

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

**GAZ NİTRÜRLEMEDE İŞLEM
PARAMETRELERİNİN 34CrAINi7 ÇELİĞİNİN
MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji Müh. Kadir Göker ÖNDER

**Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME
MÜHENDİSLİĞİ**

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Cuma BİNDAL

Şubat 2013

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**GAZ NİTRÜRLEMEDE İŞLEM
PARAMETRELERİNİN 34CrAlNi7 ÇELİĞİNİN
MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji Müh. Kadir Göker ÖNDER

**Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME
MÜHENDİSLİĞİ**

Bu tez 13 / 02 /2013 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.


Prof. Dr. Cuma BİNDAL

Jüri Başkanı


Prof. Dr. Sakin ZEYTİN

Üye


Yrd. Doç. Dr. Gözde

ÇELEBİ

Üye

ÖNSÖZ

Çalışmalarım boyunca değerli öneri ve katkılarıyla beni yönlendiren, problemlere farklı açılardan bakmamı sağlayan danışman hocam Sayın Prof. Dr. Cuma BİNDAL'a, gaz nitrürleme işlemi üzerinde görüşlerini benimle paylaşan ve konular üzerinde beni daha detaylı çalışmaya teşvik eden Sayın Prof. Dr. Sakin ZEYTİN'e, yapıcı ve yol gösterici yardımlarından dolayı Sayın Yrd. Doç. Dr. Mediha İPEK'e, deneyleri yapmamda bana yardımcı olan ve deneysel sonuçlar üzerinde görüşlerini benimle paylaşan Arş. Gör. İbrahim ALTINSOY'a, tezin yazım aşamasında ve deneysel çalışmalarında görüşleri ile bana destek olan Mikrosan A.Ş. Genel Müdür Yardımcısı Adnan SONAY'a ve AR-GE Koordinatörü Abdullah DEMİRCİ'ye, deneysel çalışmaların büyük bir bölümünün gerçekleştirildiği Mikrosan A.Ş. Isıl İşlem Departmanı'na ve tez yazım sürecinde desteğini esirgemeyen Mikrosan Ailesi'ne en içten teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca, hayatımın her aşamasında ve her konuda bana destek olan aileme ve uzun soluklu, yorucu olan tez yazım sürecinde desteğini esirgemeyen değerli dostlarım Cüneyt ZEHİR'e, Cihan TUTAR'a, Cenk KESKİNLER'e ve Sinan KAPLAN'a sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	ii
İÇİNDEKİLER	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ	ix
TABLolar LİSTESİ.....	xxiv
ÖZET.....	xxvii
SUMMARY.....	xxviii
BÖLÜM 1.	
GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2.	
NİTRÜRLEME.....	7
2.1. Nitrürleme İşleminin ve Yöntemlerinin Gelişimi.....	7
2.2. Nitrürleme İşleminin ve Yöntemlerinin Tanımı.....	8
BÖLÜM 3.	
GAZ NİTRÜRLEME.....	13
3.1. Gaz Nitrürlemeye Giriş.....	13
3.1.1. Gaz nitrürleme fırınları.....	15
3.1.2. Amonyagın ayrışması ve ayrışmanın ölçümü.....	16
3.1.3. Gaz nitrürleme yöntemi ile sertleştirilen çelikler.....	20
3.1.3.1. Alaşımli ve alaşımsız çelikler.....	21
3.1.3.2. Nitrürleme çelikleri.....	23
3.2. Gaz Nitrürleme Yöntemleri ve Proses Kontrol Teknolojileri.....	24
3.2.1. Kontrol parametresine göre yöntemler.....	24

