2</sup> )	KOPMA UZAMASI (L <sub>0</sub> =5d <sub>0</sub> ) % en az	KOPMA KESİT DARALMASI % en az	DARBE DAYANIMI (kgf/cm <sup>2</sup> )
< 16	90	110-130	10	40	5
> 16-40	78	110-120	11	45	6
> 40-100	65	90-110	12	50	6
> 100-160	57	80-95	13	55	6
> 160-250	52	75-90	14	55	6

### 3.4. Nitrasyon (Nitrüleme)

Nitrülemenin amacı yüzey sertliğini arttırmaktır. Nitrüleme işlemi, demir nitrürlerin veya alaşım nitrürlerin çökmesini desteklemek için ferritik kristal yapıdaki azotün düşük çözünürlüğünden yararlanır. Yüzde birkaç azot içeriği ile yüzeyde çoğunlukla kohezif olan bir nitrür tabakası (bağlayıcı tabaka) oluşur. Bu tabaka, çökelen nitrürlerin çelik matris içinde eşit olarak dağıldığı ve özellikle alaşımli çelik için sertleşme ile sonuçlanan bir difüzyon bölgesine bağlıdır. Azot, demirin gama/alfa dönüşüm sıcaklığını 590 °C'ye kadar düşürdüğü için, nitrüleme sıcaklıkları genellikle bu sıcaklığın altındadır.

Nitrüleme sıcaklığı için alt sınır 350 °C'dir, çünkü bu sıcaklığın altında teknolojik veya ekonomik olarak değerlendirilebilecek oranda bir azot difüzyonu gerçekleşmez. Sıcaklık düştükçe, belirli bir sertlik derinliğine ulaşmak için gereken nitrüleme süresi artar. Nitrür tabakasının maksimum sertlik seviyeleri yaklaşık 1000 HV'ye, derinliği 500 µm'ye ulaşabilir. Isınma ve soğuma yavaş gerçekleştiğinden ve temel içyapı herhangi bir dönüşüme veya hacim değişikliğine uğramadığından, sadece düşük bir deformasyon riski vardır.

Tercih edilen malzeme genellikle DIN EN 10085: 2001-07'ye göre nitrüleme çeliğidir. Bu, nitrür oluşturuca elementlere sahip alaşımli bir çeliktir. Nitrülenmiş çelik, öncelikle yumuşak tavllanmış (A) veya temperlenmiş (QT) durumda mevcuttur.

Azot, fırın atmosferinden aşağıdaki adımlarda aktarılır:

- Azot atomlarının bileşen yüzeyinde adsorpsiyonu,

- Azot atomlarının bileşen yüzeyi tarafından emilmesi,
- Azot atomlarının tane sınırları boyunca ve taneler içinde difüzyonu ile gerçekleşmektedir.

Nitrürler, bileşenin yüzeyindeki çekirdek noktalarının (birkaç tanenin bulunduğu tane sınırları ve düğümler) etrafında oluşur. Azot konsantrasyonu ve nitrürleme süresi arttıkça, nitrürler derinleşir ve kapalı bir tabaka oluşana kadar yanal olarak tanelere doğru genişler. Ortaya çıkan nitrürler, matris içinde mikroskobik olarak dağılır.

Dış bağlantı tabakası, korozyon ve aşınma özelliklerini etkiler. Bu katmanın belirli bir derecede gözeneklilik göstermesi neredeyse kaçınılmazdır. Bunun nedeni, bağlantı katmanındaki tanecik sınırları gibi enerji açısından uygun noktalarda moleküler azotun yeniden birleştirilmesidir. Bağlantı tabakası kırılabilir ve ufalanma eğilimi gösterebilir, bu nedenle bazı durumlarda öğütme yoluyla çıkarılır. Bitişik difüzyon bölgesi, mukavemet özelliklerini (yorulma direnci) ve yuvarlanma aşınması ve aşınmaya karşı direnci etkiler. Nitrür katmanlarının bileşimi, nitrürleme koşullarına uyarlanarak ve sistematik olarak malzeme seçilerek önemli ölçüde değiştirilebilir. Difüzyon bölgesinin sertliğinden taban malzemesinin çekirdek sertliğine geçiş sıvıdır ve bu, yüzey katmanlarının aksine mekanik zorlama sırasında ufalanma riskini azaltır.

Nitrürleme sertliğinin derinliği, DIN 50190-3:1979-03'te tanımlandığı gibi nitrür tabakasının kalınlığı için karakteristik bir değerdir. Yüzeyden, sertliğin hala çekirdek sertliğinden 50 HV daha yüksek olduğu noktaya olan dikey mesafeyi tanımlar.

Temperleme sıcaklığı arttıkça, Cr ve Mo karbürlerin miktarı da artmaktadır. Bu, nitrürlerin çökmesini azaltır ve sertlikte daha düşük bir artışa neden olur. Çekirdek sertliğinin düşmemesi için nitrürleme sıcaklığı temperleme sıcaklığının altında olmalıdır.

Nitrür oluşturu elementlerden alüminyum, krom, vanadyum ve molibden, krom ve alüminyum elementleri özellikle yüzey sertliğini etkiler. Bununla birlikte, %1 alüminyum, %3 kromdan daha fazla sertlik artışı sağlar ve çeliğin karbon içeriğinden bağımsızdır. Alüminyum karbür oluşturmadığından nitrür oluşumu için tamamen uygundur. Daha düşük molibden ve vanadyum içeriği, temperleme direncini artırır ve temper gevrekleşmesine karşı hassasiyeti azaltır.

Ek alaşım elementlerinin neden olduğu yüksek yüzey sertliği, daha düşük yapışma eğilimi ve daha yüksek aşınma direnci ile sonuçlanır. Bununla birlikte, artan yüzey

sertliđi aynı zamanda mekanik gerilme sırasında daha büyük bir çatlama riskine yol açar.

Nitrülenmiş bileşenin deforme olabilirliđi yalnızca ince, sert nitrür tabakasına deđil, aynı zamanda temel malzemenin kimyasal bileşimine ve yapısına da bađlı olduđundan, yapı ne kadar homojen ve ince taneli olursa ise, nitrüleme sonucu o kadar iyi olur. Bununla birlikte, genel olarak tavllanmış başlangıç durumu, tavllanmış duruma göre tercih edilir [1].

Nitrasyon ısıl işleminde nitrürasyona uygulanan çeliđin içerisindeki nitrür yapıcı elementler, azot verici ortamda, azotun difüzyonu ile birleşerek nitrür fazlarını meydana getirirler. Bu nitrürler kendi başlarına serttirler ve ayrıca bir sertleştirme işlemi gerektirmezler [25].

Alüminyum içeren çelik kaliteleri, mikroskobik, oksidik saflık seviyesini bozan ve bileşen yüzeyinde çökelme meydana gelirse azotun bileşen yüzeyine difüzyonunu önleyen daha fazla alüminyum oksit oluşturur.

Nitrüleme çeliđinin alaşım içeriđi ne kadar yüksek olursa, elde edilebilecek yüzey sertliđi de o kadar yüksek olur. Nitrülenmiş yüzey tabakasındaki artık basma gerilmesi de artar, bu da daha yüksek yorulma mukavemetine yol açar. Ancak alaşım elementleri, azotun iç kısmına difüzyonunu bozduđu için elde edilebilecek nitrüleme sertliđinin derinliđini de azaltır [1].

Nitrüleme ile elde edilen sertlik derinliđi 0.1-0.9 mm arasında bulunmaktadır. Bunun sebebi, nitrülemeyi etkileyen parametrelerdir. Bunlar, işlem sıcaklıđı, işlem süresi, ortamın azot konsantrasyonu ve çeliđin bileşimidir.

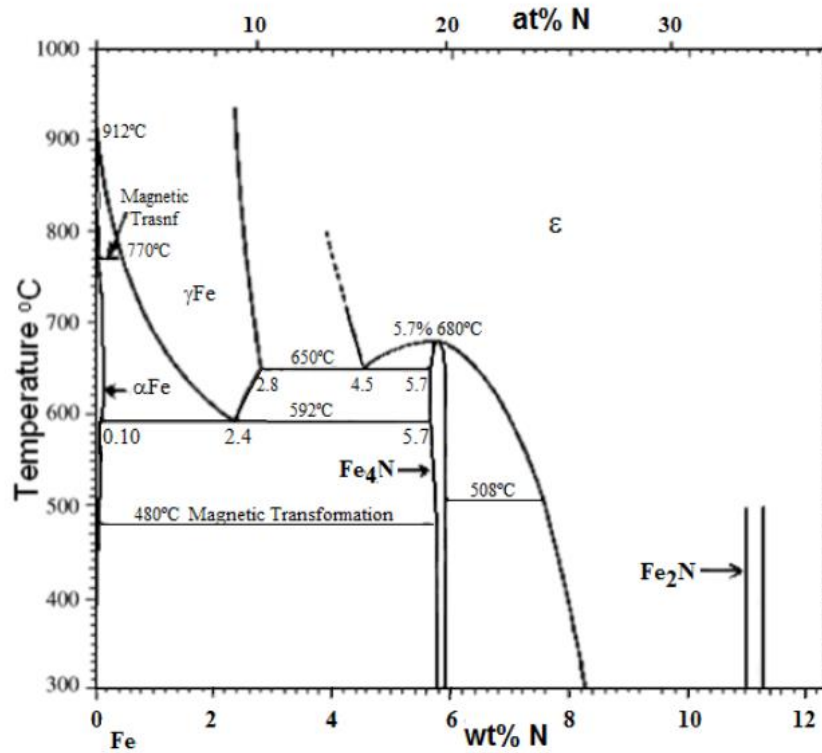
Nitrasyon işlemi 500-590°C gibi düşük sıcaklıklarda yapılan bir işlemdir. Bu nedenle, ferritik-termokimyasal bir ısıl işlem denilebilmektedir. Nitrasyon ısıl işlemi sonunda çelik malzemenin kazandıđı özellikler şöyledir;

- a. Yüksek yüzey sertliđi ve aşınma mukavemeti
- b. Temperlemeye karşı yüksek direnç ve yüksek sıcaklık sertliđi
- c. Yüksek yorulma mukavemeti ve düşük yorulma çentik hassasiyeti
- d. Çeliklerde korozyon direnci
- e. Yüksek boyutsal kararlılık



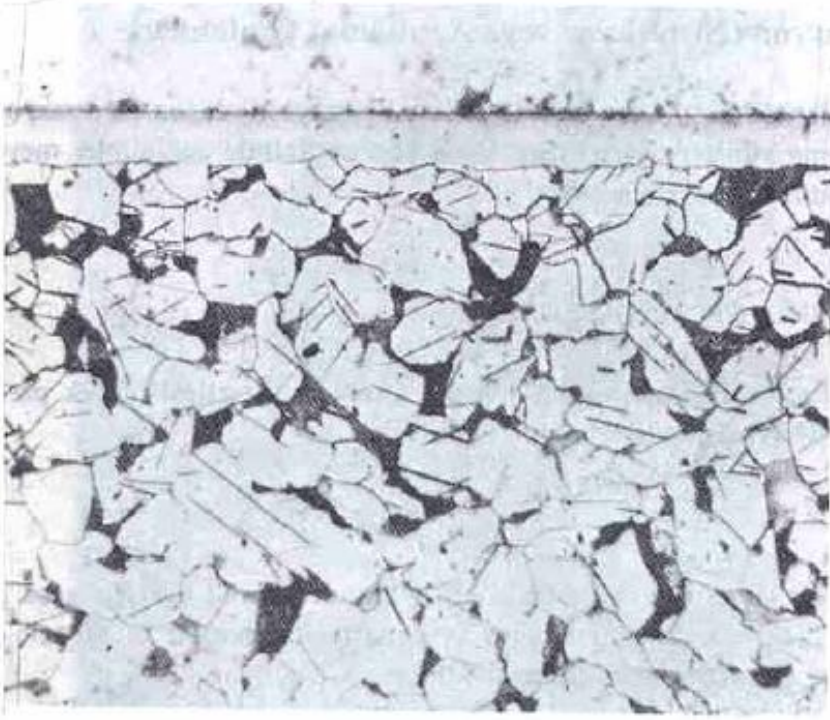
Nitrasyon işlemi uygulanan parçada çok az hacim artışı görülmektedir. Aşırı hassas parçaların nitrüleme ile yüzeyinin sertleştirilmesi uygulanacak olduğunda boyutsal kontrolle bu durumun etkileri giderilebilmektedir. Bunun dışında, düşük sıcaklıkta uygulanan bir ısıl işlem olduğu için nitrürlü parçalarda çatlamlar ve distorsiyon görülmemektedir.

Nitrasyon ısıl işlemi sırasında, Fe-N denge diyagramı kullanılmaktadır (Şekil 3.3). Genel olarak kullanılan nitrasyon sıcaklıklarında, azot demir içinde çözünür, fakat bu değer %0.1 gibi çok küçük bir yüzdede gerçekleşir. Bu orandan daha fazla çözünen azot bileşiği, kimyasal formülü  $Fe_4N$  olan  $\gamma'$  nitrür fazlarını oluşturmaktadır. Eğer azot oranı %6'yı aşarsa  $\gamma$  nitrür  $\epsilon$  nitrüre dönüşmeye başlar.  $500^\circ C$ 'nin altında  $\epsilon$  nitrür oluşabilir. Bu fazın azot oranı yaklaşık %11 ve kimyasal formülü de  $Fe_2N$ 'dir [26].



Şekil 3.3. Fe-N denge diyagramı.

Mikroskop ile incelendiğinde  $\gamma$  ve  $\epsilon$  nitrürler "beyaz tabaka" adı verilen beyaz bir yüzey tabakası olarak görülmektedir (Şekil 3.4.). Nitrasyon sırasında beyaz tabakanın kalınlığındaki artışla, azotun çeliğe daha fazla yayılması aynı anda gerçekleşir. Çözünürlük sınırı azaldığında, nitrürler tane sınırlarında ve belli kristalografik düzlemler boyunca çökürlür. Bu sırada alaşım elementlerinden Al, Cr ve Mo nitrür oluşturucu olarak kullanılırlar [30].



**Şekil 3.4.** %0.15 C'lu çeliğin gaz nitasyonu sonucu oluşan beyaz tabaka ve iğnesel demir nitürün çökeldiği difüzyon tabakası.

Nitrasyon gaz, plazma, tuz banyosu (sıvı) veya toz ortamda yapılabilir. Bu yöntemler kendi içlerinde farklılıklar gösterebileceği gibi, birbirleri arasında da uygulama farklılıkları bulunmaktadır [1].

### **3.5. Nitrasyon Uygulamaları**

Şekil 3.5. 'de bazı görselleri bulunan parçalardan bazı genel uygulama alanları olarak; motor aksamı, aktarma organları, enjektör memeleri, ana şaseler, Tüm metalik parçalar, jantlar, krank milleri, eksantrik miller, kamlar, dişliler, vanalar, yaylar, vidalar, kalıp döküm takımları, dövme kalıpları, alüminyum ekstrüzyon kalıpları ve plastik enjeksiyon kalıpları vardır [27].



**Şekil 3.5.** Nitrasyon uygulanan parça örnekleri.

Nitrür oluşturuucu elementleri içeren çelik çeşitlerine uygulandığında daha etkili olmaktadır. Nitrasyon işlemi, sıcak iş, soğuk iş çelikleri ve kalıp çelikleri gibi takım çeliklerine de uygulanabilir. Ayrıca düşük sıcaklıklarda gerçekleştiği için yay çelikleri de sertleştirilebilmektedir, bu şekilde otomotiv sektöründe kullanılan yayların yorulma ömrü uzatılmaktadır. %5'e kadar krom elementi ihtiva eden tüm demir bazlı malzemelere gaz nitrasyon uygulanabilir. Daha yüksek alaşımli çelikler ve paslanmaz çelik için, gaz nitrasyon yerine plazma nitrasyon tercih edilmektedir. Düşük yoğunluklu ve sinterleme işlemi ile üretilmiş çelikler için gaz nitrasyonu önerilmemektedir. Sonuçların en iyi olması için malzemeye, öncesinde sertleştirme ve menevişleme işlemleri uygulanmalıdır [25].

Nitrürleme işlemini başarılı bir şekilde gerçekleştirmek için bir dizi çalışma süreci parametresine uyulmalı ve kontrol edilmelidir. Bu parametrelerin çoğu nispeten basit enstrümantasyon ve yöntemlerle kontrol edilebilir. Gaz nitrürleme için proses parametrelerinin örnekleri şunları içerir:

- Fırın sıcaklığı
- Proses kontrolü
- Zaman

- Gaz akışı
- Gaz aktivite kontrolü
- Proses odası bakımı

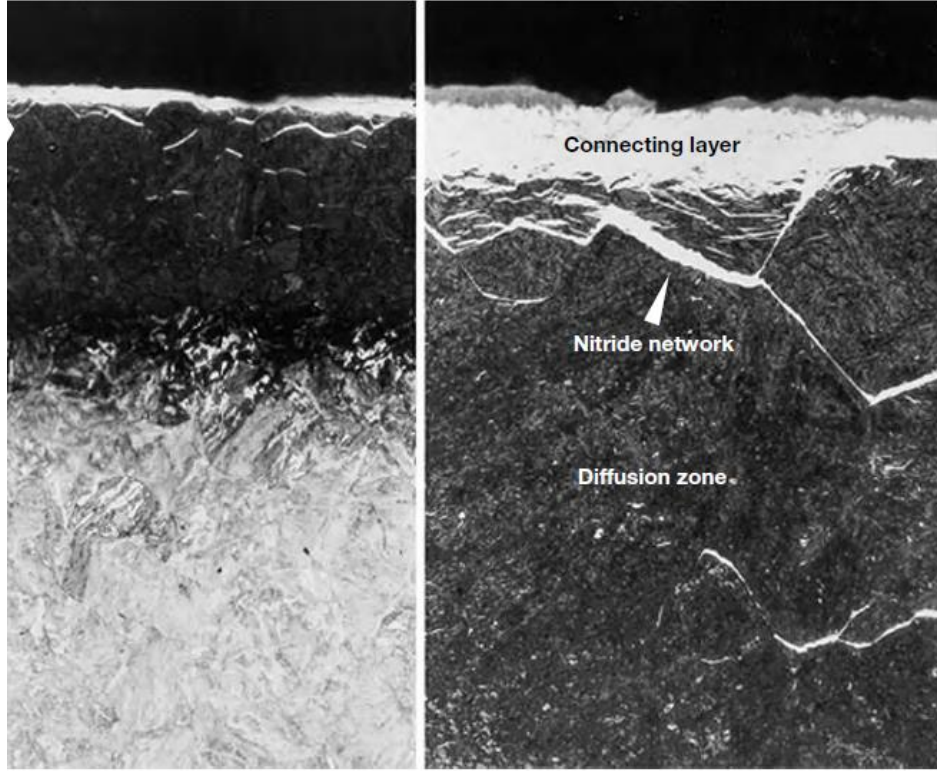
Tüm bu faktörler, indüklenen artık gerilmeler hariç, süreç sırasında bozulmayı azaltmaya yardımcı olur. Nitrürlemenin diğer bir faydası, işlenmiş çeliğe ilave bir temperleme sağlayarak stabilize edici bir işlem görevi görmesidir [10].