3.2.1.1. Geleneksel gaz nitrüleme yöntemi.....	25
3.2.1.2. K_N kontrollü gaz nitrüleme yöntemi.....	26
3.2.2. Metalurjik gereksinimlere göre yöntemler.....	33
3.2.2.1. Tek aşamalı gaz nitrüleme yöntemi.....	33
3.2.2.2. Çift aşamalı gaz nitrüleme yöntemi ve Floe prosesi..	34
3.3. Gaz Nitrüleme Kinetiği ve Oluşumlar.....	35
3.3.1. Gaz nitrülemenin termodinamiği.....	36
3.3.2. Fe-N faz diyagramı.....	39
3.3.3. Nitrüleme potansiyeli ve Lehrer diyagramı.....	40
3.3.4. Nitrülenmiş bölgenin oluşumu, morfolojisi ve büyüme kinetiği.....	43
3.3.4.1. Beyaz tabaka ve özellikleri (dış nitrüleme).....	45
3.3.4.2. Difüzyon bölgesi ve özellikleri (iç nitrüleme)	51
3.3.5. Difüzyon mekanizması.....	53
3.4. Alaşım Elementlerinin Etkisi ve Oluşan Nitrürlerin Özellikleri.....	60
3.4.1. Krom elementinin etkisi.....	63
3.4.2. Alüminyum elementinin etkisi.....	65
3.4.3. Alüminyum ve krom alaşımlarının ticari çeliklerdeki sertleşme mekanizmasına etkisi.....	65
3.4.4. Nikel elementinin etkisi.....	71
3.4.5. Nikel ve alüminyum alaşımlı çelikler.....	71
3.4.6. Karbon elementinin etkisi.....	72
3.5. Gaz Nitrüleme ile Geliştirilen Özellikler ve İşlem Parametrelerinin Etkisi.....	78
3.5.1. Nitrülenmiş tabaka özelliklerinin tanımlanması.....	78
3.5.2. Nitrüleme öncesi yapılan ön işlemler ve mekanik özelliklere etkisi.....	82
3.5.3. Gaz nitrüleme ile geliştirilen mekanik özellikler.....	84
3.5.3.1. Yorulma dayanımı ve artık gerilimler.....	85
3.5.3.2. Tribolojik özelliklerin geliştirilmesi.....	89
3.5.3.3. Korozyon dayanım özelliklerinin geliştirilmesi.....	92
3.5.3.4. Köşe azot yığılmasının ve tokluğun iyileştirilmesi....	92
3.5.4. İşlem parametrelerinin etkisi.....	94

BÖLÜM 4.

DENEYSEL ÇALIŞMA.....	98
4.1. Giriş.....	98
4.2. Deneysel çalışmada kullanılan çelik ve özellikleri.....	99
4.3. Gaz Nitrüleme Deneyleri.....	101
4.3.1. Birinci bölüm deneysel çalışmalar.....	102
4.3.2. İkinci bölüm deneysel çalışmalar.....	104
4.4. Deneysel Çalışmalar Kapsamında Yapılan Testler ve Analizler ile İlgili Bilgiler.....	108
4.4.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan numuneler ve ön hazırlık işlemleri.....	109
4.4.2. Metalografik analizler ve kalınlık ölçümleri.....	110
4.4.3. Mikrosertlik ölçümleri ve efektif sertlik derinliği tayini.....	111
4.4.4. Yüzey sertlik ölçümleri.....	112
4.4.5. Kırılma tokluğu ölçümleri.....	113
4.4.6. Yüzey pürüzlülük ölçümleri.....	115
4.4.7. Aşınma testleri.....	115
4.4.8. Azot köşe yığılmasının incelemesi ve ölçümleri.....	117
4.4.9. X-ışınları difraksiyon analizi.....	118

BÖLÜM 5.

DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEMELER.....	119
5.1. Birinci Bölüm Gaz Nitrüleme Deney Sonuçları.....	119
5.1.1. Aktivasyon enerjisinin hesaplanması.....	119
5.1.2. Beyaz tabaka büyümesi.....	125
5.1.3. Mikrosertlik eğrileri ve karşılaştırmalar.....	130
5.1.4. Efektif sertlik derinlikleri.....	135
5.1.5. Yüzey sertlik ölçümleri.....	139
5.1.6. Yüzey pürüzlülük ölçümleri.....	148
5.2. İkinci Bölüm Gaz Nitrüleme Deney Sonuçları.....	150
5.2.1. X-ışınları difraksiyon analizleri.....	151
5.2.2. Beyaz tabaka incelemeleri.....	154
5.2.3. Metalografik incelemeler.....	164

5.2.4. Mikrosertlik ölçümleri ve eğrileri.....	170	
5.2.5. Yüzey sertlik ölçümleri.....	175	
5.2.6. Efektif sertlik derinlikleri.....	181	
5.2.7. Köşe azot yığılması ölçümleri.....	183	
5.2.8. Yüzey pürüzlülük ölçümleri.....	185	
5.2.9. Kırılma tokluğu sonuçları.....	188	
5.2.10. Aşınma testi sonuçları.....	192	
5.3. Gaz Nitrüleme Yöntemlerinin ve Sonuçlarının Karşılaştırılması...	201	
BÖLÜM 6.		
SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....		208
6.1. Birinci Bölüm Deneysel Çalışma Sonuçları ve İrdelemeler.....	208	
6.2. İkinci Bölüm Deneysel Çalışma Sonuçları ve İrdelemeler.....	213	
6.3. Tartışma ve Öneriler.....	227	
KAYNAKLAR.....	229	
ÖZGEÇMİŞ.....	234	