### 3.6. Gaz Nitrasyon

Gaz nitrasyon, azot ve sert nitrür çökeltilerinin çözünmesini sağlayarak aşınma direncini, yüzey sertliğini ve yorulma ömrünü artırmak için kullanılan termokimyasal yüzey sertleştirme işlemidir [9].

Gaz nitrürleme ve gaz-karbonitrürleme için normal sıcaklık aralığı  $450\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T \leq 590\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'dir. Gaz nitrürlemede en önemli faktör bileşen, amonyakın kademeli olarak azaltılması ve bileşenin yüzeyinde emilmesi yoluyla yayılmaktadır. Bazı durumlarda,  $\text{NH}_3$  içeriğini seyrelten taze gaza  $\text{NH}_3$  eklenir. Oksi-nitrürleme adı verilen süreçte, nitrürleme sürecini yoğunlaştırmak için genellikle hava formundaki oksijen kullanılır. Oksi-karbon nitrürleme, pasifleştirilmiş yüzeyleri işlemek için kullanılır. Gaz-karbonitrürleme için, yayılabilir karbon eklenir. Genellikle saf veya gaz karışımının bir parçası olarak (örn. endogaz veya ekzogaz) CO ve  $\text{CO}_2$  formunda eklenir. Gaz sülfonitrasyonda, amonyağa kükürt veya hidrojen sülfür eklenir. İşlem, bağlantı tabakasında kükürt biriktiği için daha iyi aşınma özelliklerine yol açsa da, nadiren kullanılır. Diğer yöntemlerin aksine, gaz nitrürleme ve gaz karbon nitrürleme, çeşitli farklı yapılara, bağlantı tabakası kalınlıklarına ve nitrürleme sertliği derinliklerine ulaşabilir. Nitrür ürününün yapı düzeni bileşen şekline göre ayarlanabilir. Yöntemler büyük ve küçük parçalar için uygundur.

Aşırı nitrürleme, daha belirgin bir bağlantı katmanına ve tanecik sınırları çevresinde bir nitrür ağının oluşmasına yol açabilir (Şekil 3.6.). Bu, kırılabilirliği ve dolayısıyla ufalanma riskini artırır [1].



Şekil 3.6. Difüzyon tabakasına yayılmış olan nitrür ağları görüntüsü.

### 3.6.1. Gaz nitrasyonun faydaları

Nitrasyon, aşırı yüke maruz kalan mekanizmalarda yüksek yüzey sertliği yardımı ile aşınma, sürtünme, pullanma ve sarmalara karşı yüksek direnç göstermektedir. Özellikle yüzey basma gerilimleri oluşturularak yorulma direncini artırır. Sıcaklık aralıklarının geniş olması ve farklı yüzey sertliği derinliklerine ulaşılması sayesinde çok geniş bir uygulama alanına sahiptir [9].

### 3.6.2. Proses detayları

İlk olarak 1900'lerin başında geliştirilen Nitrasyon veyahut nitrürleme süreci, birçok endüstriyel uygulamada önemli rol oynamaktadır. Nitrokarbürleme işleminin türevi olan, nitrürleme genellikle uçak, rulman, otomotiv bileşenleri, tekstil makineleri ve türbin üretim sistemlerinin imalatında kullanılır. Nitrürleme işleminin en önemli özelliği, bir faz gerektirmemesidir. Ne ferritten östenite ne de östenitten martenzite dönüşüm gerçekleşmemektedir. Tüm proses boyunca çelik ferrit fazında (veya alaşım bileşimine bağlı olarak sementit fazında) kalmaktadır.

Bu, ferritin moleküler yapısının (hacim merkezli kübik –bcc) kafes konfigürasyonunu değiştirmedeği veya karbonlama gibi daha geleneksel yöntemlerde olduğu gibi östenitin yüzey merkezli kübik (fcc) kafes karakteristiğine dönüşmediği anlamına

gelmektedir. Ayrıca, hızlı soğutma veya su verme yerine sadece serbest soğutma gerçekleştiğinden, östenitten martenzite sonradan dönüşüm gerçekleşmez. Moleküler boyut değişikliği de yoktur ve daha da önemlisi boyutsal değişiklik yoktur, yalnızca azot difüzyonunun neden olduğu çelik yüzeyindeki hacimsel değişiklikten dolayı sadece hafif bir büyüme vardır. Distorsiyona(çarpılmaya) neden olan, yapılan ısıtma işlemi tarafından indüklenen yüzey gerilimleridir, dönme ve bükülme formunda hareketlere neden olur.

Nitrüleme, çeliklerin ve dökme demirlerin yüzeyine yeni oluşan azotu yaymanın ferritik termokimyasal bir yöntemidir. Bu difüzyon işlemi, demir-azot denge diyagramında gösterildiği gibi, azotun demirdeki çözünürlüğüne dayanır[10].

Gaz nitrüleme tipik olarak atmosferin 925-1050°F (500-565°C) sıcaklık aralığında ayrılmış amonyak veya azot (veya azot/hidrojen) ile seyreltilmesiyle veya seyreltilmemesiyle amonyak kullanılarak yapılır. Sertleştirilecek parçaların üzerinden amonyak (NH<sub>3</sub>) akmasına izin verilir [28].

Çelik yüzeyinin sıcaklığı ve katalitik etkisi nedeniyle, amonyak, denklem 3.1'e göre atomik azot ve hidrojene ayrışır:



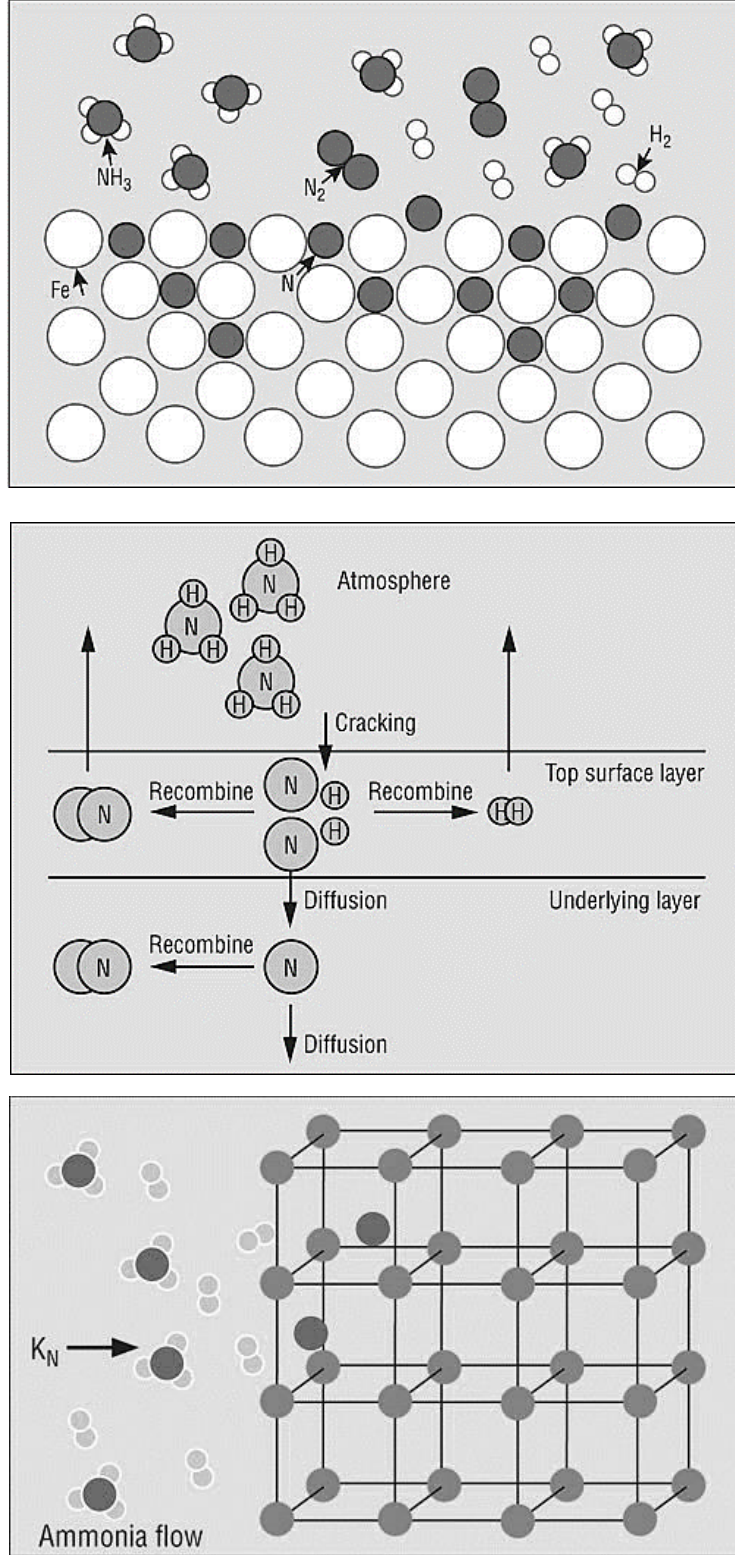
Bunu hemen, denklem 3.2'ye göre moleküler azot oluşturmak üzere birleşeni atomik azot takip eder:



Bu azot atomik halden geçtiği süre boyunca çeliğin içine emilebilir (Şekil 3.7) [28].

Böylece, tüm reaksiyon – denklem 3.3, şöyle olur:





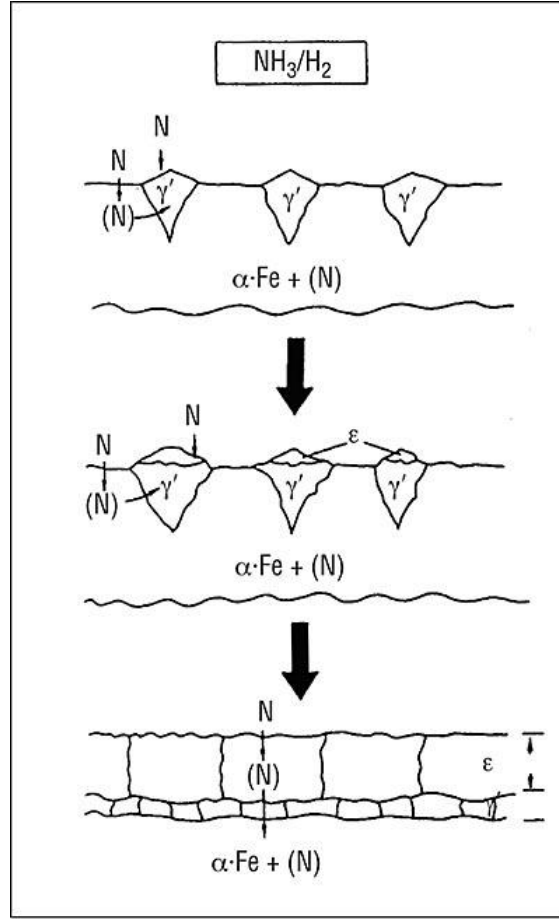
**Şekil 3.7.** Gaz nitasyonu sırasında amonyağın ayrışması, azot açığa çıkması ve çeliğin bünyesine alınmasının şematik gösterilişi.

Azotun demirdeki çözünürlük limiti sıcaklığa bağlıdır ve 450 °C'de (840 °F) demir bazlı alaşım %5.7 ila %6.1'e kadar N emer. Nitrasyon çeliğin karbon içeriğinden güçlü

bir şekilde etkilenir; karbon içeriği ne kadar büyükse,  $\epsilon$  fazının oluşma potansiyeli o kadar fazladır. Sıcaklık 490 °C'de (914 °F) gama ( $\gamma'$ ) faz sıcaklığına daha da yükseltildiğinde veya çözünürlük sınırı yaklaşık 680 °C sıcaklıkta azalmaya başlar.

Denge diyagramı, azot difüzyonunun kontrolünün proses başarısı için kritik olduğunu göstermektedir [10].

Azot konsantrasyonu artmaya devam ettikçe, katmandaki azot içeriği de artar. Azot konsantrasyonu %6,1'i aştığında, gama( $\gamma'$ ) nitrürler, her ikisi de epsilon ( $\epsilon$ ) nitrür olarak adlandırılan  $Fe_3N$  ve  $Fe_2N$ 'ye dönüşmeye başlar. Bu dönüşüm yüzeyde azot konsantrasyonunun en yüksek olduğu yerde) başlar ve  $\gamma'$  tabakası yavaş yavaş  $\epsilon$  nitrüre dönüşür. Bu arada,  $\gamma'$  katmanı daha derine inmeye başlar (Şekil 3.8. ) [29].



**Şekil 3.8.** Nitrürlemenin başlaması.

Gaz nitasyonu, 0.2 ve 0.7 mm arasında bir sertleşme derinliği gerektiren parçalar için kullanılır. Nitrürleme, hassas sıcaklık kontrollü fırınlarda yapılmaktadır.

Büyük çapta parçalar için nitrürleme prosesinde çok iyi sızdırmaz kapaklı yer ocakları kullanılır. Küçük çaptakiler içinse ayrı bir nitrürleme kutusu olan MUFL fırınlar



kullanılır. Nitrasyon için kullanılan kutu fırınlar gaz ile reaksiyona girmeyecek malzemedan yapılırlar. Nikel, Inconel ve benzer alaşımlar idealdir, ancak %25 Cr, %20 Ni'li ısıya karşı dirençli çeliklerin de özellikle bu amaç için uygunlardır. Eğer sadece birkaç adet nitrürleme işlemi yapılacaksa, nitrasyon kutuları çelik sacdan da yapılabilir. Bununla birlikte, demir elementi gazla reaksiyona gireceği için bu tarz sacdan yapılmış kutularda gazın bir kısmı kutunun ham malzemesi tarafından emileceği için, bu tip kutularda ilk nitrasyon işlemlerini kontrol etmek zordur.

Atmosferdeki gaz mutlaka çok az miktarda su buharı içermelidir. Nitrasyon kutusuna girmeden önce gazın nemi alınmalıdır. Aksi takdirde su buharı nitrürlenmiş parçada oksidasyona sebep olacaktır. Gaz nemini giderme yöntemi olarak, yüksek sıcaklıkta bulunan sönmemiş kireç filtreler kullanılır.

Amonyakla gaz nitrasyonu haricinde, farklı gaz ortamlarda bulunmaktadır. Amonyak ve azot karışımından oluşan gaz ortamlar, amonyak ve hidrokarbonlar ile gaz nitrasyonu ve iyon nitrasyonu kullanılan gaz ortamları çeşitlerindedir. Her atmosfer ortamı sahip olduğu gazın özelliklerine göre, çelik malzemenin yüzeyinde oluşacak nitrür tabakasına etki etmektedir [25].

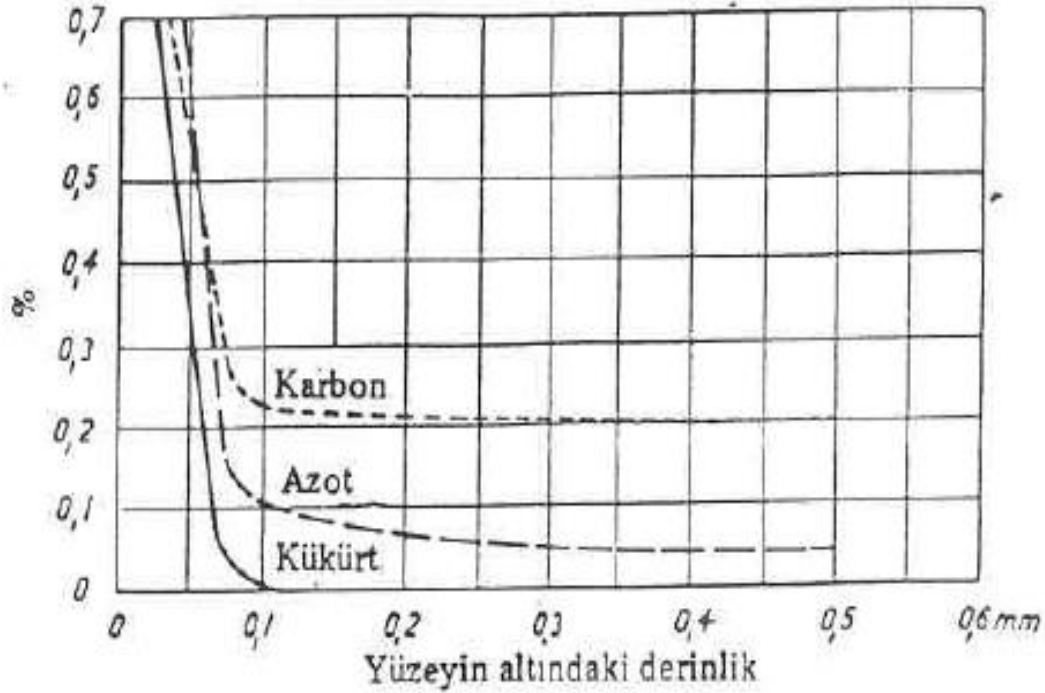
### **3.7. Tuz Banyosunda Nitrasyon**

Bir tuz banyosu içinde bulunan çeliğin nitrasyonu yaklaşık olarak gaz ortamda nitrasyonu kadar eski bir yöntemdir ve günümüzde de hala yaygın olarak kullanılmaktadır. Tuz banyosunda uygulanan nitrürleme, gaz nitrürasyondaki gibi 510-570°C sıcaklıklar arasında yapılır. Yine düşük sıcaklıkta yapılan bu işlemde banyo içeriği olarak siyanat ve siyanürlerin her ikisini de bulundurur. Fakat tuz banyosunda nitrürasyon, aynı tür banyo ile yapılan siyanatlama işleminden farklıdır. Siyanatlamın en önemli farkı uygulamanın işlem sıcaklığıdır.