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

$\mu_{,g}$: Gaz fazın kimyasal potansiyeli
$\mu_{,s}$: Katı fazın kimyasal potansiyeli
a	: Latis parametresi
C	: Konsantrasyon
c	: Çatlak yarı boyu
C_N	: Belirli derinlik için azot konsantrasyonu
C_s	: Katı çözültü halinde bulunan azot konsantrasyonu
ÇS	: Çekirdek sertliği
D	: Difüzyon katsayısı
d	: Aşınma iz genişliği
dNH ₃	: Ayrılmış amonyak
D_o	: Frekans faktörü
F_n	: Aşınma test yükü
h	: Aşınma derinliği
HMK	: Hacim merkezli kübik
HMT	: Hacim merkezli tetragonal
HRN	: Yüzeysel Rockwell sertliği
HV	: Vickers sertlik
K_C	: Kırılma tokluğu
K_N	: Nitürleme potansiyeli
K_{N1}	: Birinci gaz nitürleme aşaması nitürleme potansiyeli
K_{N2}	: İkinci gaz nitürleme aşaması nitürleme potansiyeli
Nht	: Efektif sertlik derinliği
P	: Yük
pH ₂	: Hidrojen gazı kısmi basıncı

p_{NH_3}	: Amonyak gazı kısmi basıncı
Q	: Aktivasyon enerjisi
R	: Gaz sabiti
R_a	: Ortalama yüzey pürüzlülüğü
T	: Sıcaklık
t	: Zaman
T_1	: Birinci gaz nitrürleme aşama sıcaklığı
T_2	: İkinci gaz nitrürleme aşama sıcaklığı
t_t	: Toplam aktif gaz nitrürleme süresi
v	: Aşınma hacmi
W_R	: Aşınma hızı
x	: Difüzyon derinliği
XRD	: X-ışınları difraksiyon analizi
YMK	: Yüzey merkezli kübik
γ'	: Gama nitrürü
ϵ	: Epsilon nitrürü

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1.	Yüzey sertleştirme uygulamalarının işlem maliyetlerinin karşılaştırılması.....	3
Şekil 2.1.	Çelik yüzeyindeki nitrülenmiş bölgenin şematik olarak gösterimi.....	9
Şekil 2.2.	Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrülenmiş bölgenin 100x büyütmedeki mikroyapı görüntüsü.....	9
Şekil 3.1.	Gaz nitrüleme işlem prosedürünün şematik olarak sunumu.....	13
Şekil 3.2.	Amonyakın çelik yüzeyinde ayrışmasının şematik olarak gösterimi.....	14
Şekil 3.3.	Amonyak gazın kullanıldığı nitrüleme sisteminin basit şematik gösterimi, A: amonyak kaynağı, B: gaz nitrüleme fırını, C: gaz ayrışma testi, D: atmosfere çıkış	15
Şekil 3.4.	Kuyu tipi gaz nitrüleme fırınının şematik olarak gösterimi.....	16
Şekil 3.5.	Çelik yüzeyinde gerçekleşen azot difüzyonunun şematik olarak gösterimi.....	17
Şekil 3.6.	Amonyakın termal ayrışması.....	18
Şekil 3.7.	Amonyakın termal ayrışma hızının sıcaklığa bağlı fonksiyonu.....	18
Şekil 3.8.	Değişken sıcaklıklardaki gaz debilerinin amonyak ayrışması üzerindeki etkisi (orta büyüklükte kuyu tipi gaz nitrüleme fırını).....	19
Şekil 3.9.	Amonyak ayrışma yüzdesinin ayrışma büreti ile ölçümünün şematik olarak gösterilmesi.....	19
Şekil 3.10.	Lehrer diyagramı.....	27
Şekil 3.11.	Modernize edilmiş Lehrer diyagramı, (L. Maldnzinski).....	28
Şekil 3.12.	Amonyak ayrıştırıcısının basitleştirilmiş şematik gösterimi.....	31