Tuz nitrasyon banyolarının içerikleri hazırlanırken kullanılan tuz karışımları genellikle (ağırlıkça) %60-70 NaCN ve ağırlıkça %30-40 KCN içermektedir. Ayrıca karışıma ek olarak %1-5 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> gibi karbonatlar ve NaCNO gibi siyanatlar da katılmaktadır. Tuz nitrasyon banyosu ilk hazırlıktan sonra 575°C'de 12 saat yaşlandırılır ve bu süreçte banyodaki siyanat miktarı artarak banyonun %45'ine ulaşır. Bunun gerçekleştiği süre içinde nitrasyon için banyoya çelik malzeme konmamalıdır. Tuz banyosunda nitrürasyon işleminde işlem sıcaklıkları 550-570°C arasında değişir ve 2 saati genelde aşmayan sürelerde işlem uygulanır.

Başlangıçta 10-30 dakika sürelerde yapılan bir işlem olan tuz banyosunda, demir pota kullanılarak yapılan nitrasyonda potadan demirin çözünmesi ile esas parçalarda (uzun süreli nitrasyonlarda) gözenekler oluşabilmekteydi. Bunu engellemek için işlem süresi kısa tutulmaktaydı fakat kısa sürelerde ise gerekli nitrür tabakası kalınlığı için yeterli değildi. Bu nedenle Titanyum potalar kullanılmaya başlandı. DEGUSSA tarafından geliştirilen bu yönteme “Tuffride Prosesi” denilmektedir.

Tuz banyosunda nitrasyon yönteminin diğer bir çeşidi de “Sulfinuz” işlemidir. Sulfinuz işleminde banyodaki NaCN ve NaCNO’ler haricinde aktif olarak sodyum sülfür ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) bulunmaktadır. Geleneksel tuz banyosu nitrasyonunda azot ve karbon çeliğin yüzeyi tarafından absorblanır. Sulfinuz işleminde ise banyo içeriğindeki kükürt nedeniyle nitrülenmiş tabakanın aşınmaya karşı iyi olan özellikleri daha da iyileştirilmiş olur. Şekil 3.9.’de Sulfinuz işlemi sonrası %0.2 C içeren bir çeliğin  $570^\circ\text{C}$ ’de 2 saat işlem sonrası yüzey bileşimini gösterilmektedir.



**Şekil 3.9.** %0.2 C içeren çeliğin  $570^\circ\text{C}$ ’de 2 saat sulfinuz işleminden sonra yüzey tabakasındaki kükürt, azot ve karbon miktarları.

Tuffride ve Sulfinuz işlemleri sonrası en iyi yüzeyin elde edilmesi için parçaların ılık suda soğutulması gerekmektedir. Hızlı soğuma bu şekilde yapılması  $\alpha$  demirini azotça aşırı doymuş bir katı eriyik hale gelmesini sağlar. Oluşan katı eriyik, nitrülmenin bir özelliği olan yorulma mukavemetindeki artışa ilave bir katkı sağlamaktadır. Ek olarak,

aşırı doymuş  $\alpha$  katı eriyiğinin oluşması sırasında gerçekleşen iç gerilmeler ile tokluk azalmaktadır. Sadece karbon içeren veya düşük alaşımlı olan çeliklerde 200°C'de temperlendiğinde oluşan nitrür çökmesi yorulma mukavemetini azaltır ve tokluğu artırır. Bu tür çökelmeler gaz nitrasyon prosesinde de yavaş soğuma sırasında, kendiliğinden oluşmaktadır [25].

İşlem genellikle  $550\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T \leq 570\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 30 dakika ile 120 dakika arasında sürer. Bileşenler erimiş tuz banyolarına daldırılır ve daha sonra suda söndürülür. Ortaya çıkan katmanlar, yorulma mukavemetini artırır ve adeziv ve abrazif aşınmaya karşı çok dirençlidir. Bileşenler daha sonra oksitleyici bir erimiş tuz banyosunda söndürülürse veya oksitleyici bir ortamda işlenirse, korozyon direnci önemli ölçüde artar. Ergimiş tuz banyosunda azot içeren tuz bulunmalı ve tuz kolayca yıkanabilmesi için suda çözünmelidir. Tuz banyosunda karbon nitrürleme aşağıdaki arıtma adımlarında gerçekleştirilir:

- Ön Temizlik

Spreyli yıkama ile alkali temizlik ve durulama

- Ön ısıtma

Bileşenleri 30 ila 120 dakika 350 °C- 400 °C 'deki sirkülasyon fırınında yapılan ön ısıtma (bileşen kalınlığa bağlı olarak sıcaklık değişmektedir)

- Karbo- Nitrasyon

İşlem, erimiş tuz banyosuna daldırıldıktan hemen sonra başlar. Sadece birkaç dakika sonra kapalı bir bağlantı tabakası oluşur (çok yüksek azot içeriği).

- Soğutma / Oksitleme

Alaşımsız çelikten farklı olarak, soğuma hızı, alaşımlı çeliğin azot çözelti durumunu etkilemez çünkü sert mikroskobik nitrürler, nitrür oluşturan alaşım elementleri ile karbon nitrürleme sırasında zaten birikmiştir. Soğutma yönteminin seçimi, bileşenin çatlama ve deforme olma eğilimine, kimyasal bileşimine ve istenen katman özelliklerine göre yapılır.

- Yıkama

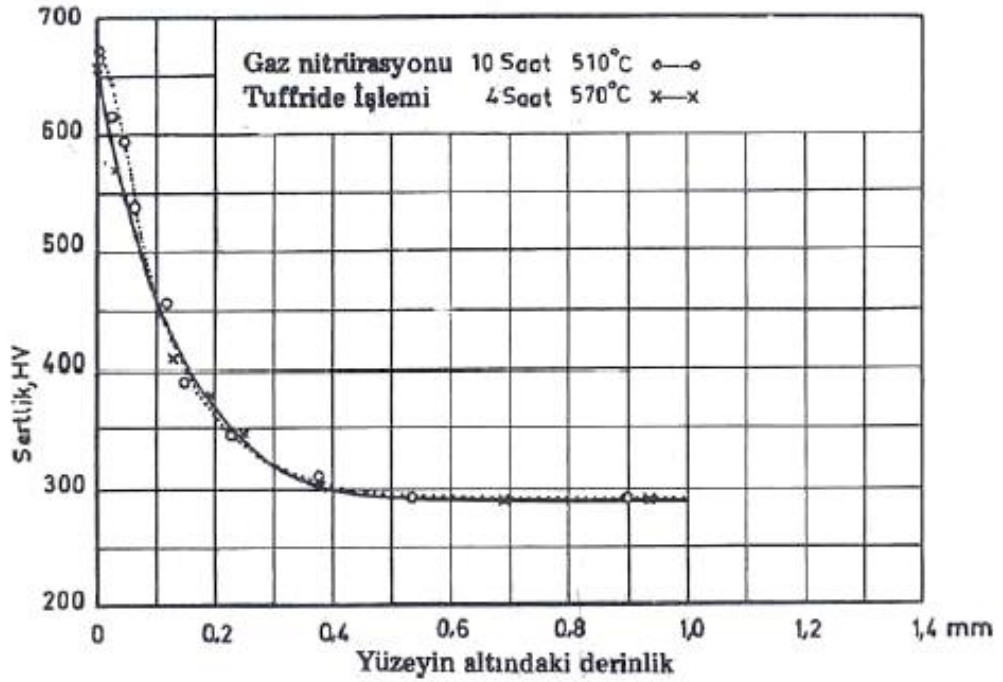
Derin kör delikler için ayrıntılı olarak, bu yöntemin en önemli avantajı, sürecin dalgalanmalara karşı çok duyarlı olmaması ve sadece birkaç parametrenin

ayarlanmasını gerektirmesidir. Yığın kurulumu, işlem sonuçlarını çok az etkiler, bu da yığınların zararlı etkiler olmadan yoğun bir şekilde yüklenebileceği anlamına gelir. Ancak yöntem, karbon difüzyonu olmadan saf nitrürleme için kullanılamaz. Ek olarak, erimiş tuz banyolarında azot absorpsiyonuna karşı uygun yalıtım araçlarının olmaması nedeniyle kısmi arıtma da sadece sınırlı bir ölçüde mümkündür. Bağlantı tabakası kalınlığının difüzyon derinliğine oranı da ancak belli bir dereceye kadar ayarlanabilmektedir [1].

### **3.7.1. Gaz ve tuz banyosunda nitrasyonun karşılaştırılması**

İki metot da nitrasyonda en yaygın kullanılan yöntemlerdir. Bu iki metot karşılaştırılırken dikkate alınan noktalar aşağıda verilmektedir:

- Gaz ile yapılan uygulamada 12-120 saatlik nitrürleme süresine karşılık, tuz banyosunda bu süre sadece 1-4 saat arasındadır.
- Gaz nitrasyonu sonrasında parçalarda gevreklik olduğu halde, tuz banyosu yapılan nitrasyonda böyle bir durum oluşmamaktadır.
- Gaz nitrasyonu sırasında parçaların gevrek olmasının sebebi  $\gamma'$  nitrür gibi gevrek bir fazın varlığıdır. Bu fazın oluşumu tuz banyosunda nitrürasyon sırasında oluşmaz.
- İki metot ile yapılan nitrasyon sonucunda elde edilen sertlik değerleri arasında büyük farklılıklar bulunmamaktadır. Şekil 3.10.'da iki metot ile nitrasyona tabi tutulmuş aynı iki malzemenin sertlikleri mukayese edilmiştir.



**Şekil 3.10.** Gaz nitürasyon ve tuffriding işleminden sonra yüzey tabakasında sertlik dağılımı.

Her iki yöntemin avantaj ve dezavantajları şöyle sıralanabilir:

1. İşlem süresi: Tuzda yapılan nitrasyon daha kısa sürmektedir.
2. Temizlik: Gaz nitrasyon ile çalışma alanının veya nitrörlenen parçanın kirlenmesi gerçekleşmemektedir. Bu yüzden gaz nitrasyon daha avantajlıdır. Tuz banyosunda nitrasyonda durum tam tersidir. Bu nedenle tuz banyosunda yapılan işlem sonrası işlem gören parçaların ayrıca temizlenmesi gereklidir. Bu da ek masraf anlamına oluşturmaktadır.
3. Nitrasyon derinliği: Tuz banyosunda yapılan işlemde, nitrasyon süresinin artmasıyla artış gösteren boşlukların oluşması ile, işlem süresi 4 saate ile sınırlandırılmıştır. Gaz nitrasyonda bu konuda herhangi bir sınır bulunmamaktadır. Bu nedenle gaz nitrasyonu ile elde edilebilen derinlik daha fazla olabilmektedir.
4. Boyutsal kararlılık: Nitrasyon sürecinde çelikte gerçekleşen basma gerilmeleri nedeni ile ileri gelen boyutlardaki değişim, çarpılma olarak belirtilirse, aynı nitrasyon derinliğinde her iki yöntemde aynı miktar çarpılma (distorsiyon) oluşur. Ayrıca gaz nitrasyon ile genellikle ısıl işleminden sonra işlemin gerçekleştirdiği kutu havada soğumaya bırakılır. Tuz banyosunda yapılan nitrasyonda ise parçalar ya suda ya da

yağda soğutulurlar. Bu sayede parçalardaki termal gerilmeler ile parçanın çarpılma riski, tuz banyosunda yapılanda biraz daha fazladır diyebiliriz.

5. Aşınma direnci: Tuz banyosunda nitrasyon sırasında oluşan  $\epsilon$  karbonitrür miktarı, bilinenin aksine gaz nitrasyonuna oranla daha fazladır. Oluşan  $\epsilon$  karbonitrür, yüksek oranda aşınma direncinde artış sağlar. Gaz nitrasyonu atmosferine hidrokarbonların ilavesiyle  $\epsilon$  karbonitrür miktarı tuz banyosunda oluşan değerlere kadar artabilmektedir. Ancak bu oluşan  $\epsilon$  karbonitrür tabakasının aşınma direncini arttırmaktadır fakat, gevrek ve kırılğan bir tabaka olduğu da bir gerçektir.

6. Tokluk: Tuz nitrasyonu esnasında uygulanan hızlı su verme sonucu elde edilen nitrülenmiş tabakanın tokluğu, soğumanın yavaş bir şekilde gerçekleştiği gaz nitrasyonunda elde edilen tabakaya göre daha kötüdür [25].

### **3.8. Plazma Nitrasyon**

Plazma nitrüleme ve karbon nitrüleme 350 °C ile 590 °C arasındaki sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Pozitif yüklü iyonlar, fırın duvarının (anot) önünde katot görevi gören bileşene yüksek hızlarda çarpar. Başlangıçta, bu iyon bombardımanı bileşen yüzeyinin temizlenmesine (püskürtme) neden olarak pasif katmanların çıkarılmasına izin verir. Daha sonra ısıtılır ve bileşen yüzeyi nitrülenir. Darbeli deşarjlar partideki homojenliği artırır ve tesisteki enerji transferini azaltır. Pozitif fırın duvarı ile negatif bileşenler arasında bir negatif aktif ekran yerleştirmek, ekran üzerinde akkor deşarja yol açar. Yüksek alaşımlı malzemelerde, nitrüleme üniformdur ve pasivasyon katmanları sıçratma olmadan bile çıkarılabilir. Bu yöntem aynı zamanda ASPN (aktif ekranlı plazma nitrüleme) olarak da adlandırılır. Plazmada işlemin avantajı, katman bileşiminin optimize edilebilmesidir (örneğin, yüksek nitrür tabakasına sahip ince bağlantı katmanları). işlemin yeniden üretilmesi kolaydır ve boyutta minimal değişikliklerle sonuçlanır. Gaz veya tuz banyolarında nitrüleme ile karşılaştırıldığında, en düşük seviyede kalınlıkla sonuçlanır. Bununla birlikte, bileşen şarjı kesin tanımlamalar gerektirir ve plazma 0,6 ila 0,8 mm'den küçük çatlaklara giremez [1].

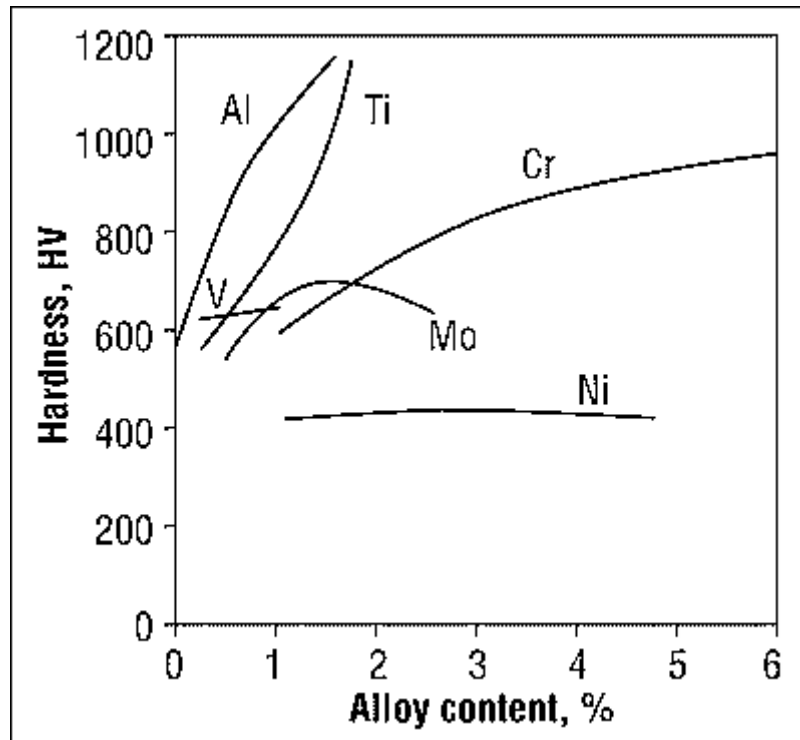
### **3.9. Toz Nitrasyon**

Toz nitrürasyonunda parçalar tıpkı kutu sementasyonunda olduğu gibi kutular içine yerleştirilirler. Kutunun alt kısmına yaklaşık ağırlıkça %15 nitrürasyonu hızlandırıcı

malzeme konduktan sonra, nitrürlenecek parçalar yerleştirilir. Parçaların üzerine nitrürasyon tozları konarak kutu sıkıca kapatılır ve 520-570°C sıcaklıklar arasındaki fırına konur. Tutma süresinin 12 saati geçmemesi tavsiye edilir [25].

### 3.10. Nitrürlenebilirlik

Nitrürlenebilirlik kavramı, çeliğin azotu absorbe etme yeteneğini ve azotun sağladığı sertlik artışını içerir. Bu kavramlar birçok parametreden etkilenmektedir ve nitrürasyonun yapıldığı yönteme göre farklılıklar gösterebilmektedir [25]. Bunların ek olarak, çeliğin içerdiği alaşım elementleri, nitrasyon sonucu elde edilen yüzey sertliğine etki etmektedir. Şekil 3.11.'de bazı alaşım elementlerinin çelikte nitrüleme ile oluşacak olan yüzey sertliğine etkisini göstermektedir.



Şekil 3.11. %0.35 C, %0.30 Si, %0.70 Mn alaşımlı çelikte, nitrasyon sonrası elementlerin sertliğe etkileri.

Nitrasyon uygulanmış alaşımlı çeliklerin yüzey sertliğini ölçerek, farklı alaşım elementlerinin sert nitrürler oluşturma veya çökeltme sertleştirme olarak bilinen bir mekanizma ile çeliğin sertliğini artırmanın tespiti için literatürde araştırmalar bulunmaktadır. Benzer araştırmalarla elde edilen sonuçlar, Şekil 3.12.'de gösterilmektedir; buradan, bir çeliğin yaklaşık %1,5 oranında Al veya Ti alaşımlı olması ile yüksek sertliklerin elde edilebildiği görülebilmektedir. Sade karbonlu ham

malzemenin nitrürlenmesi ile, yaklaşık 400 HV'lık bir sertlik elde edilir ve Şekil 3.13'e göre, çelik Ni ile alaşımlanırsa sertlik değişmez, çünkü bu element bir nitrür oluşturuvcu değildir ve dolayısıyla herhangi bir sertlik artışına katkıda bulunmaz. Yüksek yüzey sertliği istenen nitrasyon uygulanacak bir çeliğin içeriği seçileceği zaman çoğunlukla, Al, Cr ve Mo gibi nitrür oluşturan elementleri tercih edilir [32]. Özetlenecek olur ise nitrasyon işlemine elementlerin etkileri;

Alüminyum – En güçlü nitrür oluşturuvcudur (yaklaşık %1,5 Al'de optimum).