Şekil 3.13.	K_N kontrollü gaz nitrürleme yönteminde bilgisayar ile yapılan işlem kontrolünün şematik olarak gösterimi.....	32
Şekil 3.14.	Tek aşamalı gaz nitrürleme yönteminin şematik olarak gösterimi.....	33
Şekil 3.15.	Çift aşamalı gaz nitrürleme yöntemindeki aşama prensibinin şematik olarak gösterimi.....	34
Şekil 3.16.	Çift aşamalı gaz nitrürleme yöntemindeki proses akışının şematik olarak gösterilmesi.....	35
Şekil 3.17.	Fe-N denge diyagramı.....	39
Şekil 3.18.	Azot konsantrasyon çizgilerini içeren Lehrer diyagramı.....	41
Şekil 3.19.	Faz sınırlarına denk gelen r_N potansiyellerini sıcaklığın fonksiyonu olarak gösteren Lehrer diyagramı.....	42
Şekil 3.20.	Nitrürlenmiş yüzeyde oluşan azot konsantrasyon gradyanının ve arayüzeylerin şematik olarak gösterimi.....	43
Şekil 3.21.	Nitrürlenmiş bölgelerin ve bölgelerdeki oluşumların saf demir ve alaşımlı çelik için şematik gösterimi.....	44
Şekil 3.22.	γ' ve ϵ fazlarının demir yüzeyinde çekirdeklenmesinin şematik gösterimi.....	46
Şekil 3.23.	Fe_4N_{1-y} nitrürünün kristal yapısının gösterimi.....	47
Şekil 3.24.	$Fe_{2-3}N$ nitrürünün kristal yapısının gösterimi.....	47
Şekil 3.25.	Beyaz tabaka büyümesi ve pürüzlülük oluşumunun şematik olarak gösterimi.....	48
Şekil 3.26.	Nitrürleme potansiyeli, sıcaklık ve N_2 oluşumunun saf demir yüzeyindeki γ' nitrürünün çekirdeklenme süresine etkisi.....	49
Şekil 3.27.	Farklı sürelerde saf demir tane sınırları ve yüzeyinde meydana gelen γ' nitrürlerinin çekirdeklenmesi.....	50
Şekil 3.28.	Beyaz tabakada oluşan pürüzlü bölgelerin şematik olarak gösterimi.....	51
Şekil 3.29.	Nitrürlenmiş bölgelerin temel özelliklerinin şematik gösterimi (a) alaşımsız çelik, (b) alaşımlı çelik.....	52
Şekil 3.30.	Fe-N diyagramı ile ϵ - γ' - α bölgeleri arasındaki arayüzey ilişkisinin gösterimi.....	55

Şekil 3.31. Nitrülenmiş saf demir yüzeyinde oluşan faz sınırlarının gösterimi.....	56
Şekil 3.32. Beyaz tabaka büyümesi esnasında oluşan konsantrasyon-derinlik profilinin şematik olarak gösterimi	56
Şekil 3.33. Nitrürlerin oluşumu için gerekli nitrüleme potansiyellerinin gösterimi.....	61
Şekil 3.34. Alaşım elementlerinin nitrüleme sonrası elde edilen sertliğe etkisi.....	62
Şekil 3.35. Çelik içerisindeki alaşım elementi oranının difüzyon bölgesindeki 400 HV efektif sertlik derinliğine etkisi.....	62
Şekil 3.36. Fe-Cr ikili alaşım sistemlerinde artan krom içeriğinin derinliğe ve difüzyon bölgesindeki azot konsantrasyon gradyanına etkisi...	64
Şekil 3.37. Çelik bileşimindeki farklı oranlardaki alüminyum içeriğinin sertlik ve nitrüleme derinliği üzerinde etkisi.....	65
Şekil 3.38. Alüminyum alaşımlı 38Kh2MYuA çeliğinde nitrülenmiş tabadaki azot konsantrasyon gradyanı ve oluşumlar.....	66
Şekil 3.39. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde beyaz tabakada oluşan $(Fe, Al)_4N$ nitrürü ve tane sınırlarına doğru yayılım gösteren lifli yapısı.....	67
Şekil 3.40. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde tane sınırlarında oluşan nitrür ağları.....	67
Şekil 3.41. 520 °C'de 48 saat gaz nitrülenmiş % 1,73 Cr ve % 0,94 Al alaşımlı çelikte difüzyon bölgesindeki kompleks nitrür çökeltilerini gösteren HRTEM ve EDX analizleri.....	69
Şekil 3.42. Çelik bünyesindeki farklı nikel oranının sertlik ve nitrüleme derinliği üzerinde etkisi.....	71
Şekil 3.43. Çelik bünyesindeki farklı oranlarda bulunan nikelin gaz nitrüleme sonrası elde edilen mekanik özelliklere etkisi.....	72
Şekil 3.44. 570 °C'de 2 saat gaz nitrülenmiş çeliklerde artan karbon oranının beyaz tabaka kalınlığına etkisini gösteren mikroyapı fotoğrafları (a) AISI 1020, (b) AISI 1045.....	73