Krom – Düşük alaşımlı krom içeren çelikler, önemli ölçüde daha fazla süneklığe (alüminyum içeren çeliklere göre) sahiptir ancak alüminyum içerene göre daha düşük sertliğe sahip nitrürlenmiş bir metal sağlar. Yüksek krom yüzdelerinde, kromun etkisi yaklaşık olarak alüminyumunkine yakındır.

Molibden – Kararlı nitrürler oluşturur; nitrürleme sıcaklıklarında kırılmalık riskini azaltır.

Vanadyum - Kararlı, sert nitrürler oluşturur.

Nikel, bakır, silikon ve manganez – Bu elementlerin nitrürleme üzerinde çok az etkisi vardır.

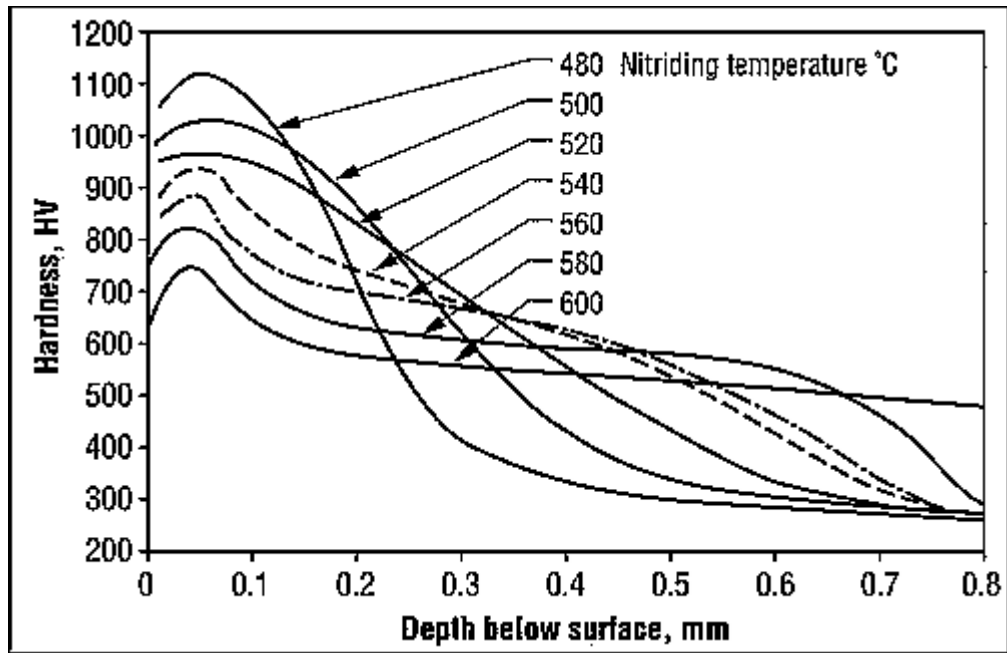
Kurşun – Kurşun ilavesinin nitrasyon derinliğini ve sertliğini azaltan hafif bir olumsuz etkisi bulunmaktadır [29].

Nitrasyon işleminde, elde edilen nitrasyonun derinliğini ve özelliklerini (özellikle sertliğini) belirleyen değişkenler çok önemlidir. Nitrürleme ortamının yapısı; nitrürleme süresi ve sıcaklığı; çelikteki katı çözeltideki nitrür oluşturan elementlerin miktarı ve yapısı; ve çelikteki diğer elementlerin (C, Ni, Si) türü, miktarı ve yapısı nitrasyon derinliğini etkileyen temel faktörlerdir. Özellikle nitrasyon derinliği, artan alaşım elementinin miktarı ile azalmaktadır. Sertlik artışında en büyük etkiye sahip iki element Al ve Ti aynı zamanda N'un difüzyonuna en fazla geciktirici etkiyi gösterir. Bu elementlerin miktarı arttıkça, azotun çeliğin bünyesine alınması zorlaşır. Optimum sertlik ve nitrasyon derinliğini sağlamak için önerilen Al içeriği %1 civarındadır. Bu miktar, Al ile alaşımlandırılmış nitrürasyon çeliklerinde normal olarak kullanılan bir değerdir. Alaşım elementlerinin azotun difüzyonunu engelleyici etki göstermelerinin nedeni, azotla beraber nitrürler oluşturmalarıdır. Karbonunda azotun difüzyonuna kuvvetli bir engelleyici etkisi vardır.

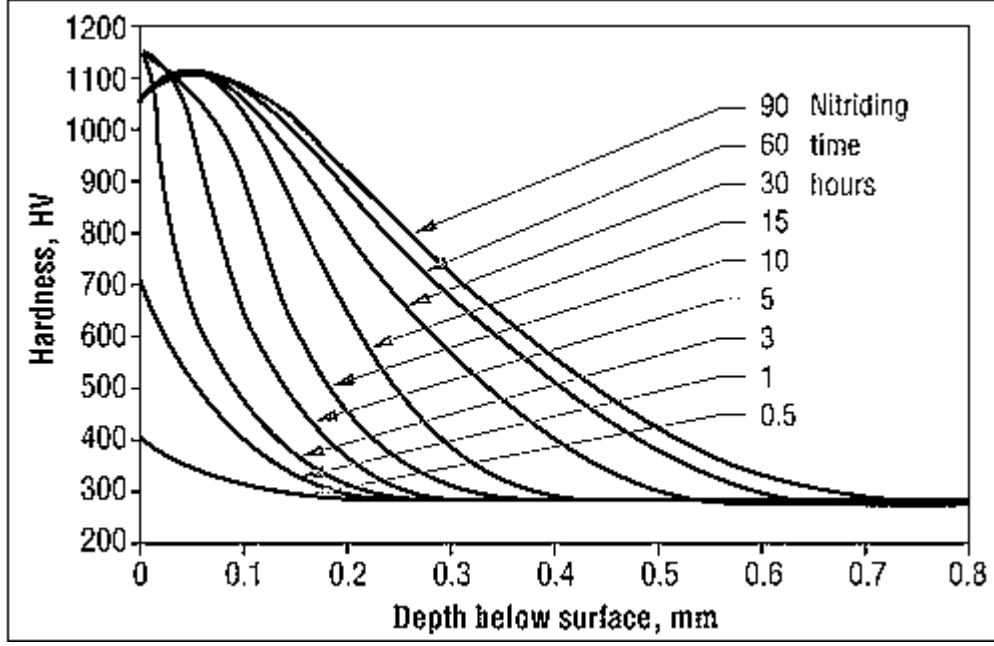


Nitrasyon derinliğini etkileyen diğer faktörler:

- Nitrasyon sertliği, sıcaklıkla azalır. Daha düşük sıcaklıklar, belirli bir işlem süresi için nitrasyon derinliğini azaltır.
- Çelikteki nitrür oluşturan elementlerin miktarı ve yapısı, azotun nüfuziyetinin belirli bir döngü için (alaşım nitrürler olarak) çökelen azot miktarıyla ters orantılı olduğu durumlarda nitrasyon derinliğini etkiler. Alaşım içeriği ne kadar düşük olursa, belirli bir zaman döngüsü için nitrasyon işlemi o kadar derin olur.
- Karbonun ana işlevi, karbürleri oluşturmak için diğer alaşım elementleriyle birleşerek onları azot ile olası reaksiyondan uzaklaştırmaktır.
- Nikel ve silikonun birlikte nitrasyon derinliğini biraz azalttığı da bilinmektedir [29].



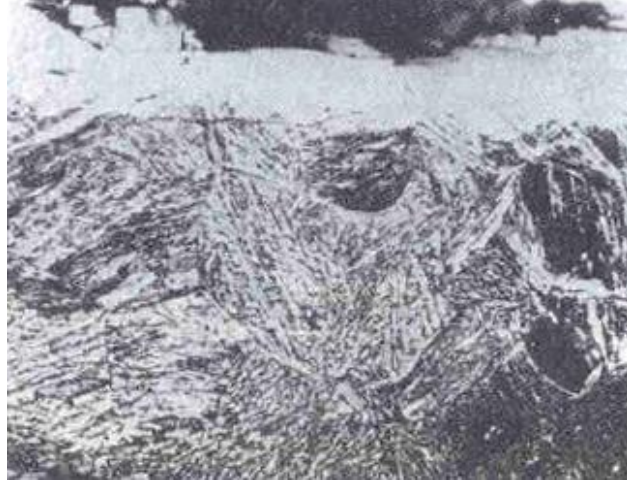
Şekil 3.12. Sıcaklığa bağlı nitrasyon derinlik değişimi.



Şekil 3.13. Zamana bağlı nitrasyon derinlik değişimi.

Yüksek oranda serbest ferrit içeren bir içyapı, azotun difüzyonu için, düşük karbür içeren bir içyapı ise hem azotun difüzyonu hem de sertlik için uygundur. Alaşımli çeliklere genellikle, ısıl işlem uygulanabilir şekilde, yani su verilmiş ve 550-650°C'de temperlenmiş şartlarda, nitrasyon uygulanmaktadır. Sıcaklık bu aralıktayken, çökeltme ve aynı zamanda karbürlerin birleşmesi gerçekleşebilmektedir. Karbür çökeltmesi tane sınırlarında oluşmaktadır ve bu durum tane sınırlarında gerçekleşecek difüzyonu engellemektedir.

Nitrasyon işleminden sonra elde edilen yüzey düzgünlüğüne tane boyutu ve karbür oluşumu etki etmektedir. Tane boyutunu artırılması ile nitrürler, tane sınırlarına bant şeklinde çökerler. Eğer tane sınırlarına karbürler daha önceden çökelmişlerse, azot atomları karbürlerle karbonitrür teşkil ederek boyutça artış göstermektedirler. Sonuç olarak karbonitrürler yüzey tabakasındaki tüm tanelerin yer değiştirmesine ve buna bağlı olarak beyaz tabakanın deforme olmasına veya çatlamasına neden olurlar. Şekil 3.14.'de gösterilen makro fotoğrafta bu olay görülmektedir.



**Şekil 3.14.** Tane sınırlarında karbonitrürler içeren nitrürlenmiş bir çeliğin yüzey tabakası.

Az alaşımlı çeliklerde nitrürasyon süresinin nitrürasyon derinliğine etkisi, aşağıdaki basit difüzyon bağıntısından (3.4) çıkarılabilir.

$$D_N = k\sqrt{t} \quad (3.4)$$

Burada,

$D_N$ = Nitrasyon derinliği

$k$ = Bir sabit

$t$ = zaman (saat) ,  $k$  sabiti sıcaklık ve malzemenin bir fonksiyonudur [32].

### 3.11. Nitrasyon Öncesi Yüzey Hazırlığı

Nitrasyon, beyaz (temiz) bir eldiven işlemi olarak düşünülmelidir, yani nitrülemeden önce, yağlar ve kum dahil tüm kalıntılar parçaların yüzeyinden temizlenmelidir. Parçaları temiz eldivenler olmadan tutmaktan kaynaklanan cilt yağları bile sorunlu olabilir. Parçalar kesinlikle temiz değilse, lekeli nitrasyon derinlikleri oluşur.

Parçaları temizlemenin kabul edilebilir bir yolu, nitrülemeden hemen önce yağdan arındırma ve aşındırıcı (kum) temizlenmelidir.

Başka bir yöntem, ince bir fosfat kaplamayı içerir.

İlgili adımlar şunlardır:

- Yağını gidermek
- Soğuk suyla durulama

- Oksalik asit banyosu daldırma
- Soğuk suyla durulama
- Ilık suyla durulama
- Fosfat çözeltisi daldırma

Dekarbürize edilmiş bir yüzey nitrürlemeden önce çıkarılmazsa, tabaka çok çabuk dağılır [31].

### 3.11.1. Kumlama

Mekanik temizleme sistemleri, çoğu endüstriyel üretim uygulamasında kirleticileri gidermek ve çalışma yüzeyini sonraki son işlem veya kaplama işlemleri için hazırlamak için mevcuttur. Tipik kullanımları şunları içerir:

- Pas, kireç, kuru katılar, kalıp kumu, seramik kabuk kaplamalar veya kurumuş boyaların çıkarılması,
- Yapıştırma, boyama, emayeleme veya diğer kaplama maddelerinin hazırlanmasında yüzeylerin pürüzlendirilmesi,
- Büyük çapakların veya kaynak sıçramalarının giderilmesi,
- Biraz farklı yüzeyler mevcut olduğunda bile düzgün bir yüzey kalitesi geliştirmek,
- Kauçuk veya plastik kalıplama işlemlerinden flaşın çıkarılması,
- Cam, porselen, ahşap veya granit veya mermer gibi doğal taşların oyulması veya dekoratif gravür oluşturulmasıdır.

Mekanik olarak temizlenebilen iş parçası türleri aşağıda verilmektedir:

- Demirli ve demirsiz dökümler
- Dövme veya damgalama
- Çelik levha, şerit veya yapısal şekiller
- Demirli ve demirsiz malzemelerin kaynaklı ve imalatları
- Alüminyum, magnezyum veya çinko kalıcı kalıp veya pres döküm parçalar
- Termoplastik veya termoset plastikler
- Çelik çubuk stoğu ve filmaşın
- Hassas kalıplanmış kauçuk parçalar
- Kauçuk, plastik, cam veya metal parçalar için yüksek alaşımli kalıplar ve kalıplar

- Çeşitli egzotik parçalar bunlardan bazılarıdır.



**Şekil 3.15.** Dişli bir parçaya yapılan kumlama işlemi.

Mekanik temizleme sistemleri, üç ana yöntemden biri aracılığıyla parçanın çalışma yüzeyine karşı enerji verilen veya itilen çeşitli aşındırıcı malzemeler kullanır:

- Havasız santrifüj püskürtme bıçağı veya kanat tipi tekerlekler
- Basınçlı hava, doğrudan basınçlı kuru püskürtme meme sistemleri
- Basınçlı hava, dolaylı emme (indüksiyon) ıslak veya kuru püskürtme meme sistemleridir.

Aşındırıcı püskürtmeli temizleme, ticari olarak, darbeli aşındırıcı akımı yönlendirmek için ağızlığına sahip bir boru veya hortum kanalından yönlendirilen hava veya buharla başlamıştır (Şekil 3.15.). Hem basınçlı püskürtme hem de emme püskürtme meme sistemleri, aşındırıcıyı hızlandırmak ve itmek için kullanılan basınçlı havayı veya basınçlı buharı üretmek için yüksek güç gerektirir. Bu gereklilik, küresel ve açısız aşındırıcı parçacıkların, özellikle yüksek yoğunluklu demir aşındırıcıların hızlandırılmasındaki aerodinamik verimsizliklerden kaynaklanmaktadır[33].

### **3.11.2. Bilyalı dövme**

Parça dövme, kontrollü koşullar altında metal yüzeye yüksek hızda yönlendirilen bir püskürtme akımının çarpmasıyla metalik parçaların açıkta kalan yüzey katmanlarında basınç gerilmelerinin indüklendiği bir soğuk işleme yöntemidir (Şekil 3.16.). Birincil amaç, doğru ve tekrarlanabilir sonuçlar elde etmek için kontrol edilme derecesi açısından kumlama temizliğinden farklıdır. Bilyalı dövme, dövülecek yüzeyi temizlemesine rağmen, bu işlev tesadüfi bir işlemdir. Bilyalı dövmenin temel amacı

yorulma mukavemetini arttırmaktır. İşlemin, gerilim-korozyon çatlamasına katkıda bulunan çekme gerilimlerini gidermek, metal parçaların şekillendirilmesi ve düzleştirilmesi ve gümüş plakanın çelik üzerine yapışmasının test edilmesi gibi başka faydalı uygulamaları vardır [33].



**Şekil 3.16.** Bir iş parçasına yapılan bilyalı dövme işlemi.

### 3.11.3. Ultrasonik yıkama

Ultrasonik temizleme, sulu ortama daldırılmış parçalardan çeşitli kirleticileri çıkarmak için yüksek frekanslı ses dalgalarının (insan işitmesinin üst aralığının üzerinde veya yaklaşık 18 kHz) kullanılmasını içerir. Kir, yağ, gres, cilalama/parlatma bileşikleri ve kalıp ayırıcı maddeler, bunlardan sadece birkaçıdır. Temizlenebilen malzemeler arasında metaller, cam, seramik vb. bulunmaktadır. Ultrasonik çalkalama, çeşitli temizlik maddeleriyle kullanılabilir (Şekil 3.17).



**Şekil 3.17.** Bir iş parçasına yapılan ultrasonik yıkama işlemi.

Metal endüstrisinde bulunan tipik uygulamalar, kesme ve işleme operasyonlarından talaşların ve kesme yağlarının çıkarılması, kaplama işlemlerinden önce parlatma ve cilalama bileşiklerinin çıkarılması ve otomotiv ve uçak uygulamaları için yeniden oluşturulmuş bileşenlerden greslerin ve çamurun temizlenmesidir. Ultrasonik temizleme, sert kirleticileri çıkaracak kadar güçlüdür, ancak alt tabakaya zarar vermeyecek kadar da naziktir. Bir temizleme tankındaki en küçük aralıklarda ve sıkı

aralıklı parçalar arasında sık sık penetrasyon ve temizlik kullanımında mükemmel sonuçlar sağlar.

Ultrasoniklerin temizlikte kullanımı, 1-trikloroetan gibi kloroflorokarbonlar nedeniyle giderek daha popüler hale geldi. Bazı kısıtlamalar nedeniyle, birçok üretici ve yüzey işlemi yapan kişi artık solvent bazlı buharla yağ giderme yerine daldırma temizleme teknolojilerini kullanmaktadır. Ultrasonik kullanımı, karmaşık şekilli parçaların, buharlı yağ giderme ile elde edilene karşılık gelen bir etkinlikle temizlenmesini sağlar [33].





## 4. MATERYAL VE YÖNTEMLER

### 4.1. Numune Seçimi

Bu çalışmada haddelenmiş düşük alaşımlı AISI 4140 çeliği kullanılmıştır. Şekil 4.1.'de bulunan Oxford Instruments Foundry Master Smart Spektrometre cihazı ile analizi yapılmıştır. Tablo 4.1.'de kimyasal kompozisyonu verilen AISI 4140 çap 38 mm'lik ıslahlı çekme çubuk malzemeden, 2x3x1 mm boyutlarında 6 adet numune oluşturulmuştur. Test numunelerinin nitrasyon çekirdek sertlikleri 30 HRC gelmektedir. Sertlik ölçümü Şekil 4.2.'de verilen 150 Kgf ile Future-Tech Rockwell Hardness Tester LC Serisi ile yapılmıştır.



Şekil 4.1. Spektrometre cihazı.

Tablo 4.1. AISI 4140 çeliğinin kimyasal kompozisyonu.

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Fe
%	0.34	0.235	0.717	0.024	0.033	0.926	0.155	0.014	98.19



**Şekil 4.2.** Rockwell sertlik cihazı.

#### **4.2. Numune Hazırlanışı**

Yapılacak yüzey hazırlama işlemleri sonrası numunelerin ayırt edilebilmesi için yan yüzeylerine lazer markalama ile Tablo 4.2.'de verilen markalamalar yapılmıştır. Yüzeyi parlatılan numune, Şekil 4.3.'de verilen Mikrotest firmasının numune hazırlama cihazında AKASEL marka sarf malzemeler ile hazırlanmıştır.  $Al_2O_3$  ile yapılan kumlama işleminde F60 / 212-300 mikron kum kullanılmıştır. Kumun sertliği 9 mohs'tur. 6 bar basınç ile 10 cm yükseklikten 3 paso şeklinde kumlanmıştır. Cam küre ile yüzeyi hazırlanan numunelere 40-70 mikron boyutlarında %75'i  $SiO_2$ 'ten oluşan cam küre kum kullanılmıştır. Sertlikleri yaklaşık 6 mohs değerindedir. 8 bar basınç ile 10 cm yükseklikten 3 paso şeklinde kumlanmıştır. Kumlama işlemleri Şekil 4.4'de bulunan kumlama cihazı ile yapılmıştır.



**Şekil 4.3.** Numune hazırlama cihazı.



Şekil 4.4. Kumlama cihazı.

**Tablo 4.2.** Numunelere yapılan yüzey hazırlama işlemleri ve markalamaları.

Adet	İşlem	Markalama
1 adet	Yüzey hazırlama yapılmadı	YH40C
1 adet	320 mesh zımpara+ 800 mesh zımpara + 1000 mesh zımpara+ bez keçe yapıldı	BK40C
1 adet	45° açı ile Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kumlandı	AO4540C
1 adet	90° açı ile Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kumlandı	AO9040C
1 adet	45° açı ile Cam küre kumlandı	CK4540C
1 adet	90° açı ile Cam küre kumlandı	CK9040C

Numunelerin yüzeyleri hazırlandıktan sonra Metkon firmasının METACUT 251 cihazı (Şekil 4.5.) ile ortadan ikiye kesilerek nitrasyon uygulanıp incelenecek ve nitrasyon uygulanmadan incelenecek olarak ikiye ayrıldı. Tüm numuneler, içerisinde GANTEK GALVANO marka BUFFLEN NO 1 yıkama sıvısı bulunan 75°C’de ultrasonik banyo’da 15 dakika yıkanmıştır. 15 dakika 75° saf su ile sıcak durulama yapıp kurutulmuştur.



Şekil 4.5. Hassas kesme cihazı.

Nitrasyon uygulanacak olan numuneler Şekil 4.6.'da verilen IPSEN nitrasyon fırınında aşağıdaki Tablo 4.3.'te verilen değerlerde nitrasyon işlemine tabii tutulmuştur.



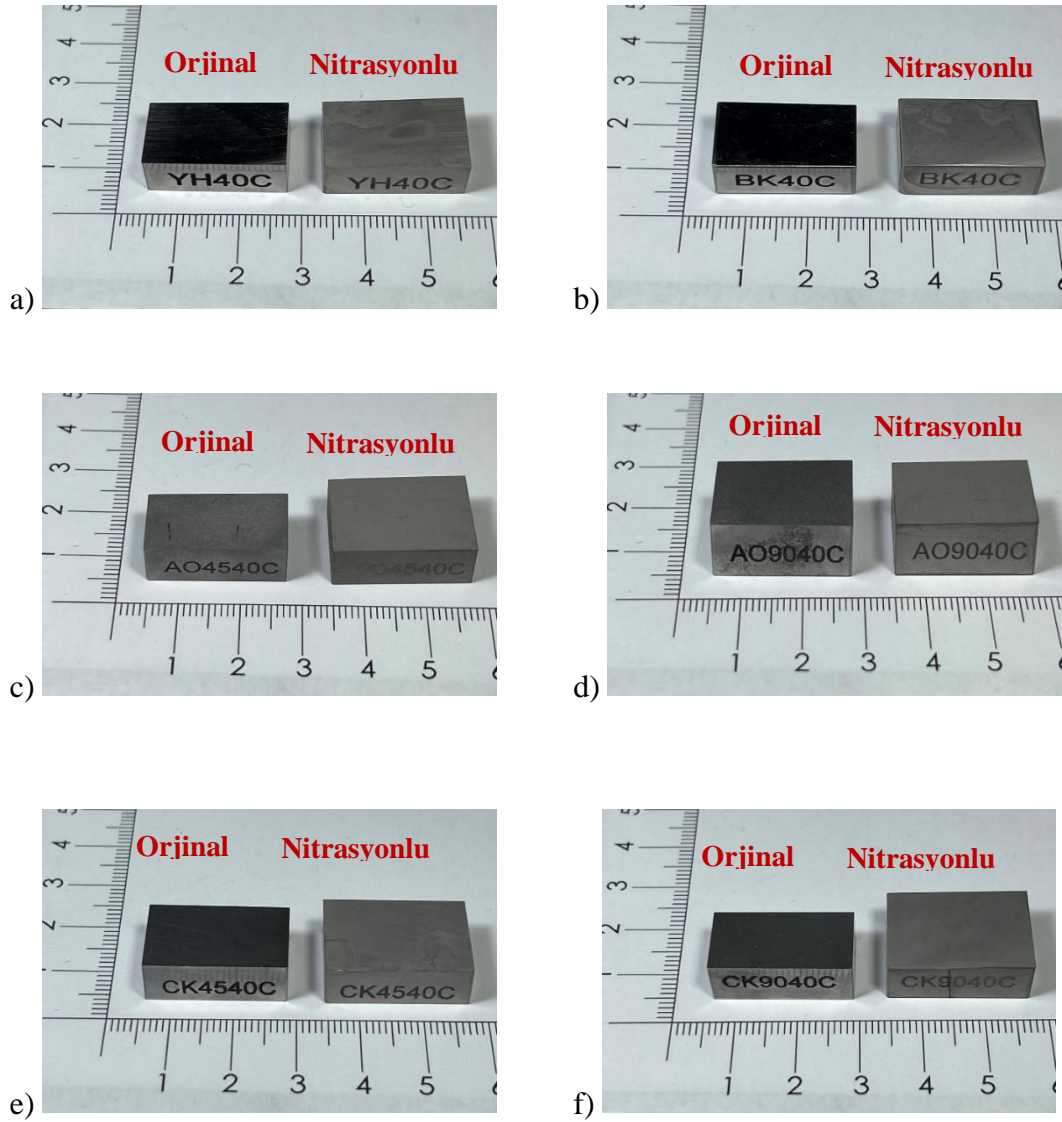
Şekil 4.6. Gaz nitrasyon fırını.

Tablo 4.3. Nitrasyon fırının değerleri.

İşlem Adımı	N <sub>2</sub> ile yıkama	Fırın atmosferini ısıtma	Sentetik gazlarla nitrasyon	Sentetik gazlarla nitrasyon Kn kontrolü	Nitrasyon sonrası NH <sub>3</sub> ile soğutma	Azotlama sonrası N <sub>2</sub> ile soğutma
Sıcaklık	350°C	530°C	580°C	580°C	500°C	100°C
Bekleme Süresi	1 dk	15 dk	30 dk	40 dk	1 dk	15 dk

## 5. ARAŞTIRMA BULGULARI

Numunelerin nitrasyon öncesi ve sonra makro yüzey görüntüleri Şekil 5.1.'de verilmiştir. Makroskobik anlamda farklı malzemeler ile kumlanmış numunelerin yüzeylerinde matlaşma dışında farklı bir fiziksel değişim gözlenmemiştir.

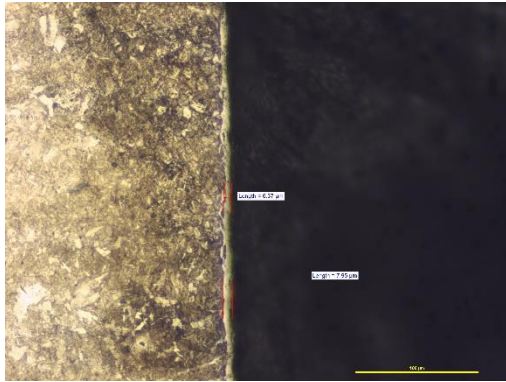


**Şekil 5.1.** Numunelerin nitrasyon öncesi ve sonrası görüntüleri. a) Yüzey hazırlanmamış b) parlatılmış c) 45° açı ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kumlanmış d) 90° açı ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kumlanmış e) 45° açı ile Cam küre kumlanmış f) 90° açı ile Cam küre kumlanmış.

Makro görüntüde de görüldüğü üzere, nitrürlenmiş numune ve ham numune arasında yüzey farklılığı vardır. Nitrürlenmiş numunelerin yüzeyleri daha mat görülmektedir.

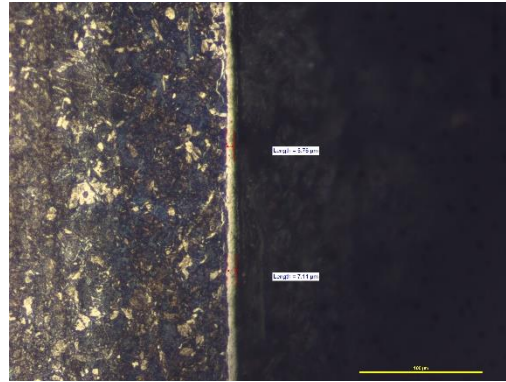
- Optik mikroskop incelemeleri

Şekil 5.2.'de numunelerin nitrasyon sonrası optik mikroskop ile kesitten çekilmiş görüntüleri ve beyaz tabaka kalınlıkları verilmektedir. Görüntüler Şekil 5.3.'de verilen Nikon MA100n marka ters metal mikroskobu ile çekilmiştir.



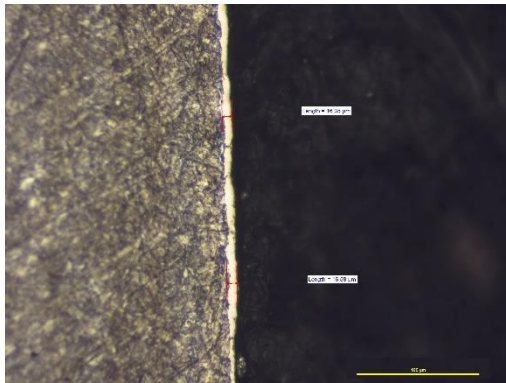
**YH40C**

**Beyaz Tabaka: 6-8 µm**



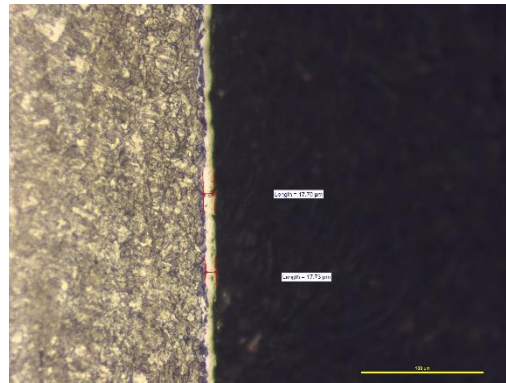
**BK40C**

**Beyaz Tabaka: 5-7 µm**



**AO4540C**

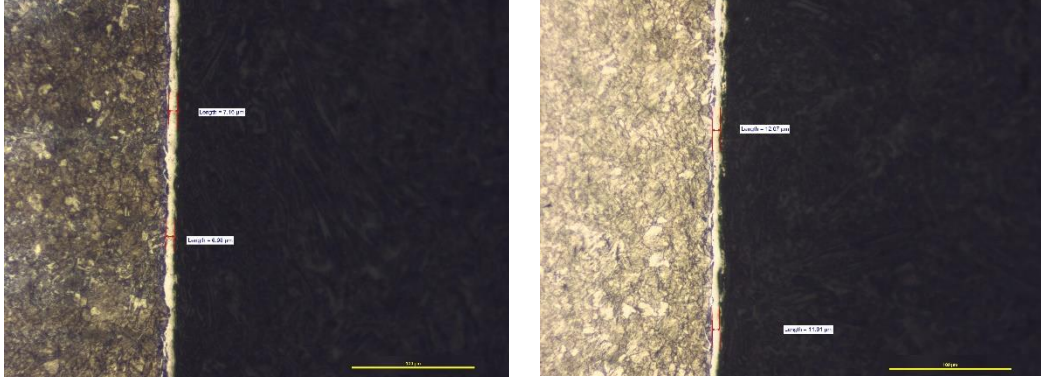
**Beyaz Tabaka: 14-16 µm**



**AO9040C**

**Beyaz Tabaka: 16-18 µm**

**Şekil 5.2.** Numunelerin optik mikroskop görüntüleri(200x) ve beyaz tabaka kalınlıkları.



**CK4540C**

**Beyaz Tabaka: 6-8 μm**

**CK9040C**

**Beyaz Tabaka: 10-12 μm**

**Şekil 5.2.(Devamı)** Numunelerin optik mikroskop görüntüleri(200x) ve beyaz tabaka kalınlıkları.

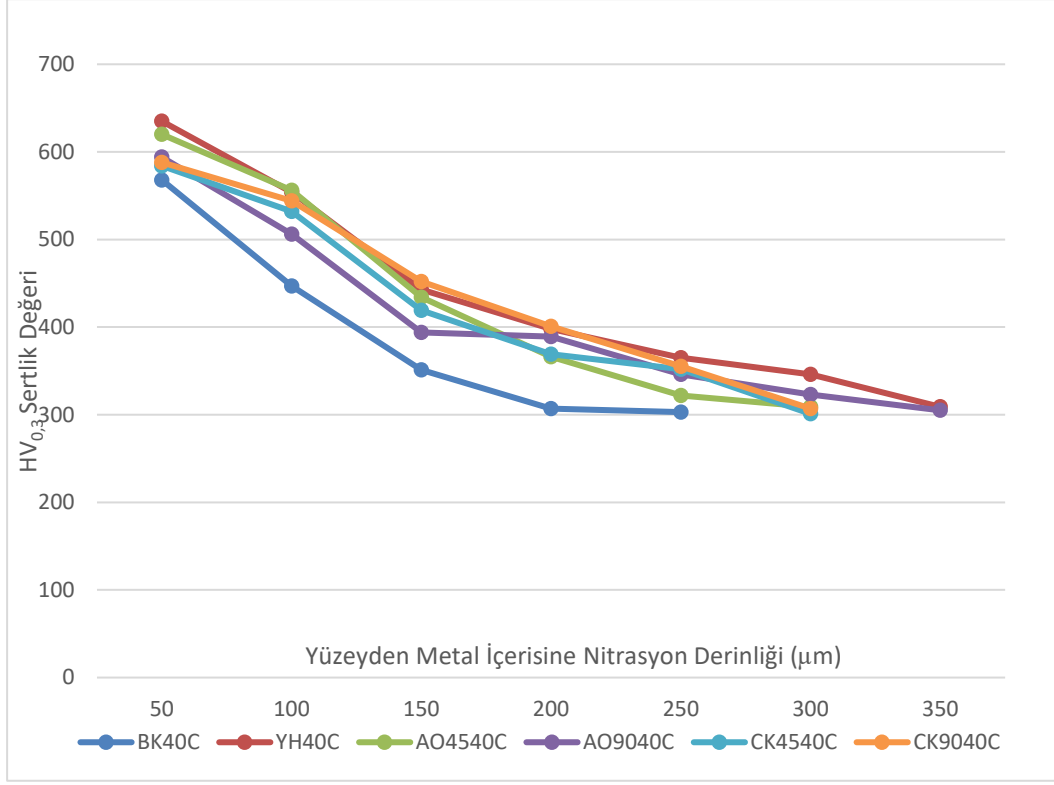


**Şekil 5.3.** Ters optik mikroskop.

En yüksek beyaz tabakanın alümina ile 90° kumlanan numunede olduğu görülürken, bez keçe ile parlatılan yüzeyin beyaz tabaka oluşturma oranı diğer numunelere göre daha düşük olduğu görülmektedir.

- Mikro sertlik ölçümleri

Nitrasyon yapılan çeliklerde difüzyon derinliği, derinlik artarken azot konsantrasyonun azalmasına olarak bağlı azotun difüzyonun gerçekleştiği en son nokta olarak tanımlanmaktadır. Difüzyon derinliğinin tespiti sertlik ölçümü ile yapılmaktadır. Çekirdek sertliğinin %10 ya da 50 HV üzerindeki sertlik değerinin ölçüldüğü derinlik, difüzyon derinliği olarak tanımlanmaktadır. Şekil 5.4.'te tüm numunelerin kesitten mikro sertlik değerlerinin değişim eğrisi verilmiştir. Sertlik taramaları Şekil 5.5.'de verilen SHIMADZU HMV-2 marka mikrovickers sertlik ölçüm cihazı ile yapılmıştır.



**Şekil 5.4.** Numunelerin kesitten sertlik taramaları ve difüzyon derinlikleri.

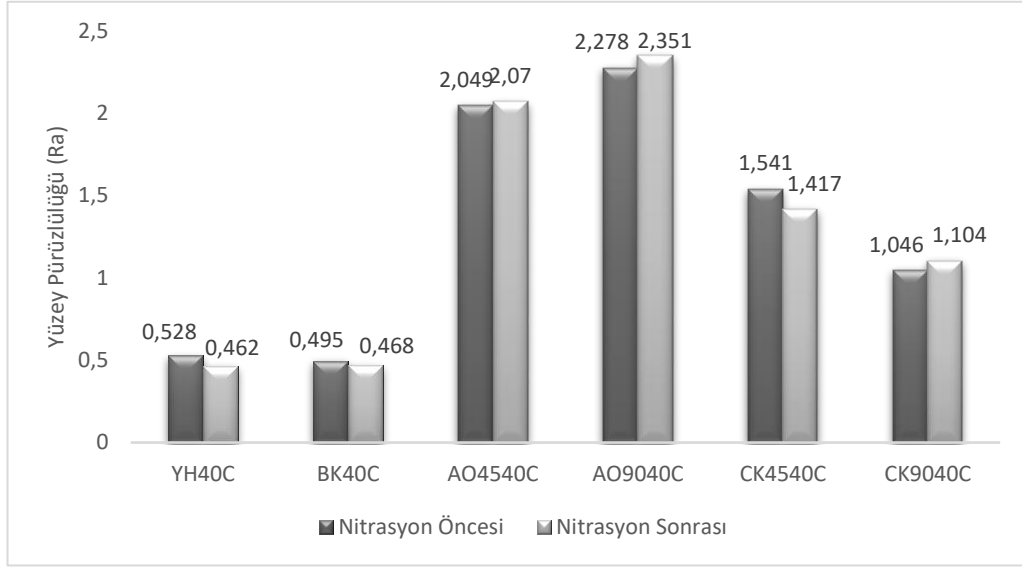
Nitrasyon sonrası en düşük difüzyon derinliği 200 µm ile parlatılmış numune de ölçülmüştür. En fazla olanlar 350 µm derinlik ile yüzeyi hazırlanmamış ve 90° alümina ile kumlanmış numunelerdir.



**Şekil 5.5.** Mikrovickers sertlik ölçüm cihazı.



- **Yüzey pürüzlülük ölçümleri**



**Şekil 5.6.** Nitrasyon sonrası numuneleri ölçülen pürüzlülük değerleri(Ra).

Nitrasyon sonrası en pürüzsüz yüzeyin parlatılmış numunede en pürüzlü yüzeyin ise 90° Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile kumlanmış nitrasyon sonrası yüzeyde olduğu görülmektedir (Şekil 5.6.).Ölçümler SRT6100 marka portatif yüzey pürüzlülük cihazı ile yapılmıştır.

- **Taramalı elektron mikroskobu incelemeleri**

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılan incelemeler Şekil 5.7.'de görseli verilen TESCAN marka cihaz ile yapılmıştır. Numunelerin taramalı elektron mikroskobunda yüzeyden çekilmiş nitrasyon öncesi ve sonrası yüzey görüntüleri Şekil 5.8.'de verilmektedir.



**Şekil 5.7.** Taramalı elektron mikroskobu (SEM).

Numuneler yüzeyden SEM ile incelendiğinde özellikle alümina ile kumlanmış numunelerde yüzeye alümina partiküllerinin saplandığı görülmektedir.

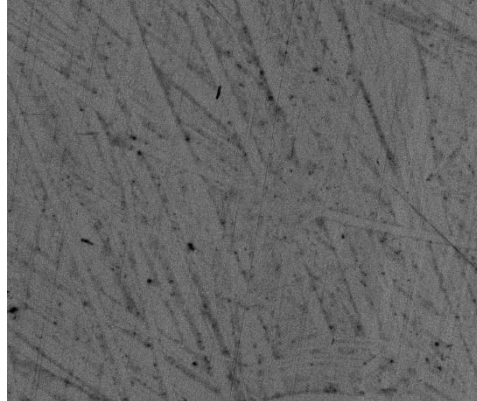
NUMUNE

NİTRASYON ÖNCESİ

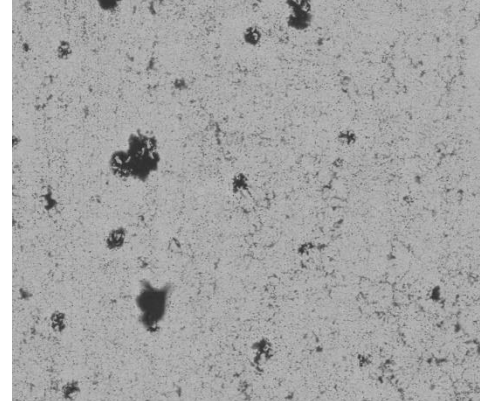
NİTRASYON SONRASI

ADI

YH40C

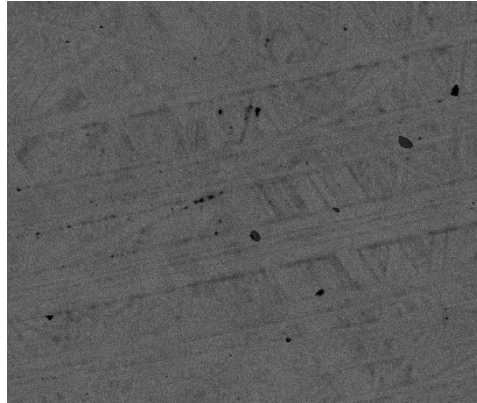


SEM HV: 10.00 kV WD: 15.00 mm VEGA  
View field: 201.1 µm Det: BSE 50 µm  
SEM MAG: 1.00 kx Date(m/d/y): 11/14/22 Sakarya Uni

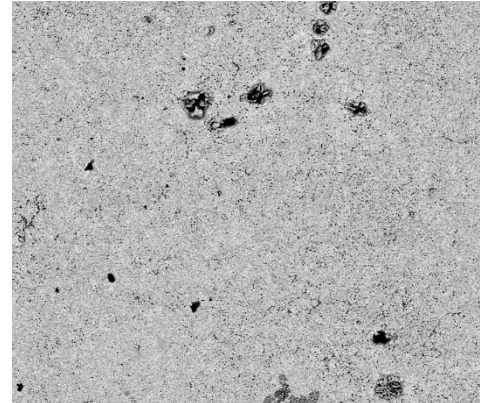


SEM HV: 10.00 kV WD: 15.00 mm VEGA  
View field: 201.1 µm Det: BSE 50 µm  
SEM MAG: 1.00 kx Date(m/d/y): 11/14/22 Sakarya Uni

BK40C

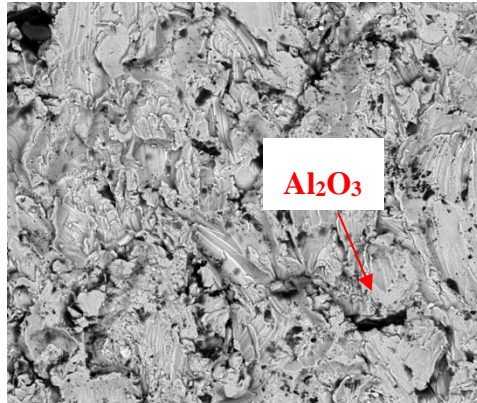


SEM HV: 10.00 kV WD: 15.08 mm VEGA  
View field: 201.1 µm Det: BSE 50 µm  
SEM MAG: 1.00 kx Date(m/d/y): 11/14/22 Sakarya Uni

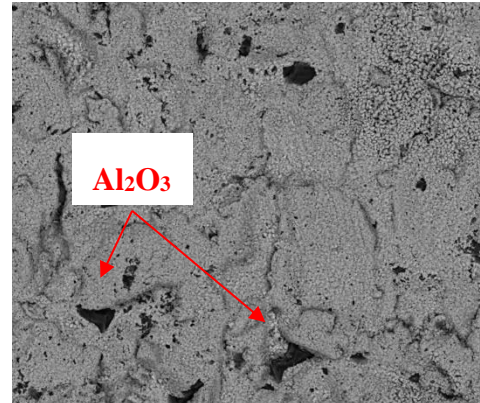


SEM HV: 10.00 kV WD: 15.20 mm VEGA  
View field: 201.1 µm Det: BSE 50 µm  
SEM MAG: 1.00 kx Date(m/d/y): 11/14/22 Sakarya Uni

AO4540

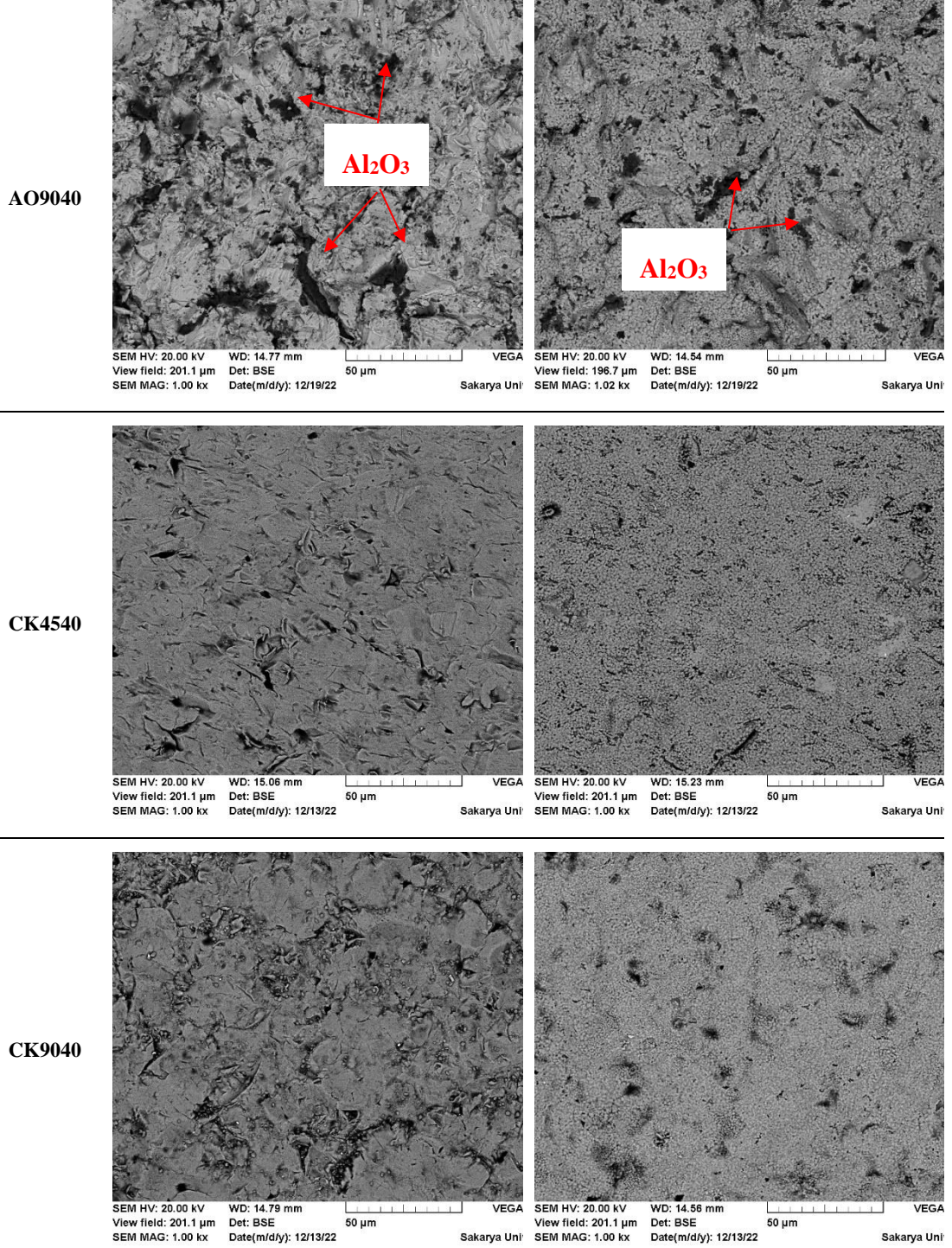


SEM HV: 20.00 kV WD: 15.04 mm VEGA  
View field: 201.1 µm Det: BSE 50 µm  
SEM MAG: 1.00 kx Date(m/d/y): 12/19/22 Sakarya Uni



SEM HV: 20.00 kV WD: 15.01 mm VEGA  
View field: 201.1 µm Det: BSE 50 µm  
SEM MAG: 1.00 kx Date(m/d/y): 12/19/22 Sakarya Uni

Şekil 5.8. Numunelerin nitrasyon öncesi ve sonrası yüzey SEM görüntüleri.



**Şekil 5.8. (Devamı)** Numunelerin nitrasyon öncesi ve sonrası yüzey SEM görüntüleri.

Elektron mikroskopunda topografik mod kullanılarak numune yüzeylerinin 3 boyutlu görüntüleri alınmış olup çukur ve yükselti belirgin hale getirilmiştir. Şekil 5.9.' da alümina ve cam küre ile kuşlanmış numunelerin nitrasyon sonrası 3 boyutlu görüntüleri mevcuttur. Yüzey görüntüleri incelendiğinde kuşlama sırasında saplanan alümina partikülleri nitrasyon sonrası dökülerek uzaklaşmakta ve geriye yüzeyde krater

benzeri bir yapı bırakmaktadır. En fazla ukur 90° alümina ile kumlanmış numune yüzeyinde görülmüştür.



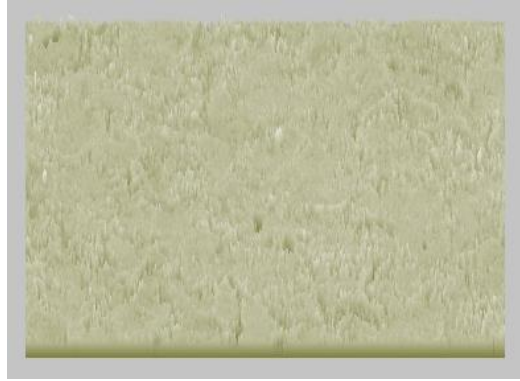
**AO45**



**AO90**



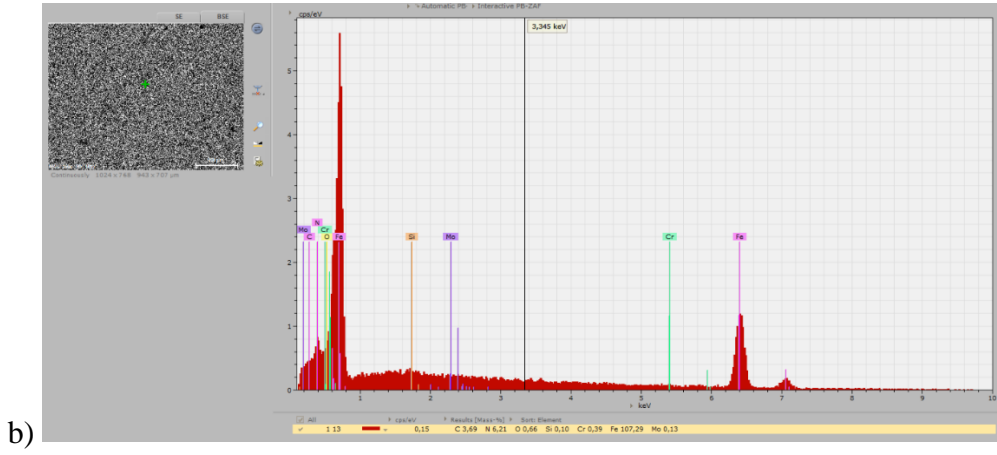
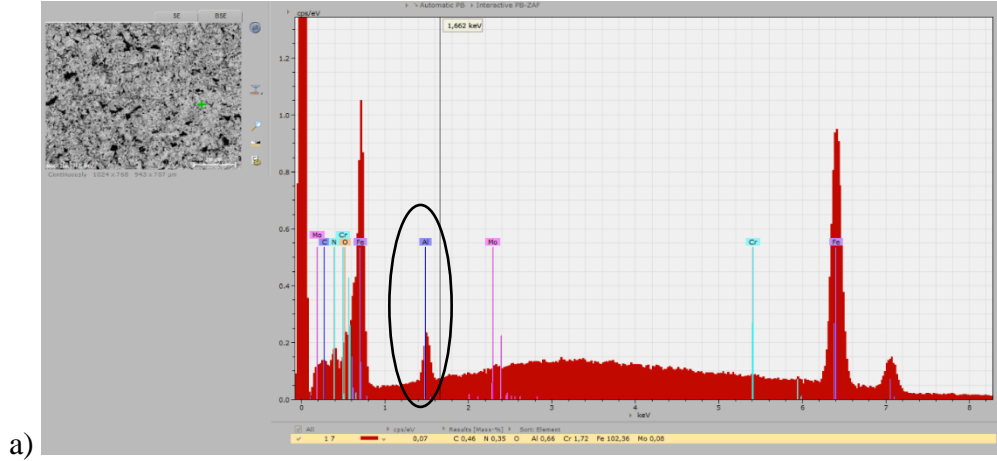
**CK45**



**CK90**

**Şekil 5.9.** Alümina ve cam küre ile kumlanmış nitrasyonlu numunelerin 3D görüntüleri.

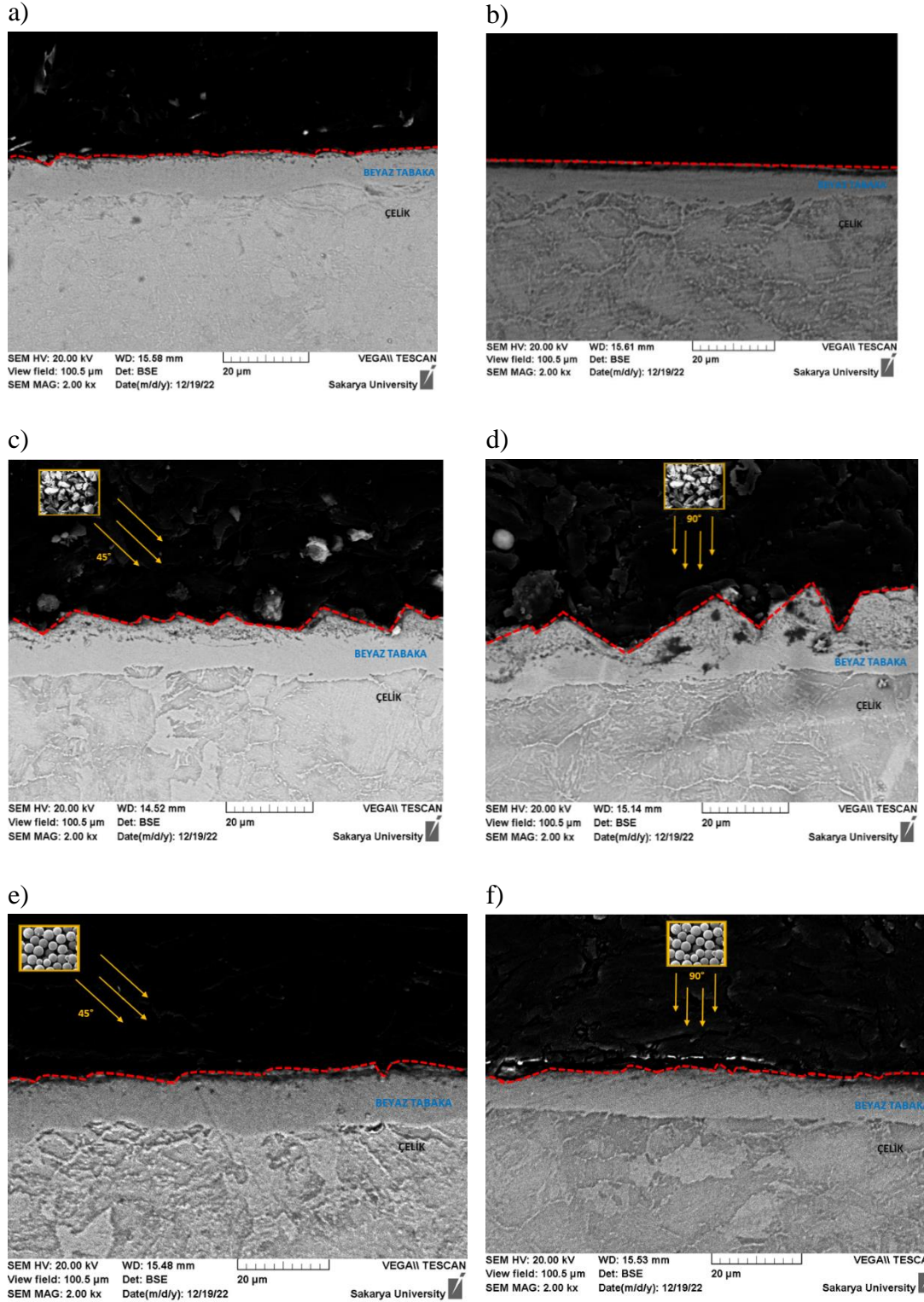
Şekil 5.10.'da nitrasyon sonrası kumlanmış numunelerin yüzeyden alınan EDS grafikleri verilmektedir.



**Şekil 5.10.** EDS Grafikleri a) 90° açı ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kumlanmış b) 90° açı ile cam küre kumlanmış.

EDS grafiklerine bakıldığında 90° açı ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kumlanmış numunede nitrasyon sonrası alüminyum piki belirgin şekilde görülürken cam küre ile kumlanmış numunede silisyum piki görülmemektedir. Yüzeyi 45° açı ile cam küre ve 45° açı ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kumlanmış numunelerde de pikler aynı şekilde görülmektedir.

Şekil 5.11.'de numunelerin kesitlerinden alınan SEM görüntüleri verilmektedir.



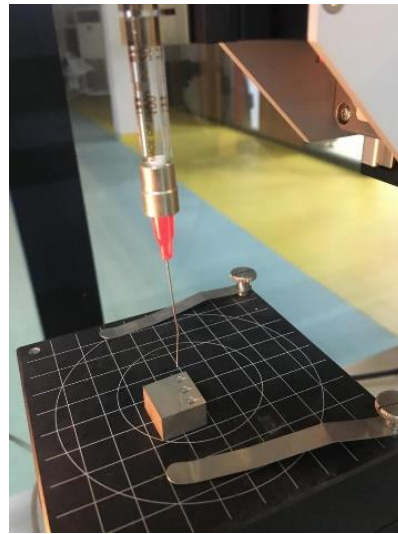
**Şekil 5.11.** Numunelerin kesit SEM görüntüleri. a) Yüzey hazırlanmamış b) parlatılmış c) 45° açı ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kumlanmış d) 90° açı ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kumlanmış e) 45° açı ile cam küre kumlanmış f) 90° açı ile cam küre kumlanmış.

Görüntüler incelendiğinde çelik malzemeye yapılan yüzey hazırlama işlemlerinin nitrasyon sonrası oluşan yüzeye de yansıdığı, benzer topografyalar oluştuğu

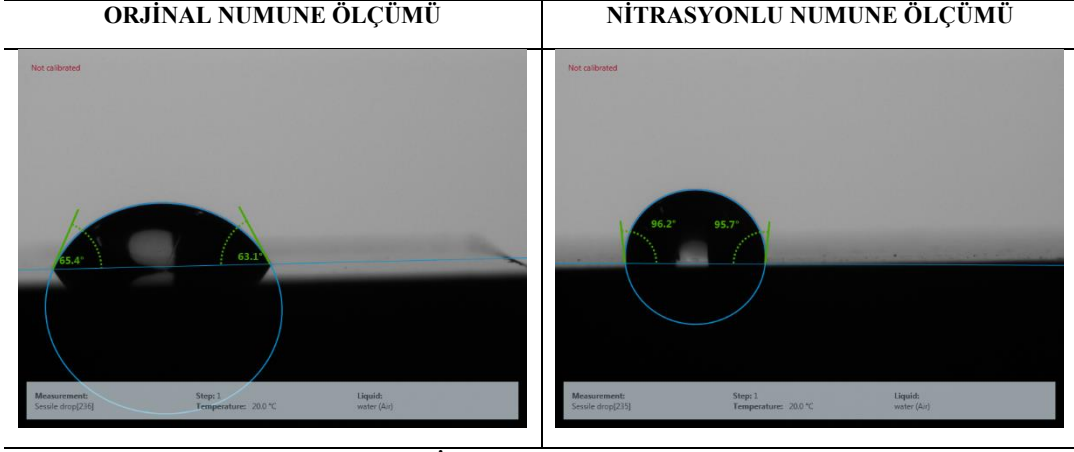
gözlemlenmiştir. Görüntüler Şekil 5.6.'da verilen yüzey pürüzlülük değerlerini destekler niteliktedir.

- Islatma açısı ölçümleri

Bir sıvı ile temasta olan katı yüzeyi arasında açı oluşmaktadır. Bu oluşan açı, sıvının kendi molekülleri ile kohezyon kuvveti ve katı yüzey ile oluşan adhezyon kuvvetinin büyüklüklerine bağlıdır. Bu açı temas açısı olarak adlandırılır. Sıvının kendi molekülleri arasındaki çekim kuvveti yani kohezyon kuvveti, katı ile oluşturduğu adhezyon kuvvetinden büyük olduğunda temas açısında aynı oranda büyümektedir. Katı yüzeyinin temizliği ve pürüzlülüğü de temas açısının büyüklüğüne etki etmektedir. Bir sıvının ıslanma kapasitesi veya katı yüzeye yayılma yeteneğine ıslanabilirlik denir ve bu temas açısı ölçülerek değerlendirilir. Şekil 5.12.'de verilen ıslatma açısı ölçüm cihazı ile numunelere yapılan ıslatma açısı ölçüm sonuçları ve şekilleri aşağıdaki Şekil 5.13.' de verilmektedir.



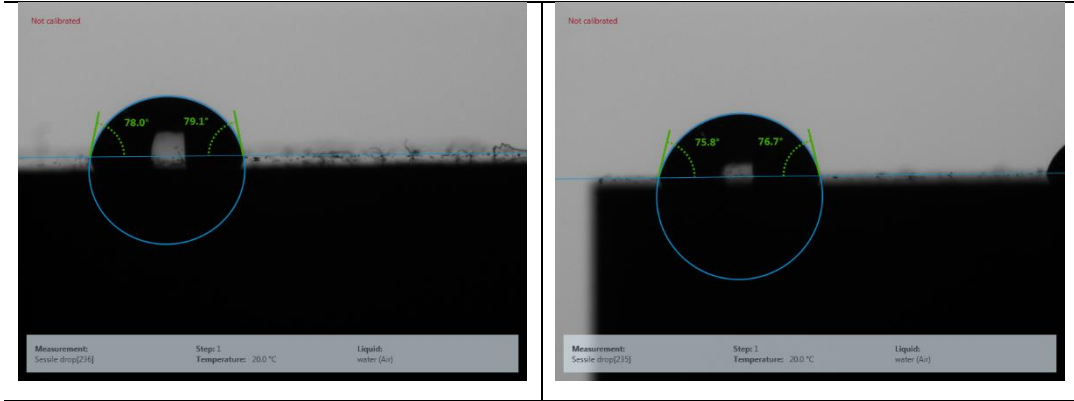
**Şekil 5.12.** Islatma ölçüm cihazı(Krüß) ve ölçüm şekli.



**Yüzeyine İşlem Uygulanmamış Numune**

**Orijinal Temas Açısı: 63,1-71°**

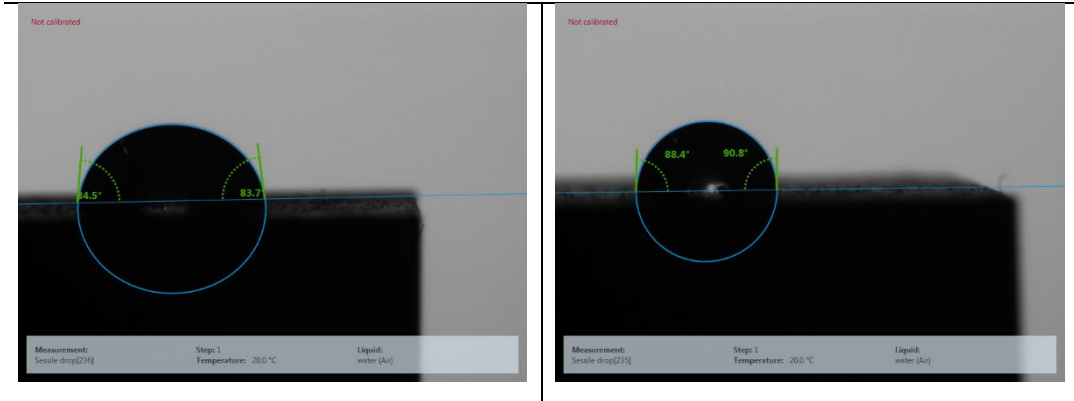
**Nitrasyonlu Temas Açısı: 94,8-102,3°**



**Yüzeyi Parlatılmış Numune**

**Orijinal Temas Açısı: 78- 79,1°**

**Nitrasyonlu Temas Açısı: 75,8- 78°**



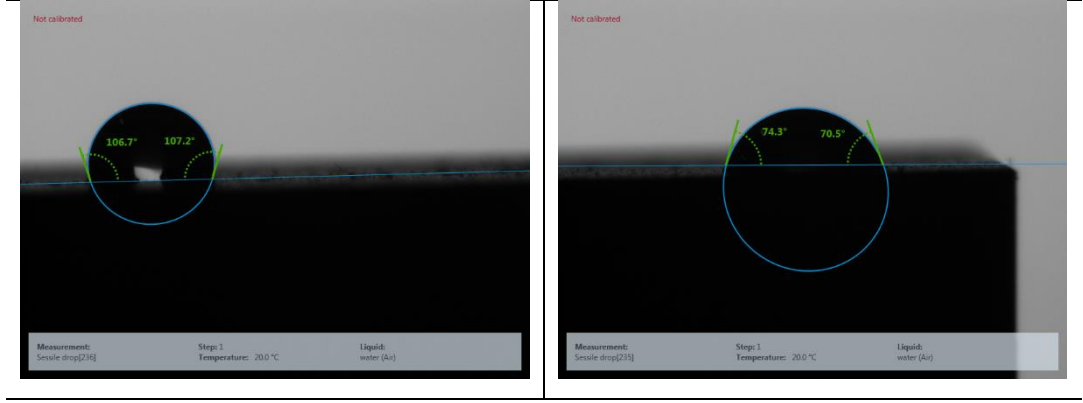
**45° açı ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kumlanmış Numune**

**Orijinal Temas Açısı: 83,7- 84,5°**

**Nitrasyonlu Temas Açısı: 87,1-90,8°**

**Şekil 5.13.** İslatma açıları görselleri ve dereceleri.

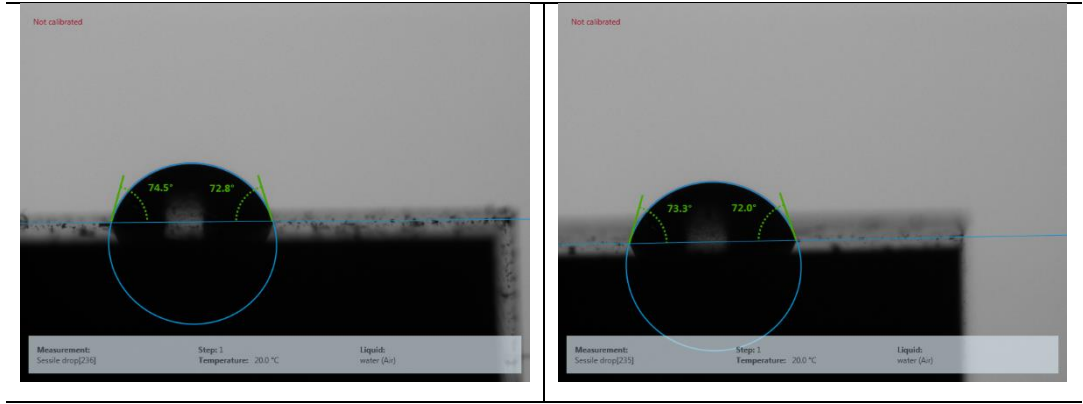




**90° açı ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kumlanmış Numune**

**Orijinal Temas Açısı: 106,7- 107,2°**

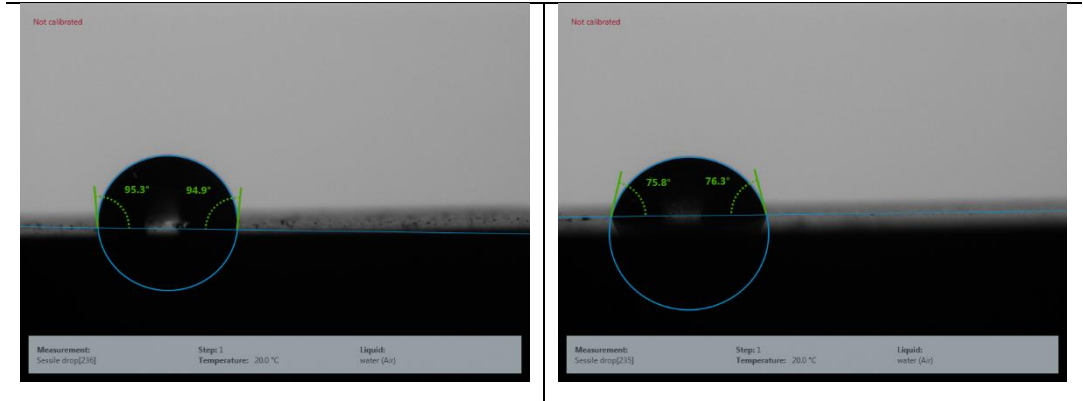
**Nitrasyonlu Temas Açısı: 70,5- 78 °**



**45° açı ile Cam Küre Kumlanmış Numune**

**Orijinal Temas Açısı: 72,8- 74,5°**

**Nitrasyonlu Temas Açısı: 71- 73,3°**

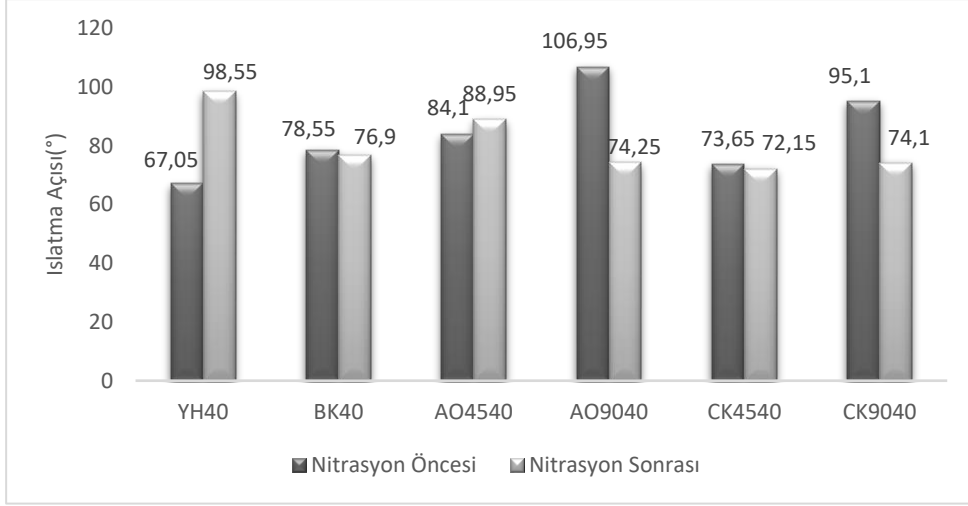


**90° açı ile Cam Küre Kumlanmış Numune**

**Orijinal Temas Açısı: 94,9- 95,3°**

**Nitrasyonlu Temas Açısı: 71,3- 76,9°**

**Şekil 5.13.(Devamı) İslatma açıları görselleri ve dereceleri.**



**Şekil 5.14.** Isilatma açısı grafiği.

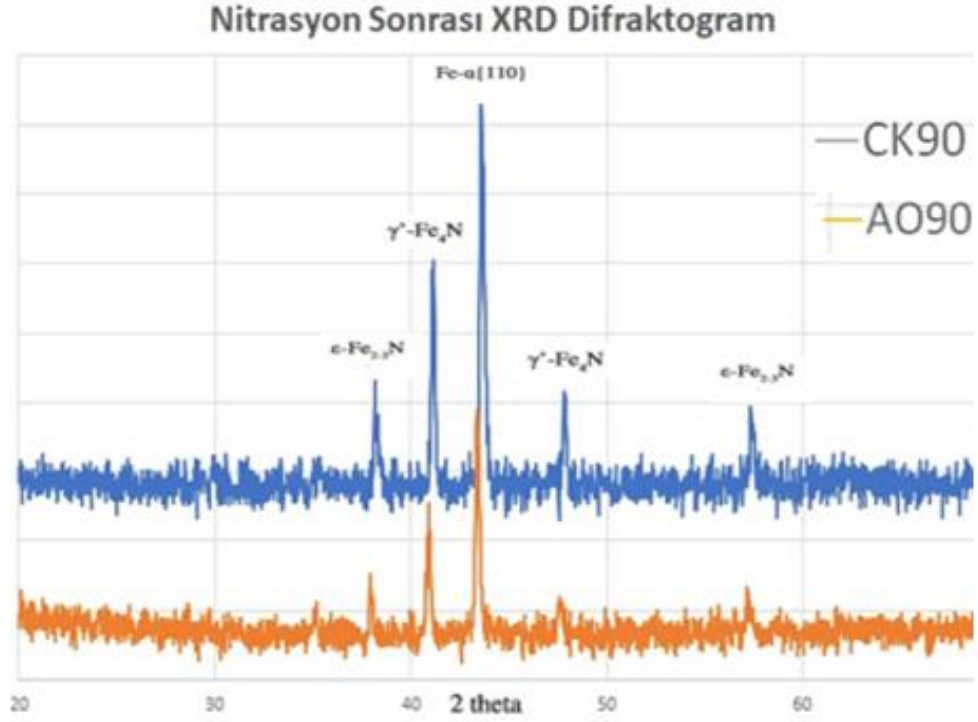
Şekil 5.14.'de verilen grafikte incelendiğinde yüzeyi hazırlanmamış numune ile  $45^\circ$  açı ile  $Al_2O_3$  kumlanmış olan numunenin nitrasyon sonrası temas açılarının arttığı görülmektedir. Buradan nitrasyon sonrası kohezyon kuvvetlerinin, adhezyon kuvvetinden büyük olduğu ve bu nedenle temas açısının arttığı yorumu yapılmaktadır.

- XRD Analizi

Literatür araştırmaları kısmında da bahsi geçen, nitrürleme işlemi ile malzeme yüzeyinde oluşturulan beyaz tabakalar iki farklı nitrür fazından oluşmaktadır. Epsilon ve gama nitrür fazlarının tespiti için şekil 5.15.'de bulunan Malvern Panalytical EMPYREAN modelinde XRD cihazı ile analiz yapılmıştır. 2 farklı şekilde yüzeyi hazırlanmış numuneden yapılan XRD paternleri şekil 5.16.'de verilmiştir.



**Şekil 5.15.** XRD cihazı.



**Şekil 5.16.** 90° Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve 90° cam küre ile kumlanmış numunelerin XRD analizi.

Beklenildiği üzere Nitrasyona uygun AISI 4140 çeliğinin nitrasyon sonrası analizinde  $\alpha$  (alfa, Fe),  $\epsilon$  (epsilon, Fe<sub>23</sub>N) ve  $\gamma'$  (gama üssü, Fe<sub>4</sub>N) fazları tespit edilmiştir. Kumlama cinsine bağlı olarak nitrasyon sonrasında farklı herhangi bir faz (AlN, TiN) dedekte edilmemiştir.



## 6. TARTIŞMA VE SONUÇLAR

Farklı yüzey hazırlama malzemeleri ve farklı açılarda kumlanmış olan numuneler ile bu yüzey hazırlama işlemleri sonrasında nitrasyona tabii tutulan numunelerin analizlerinden elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

- Makro İnceleme

Yüzeyleri farklı olarak hazırlanan numuneler makro olarak incelendiğinde matlaşma haricinde herhangi bir fiziksel değişim gözlenmemiştir. Yüzeyi en mat ve pürüzlü görünen numune alümina ile 90° kumlanandır. En parlak numune yüzeyi, bez keçe ile parlatılmış numunede görülmüştür.

- Optik Mikroskop

Aynı şartlarda nitrasyon yapılan numunelerden en düşük beyaz tabakaya sahip olan bez keçe ile parlatılmış numunedir. Açıya bağlı olarak, kumlanan numunelerde beyaz tabaka kalınlığının arttığı tespit edilmiştir. En kalın beyaz tabaka alümina ile 90° kumlananda görülmüştür.

- Sertlik Taraması ile Difüzyon Derinlik Tespiti

Sertlik taraması ile elde edilen en düşük difüzyon derinlikleri yüzeyi parlatılmış numunede, en derin difüzyon yüzeyi hazırlanmamış numunede tespit edilmiştir. Kumlanan numunelerde difüzyon derinliği aynı değerlerde okunmuştur.

- Yüzey Pürüzlülük Değerleri

Yüzey pürüzlülükleri nitrasyon öncesi ve sonrası olarak karşılaştırıldığında, kumlanmış numunelerde nitrasyon sonrası pürüzlülüğün arttığı fakat bu durumunun bez keçe ile parlatılmış ve yüzeyi hazırlanmamış numunelerde tam tersi olduğu görülmüştür. Nitrasyon sonrası en pürüzsüz yüzeyin parlatılmış numunede, en pürüzlü yüzeyin ise nitrasyon sonrası Alümina ile 90° kumlanmış yüzeyde olduğu görülmektedir. Alümina ile kumlanmış yüzeyler de 90° daha pürüzlü iken cam kürede durum tam tersidir.

- Islatma Açısı İncelemeleri

Nitrasyon öncesi ıslatma açısı en yüksek olanlar 90° de kumlanan numuneler iken nitrasyon sonrası açı azalmıştır. Nitrasyon sonrası yüzeyle en çok açı yapan

numunenin, yüzey hazırlanmamış numunede olduğu tespit edilmiştir. Yüzey pürüzlülük değerlerinin aksine nitrasyon sonrası yalnızca yüzey hazırlanmamış ve alümina ile 45° kumlanmış numunede ıslatma açısı artmıştır.

- SEM Yüzey İncelemeleri

SEM ile kumlama öncesi ve sonrası yüzeyler karşılaştırıldığında nitrasyon sonrası özellikle alümina ile kumlanmış numunelerde alümina partiküllerinin saplandığı görülmektedir. Numuneler yüzeyden incelendiğinde krater yapı olarak daha pürüzsüzleştiği gözlemlenmiştir.

- 3D Görsel İncelemeleri

SEM ile topografik yüzey görüntüleri incelendiğinde kumlama sırasında saplanan alümina partiküller nitrasyon sonrası dökülerek uzaklaşmakta ve geriye yüzeyde krater benzeri bir yapı bırakmaktadır. En fazla çukur alümina ile 90° kumlanmış numune yüzeyinde görülmüştür.

- EDS İncelemeleri

Nitrasyon sonrası kumlanmış numuneye yapılan EDS analizinde 90° ile kumlanmış numuneler karşılaştırılmış, her iki numunede de azot pikleri görülmüştür. Alümina ile kumlanan numunede ise belirgin şekilde alüminyum piki tespit edilmiştir.

- SEM Kesit İncelemeleri

Numuneler elektron mikroskobu ile kesitten incelendiğinde, kumlama medyasının ve açısının nitrasyon sonrası yüzeyde de etkili olduğu; farklı açılarda kumlanan numunelerde, kumlandığı açılarda beyaz tabaka olduğu gözlemlenmiştir. Alümina ile kumlanan numune yüzeyleri daha sivri girinti çıkıntılara sahipken, cam kürede daha yumuşak geçişli krater benzeri yüzey oluşmuştur.

- XRD Grafiği İncelemeleri

XRD grafiğinde 90° alümina ve cam küre ile kumlanmış numuneler incelenmiştir. Faz diyagramında oluşacağı ön görülen  $\epsilon$  ve  $\gamma'$  Fe-N fazları oluşmuştur. Sonuçlar literatür ile örtüşmektedir. Altlık malzemede bulunan Al ve Ti elementleri ile nitrür belirlenemediği yalnızca yoğunlukta olan Fe elementi ile oluşturduğu nitrür fazları tespit edilmiştir.

Literatür arařtırmalarında, nitrasyon öncesi yapılan kumlama benzeri işlemlerin nitrasyon sonrası oluşan beyaz tabaka ve difüzyon derinliğini etkilediđi çalıřmalar bulunmaktadır. J.Baranowska ve arkadaşlarının 2002 yılında yaptıđı çalıřmada da elektrolitik yöntem ile yüzeyi aşındırılmıř olan numunede beyaz tabaka kalınlığının, parlatılmıř olandan daha fazla olduđu; difüzyon derinliđi ise yüzeyi pürüzlü numunede daha fazla olmasının nedeninin ise buna bađlı olduđu savunulmaktadır [34].

Bulunan sonuçlar ışığında nitrasyon prosesinden beklenen;

Beyaz tabaka 8-12 mikron ve nitrasyon sonrası nispeten pürüzsüz görüntü, cam küre ile kumlanan numuneler ile sağlanabilmektedir. Yüzey hazırlanmamıř numunede de benzer sonuçlar elde edilmektedir. Fakat yüzey hazırlanmamıř numune hassas kesme cihazı ile kesilmiřtir. Talařlı imalat sonrası yüzey pürüzlülüđü 1,8-2,1 Ra arası ölçülmektedir ve nitrasyon sonrası son görüntüsü kullanım için uygun deđildir. Bu nedenle cam küre ile kumlama işlemleri tercih edilmektedir.





## KAYNAKLAR

- [1] Member of Swiss Steel Group, Deutsche Edelstahlwerke (2015, 23 Mart). Nitriding Steel:Nitrodur [https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Broschueren/063\\_DEW\\_Nitrodur\\_GB.pdf](https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Broschueren/063_DEW_Nitrodur_GB.pdf) adresinden 25 Ekim 2022 tarihinde alınmıştır.
- [2] Pınarbaşı, Z. A. (2004). *Islah Edilmiş Çeliklerde Nitrasyonla Yüzey Sertleştirme Sonrasında Mekanik ve Dokusal Özelliklerin İncelenmesi* [Yüksek Lisans Tezi], Yıldız Teknik Üniversitesi.
- [3] Korkmaz, K. (2020). *Gaz Nitrüleme Sonucu Oluşan Beyaz Tabakanın Nitrasyon Çeliğinin Aşınma Davranışına Etkisi* [Yüksek Lisans Tezi], Gebze Teknik Üniversitesi.
- [4] Farokhzadeh, K. and Edrissy, A. (2017). Surface Hardening by Gas Nitriding. S. Hashmi (ed.), *Comprehensive Materials Finishing* (pp. 107-136.) Elsevier Volume 2.
- [5] Oyuryüz, V. (1995). *4140 Çeliğinin Kullanım Amaçları, Nitrasyon İşlemi ve Yüzey Pürüzlülüğünün Nitrasyona Etkisi* [Yüksek Lisans Tezi], İstanbul Üniversitesi.
- [6] González-Pociño, A. , Alvarez-Antolin, F. and Asensio-Lozano, J. (2021). The Joint Effects of Nitriding and Parameters Related to the Destabilisation of Austenite on Wear Resistance in White Cast Iron with 25% Cr, *Metals*, 11(1),85. DOI:10.3390/met11010085
- [7] Topbaş, M. A. (1998). *Çelik ve Isıl İşlem El Kitabı*(1.Baskı). Prestij Yayıncılık.
- [8] Baycık, H. (2002). İyon Nitrüleme ve Çeliğin Özelliklerine Etkisi, *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*,8(1),19-25. [Dergipark.org.tr/tr/download/article-file/191278](http://Dergipark.org.tr/tr/download/article-file/191278)
- [9] Bodycote Firması. Gaz Nitrasyon. <https://www.bodycote.com/tr/hizmetler/isil-islem/ardindan-sertlestirme-islemi-yapilmayan-yuzey-sertlestirme/gaz-nitrasyon/> adresinden 29 Ekim 2022 tarihinde alınmıştır.
- [10] ASM INTERNATIONAL, Chapter 1, *An Introduction to Nitriding*. Materials Park, Ohio, USA. 1-12 s. (06950G)
- [11] Dufek, D. J. (2013). *Validation of a Gas Nitriding Supplier* [Yüksek Lisans Tezi], University of Wisconsin-Stout.

- [12] Moli, L. T. , Wahab, N. , Gopinathan, M. , Karmegam, K. and Maniyarasi, M. (2016). Effects of gaseous nitriding AISI 4140 alloy steel on corrosion and hardness properties. *Materials Science and Engineering*, 152 012059. DOI: 10.1088/1757-899X/152/1/012059
- [13] Fathallah, B. B., Dakhli, C. E. and Terres, M. A. (2019). The effect of grinding parameters and gas nitriding depthon the grindability and surface integrity of AISI D2 tool steel. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* volume 104, 1449–1459. DOI: 10.1007/s00170-019-03943-4
- [14] Kovacı, H., Hacısalihoğlu, İ., Yetim, A.F. ve Çelik, A. (2019). Effects of shot peening pre-treatment and plasma nitriding parameters on the structural, mechanical and tribological properties of AISI 4140 low-alloy steel. *Surface & Coatings Technology* 358, 256–265. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2018.11.043
- [15] Kikuchi, S. and Komotori, J. (2008). Effect of Fine Particle Peening Treatment prior to Nitriding on Fatigue Properties of AISI 4135 Steel. *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 2(11), 1444-1450. DOI: 10.1299/jmmp.2.1444
- [16] Arif, A.F.M. (2010). Effect of process variables on gas nitriding of H13 tool steel with controlled nitriding potential, *International Journal of Surface Science and Engineering* 4(6), 396 – 415. DOI: 10.1504/IJSURFSE.2010.035143
- [17] Balıkçı, G. (2016). AISI 4140 Çeliğinin Sıcak Dövme Karakteristiğinin İncelenmesi [Yüksek Lisans Tezi], *Sakarya Üniversitesi*.
- [18] Koçak, H.(2019) , *Takım Çelikleri Kitabı* (10. Baskı). Bolokur Teknik Yayıncılık
- [19] Corrosionpedia (2016, 7 Kasım). Nitriding Steel. <https://www.corrosionpedia.com/definition/5129/nitriding-steel> adresinden 29 Ekim 2022 tarihinde alınmıştır.
- [20] Aytaç, A. , Işık, M. S. , Çanakçı, B., Özdemir, T., Aztekin, K. ve İpek, H. (2018). AISI 1008 1040 VE 4140 Çeliklerinde Isıl İşlem, Karbon Oranı Ve Alaşım Elementlerinin Mikroyapı Ve Mekanik Özelliklere Etkisinin İncelenmesi, *The Journal of Defense Sciences* Volume 17(2), 1303-6831.Dergipark.org.tr/tr/download/article-file/565362
- [21] Kesti, E. (2009). Ç - 4140 Çeliğinin, Mikro Yapı Ve Mekanik Özelliklerine Su Verme Ortamının Etkilerinin Araştırılması [Yüksek Lisans Tezi], *Selçuk Üniversitesi*.
- [22] ASM Metals Handbook (1990). *Volume 1, Properties and Selection, Iron, Steel and High Performance Alloys*, Tenth Edition, Materials Park, Ohio, USA, 1063 s.
- [23] Interlloy Alloy Steel And Special Metals. 4140 High Stell Hollow Bar. [http://www.interlloy.com.au/data\\_sheets/hollow\\_bar/hollow\\_pdf/Interlloy\\_4140\\_High\\_Tensile\\_Steel.pdf](http://www.interlloy.com.au/data_sheets/hollow_bar/hollow_pdf/Interlloy_4140_High_Tensile_Steel.pdf) adresinden 29 Ekim 2022 tarihinde alınmıştır.

- [24] Tecer, R M. M. (2020). Effects Of Various Heat Treatment Procedures On The Toughness Of A1s1 4140 Low Alloy Steel. *The International Journal of Materials and Engineering Technology* 003, 131-149. [Dergipark.org.tr/en/download/article-file/1198775](https://www.dergipark.org.tr/en/download/article-file/1198775)
- [25] Mutlu Ş.D. (2011, 27 Kasım). Metallerin Isıl İşlemleri. <https://www.scribd.com/doc/73949754/metallerin-ısl-ısllemleri> adresinden 11 Kasım 2022 tarihinde alınmıştır.
- [26] Herring H.D. ve Weymer P. (2012, 1 Mart). <https://www.industrialheating.com/articles/90361-gas-nitriding-equipment--furnace-and-feature-overview> adresinden 02 Kasım 2022 tarihinde alınmıştır.
- [27] Teknovak Endüstriyel Fırın Sistemleri Firması. Nitrasyon Uygulamaları. <https://www.teknovak.com/nitrasyon-uygulamalari/> adresinden 11 Kasım 2022 tarihinde alınmıştır.
- [28] Herring H.D. (2011, 1 Eylül). Principles of Gas Nitriding (Part 2) <https://www.industrialheating.com/articles/89973-principles-of-gas-nitriding-part-2> adresinden 02 Kasım 2022 tarihinde alınmıştır.
- [29] Herring H.D. (2011, 1 Eylül). Principles of Gas Nitriding (Part 3) <https://www.industrialheating.com/articles/89952-principles-of-gas-nitriding-part-3> adresinden 02 Kasım 2022 tarihinde alınmıştır.
- [30] Canalel, L.C.F., Albanol, L., Totten, G.E. and Meekisho, L. (2014). Hardenability of Steel. *Comprehensive Materials Processing* Volume 12, 39-97. DOI: 10.1016/B978-0-08-096532-1.01219-X
- [31] Herring H.D. (2011, 4 Nisan). Principles of Gas Nitriding: The Nitriding Process (Part 1). <https://www.industrialheating.com/articles/89998-principles-of-gas-nitriding-the-nitriding-process-part-1> adresinden 02 Kasım 2022 tarihinde alınmıştır.
- [32] Maalekian, M. (2007). The Effects of Alloying Elements on Steels (I), *Institute of Materials Science, Joining and Forming*.
- [33] ASM Metals Handbook (1994). *Volume 5, Surface Engineering*, Tenth Edition, Materials Park, Ohio, USA, 2535 s.
- [34] Baranowska J. (2002). Increasing of gas nitriding kinetics via surface pre-treatment, *Surface&Coating Technology* 151-152.



## **ÖZGEÇMİŞ**

**Ad-Soyad** : Sena HOŞVER

### **ÖĞRENİM DURUMU:**

- **Lisans** : 2019, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji Malzeme Mühendisliği Bölüm

### **MESLEKİ DENEYİM:**

2019, Sarsılmaz Silah Sanayi A.Ş

### **TEZDEN TÜRETİLEN ESERLER:**

- S.HOŞVER, F.ÜSTEL (Aralık 2022), AISI 4140 Çeliğine Uygulanan Farklı Yüzey Hazırlama Yöntemlerinin Gaz Nitrasyon İşlemine Etkisi. *10. Uluslararası Mühendislik Mimarlık Ve Tasarım Kongresi.*