Şekil 3.45.	Artan karbon oranının azotun difüzyon katsayısına ve aktivasyon enerjisine etkisi (a) karbon oranının ϵ ve α fazları içerisindeki azotun difüzyon katsayısına etkisi, (b) karbon oranının azotun ϵ fazındaki aktivasyon enerjisine etkisi.....	74
Şekil 3.46.	Aynı şartlarda nitrürlenmiş AISI 1020, AISI 1045 ve AISI 4140 çeliklerinde oluşan farklı beyaz tabaka kalınlıklarını gösteren mikroyapı görüntüleri.....	74
Şekil 3.47.	AISI 1045 çeliğinde perlitik yapı içerisindeki sementitlerin $Fe_2-3(NC)$ karbonitürllere dönüşümü gösteren mikroyapı gösüntüsü..	75
Şekil 3.48.	Nitrürlenmiş AISI 1015 çeliğinde beyaz tabakada bulunan ağırlıkça % C ve % N içeriğini gösteren GDOES analizi.....	75
Şekil 3.49.	Cr alaşımlı çelikte farklı karbon içeriğinin mikrosertlik gradyanına etkisi.....	76
Şekil 3.50.	500 °C ila 600 °C sıcaklık aralığında farklı karbon oranları için hesaplanmış $(\gamma'+\epsilon)/\epsilon$ faz sınırlarını gösteren Lehrer diyagramının bir bölümü.....	76
Şekil 3.51.	Farklı oranlarda alaşım elementi içeren farklı normdaki çeliklerin süreye bağlı sahip oldukları nitürleme derinlikleri ve karşılaştırması.....	77
Şekil 3.52.	510 °C'de 24 saat nitürleme işleminden sonra farklı çeliklerde elde edilen tipik sertlik eğrileri.....	77
Şekil 3.53.	Nitrürlenmiş tabakada difüzyon derinliği tespitinin şematik olarak gösterimi.....	79
Şekil 3.54.	Difüzyon derinliği ölçümlerinin gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin mikrosertlik eğrisi üzerinde gösterimi.....	80
Şekil 3.55.	Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde görsel nitürleme derinliğini ve mikrosertlik izlerini gösteren mikroyapı görüntüleri.....	80
Şekil 3.56.	Vickers sertlik ölçüm metodunda batma derinliği-yük ilişkisinin gösterimi.....	81
Şekil 3.57.	Çekirdek sertliğinin gaz nitrürlenmiş AISI 4140 çeliğinin mikrosertlik eğrisine etkisi.....	82

Şekil 3.58.	Ön oksidasyon işleminin kısa süreli nitrürlenmiş X155CrVMo12-1 çeliğindeki yüzey azot konsantrasyonuna etkisi.....	84
Şekil 3.59.	Ön oksidasyon işleminin gaz nitrürlenmiş DIN C10 çeliğinin beyaz tabaka kalınlığına ve % faz bileşimine etkisi.....	84
Şekil 3.60.	Gaz nitrürlenme işlem parametreleri ile çelik ve nitrürlenmiş tabaka özellikleri arasındaki ilişkinin şematik gösterimi.....	85
Şekil 3.61.	Gaz nitrürlenme sırasında gelişen basınç ve çekme gerilmelerinin şematik gösterimi.....	86
Şekil 3.62.	Nitrürlenmiş yüzeyde artan gerilimin artan derinliğe göre değişimi.....	87
Şekil 3.63.	Nitrürlenmiş ve nitrülenmemiş çentikli test numunelerinin yorulma testi sonuçları.....	87
Şekil 3.64.	Nitrürlenmiş çelikte artan alaşım elementi konsantrasyonunun artan gerilim üzerindeki etkisi.....	88
Şekil 3.65.	a. Nitrürlenme sıcaklığındaki artışın artan gerilim dağılımına etkisi, b. nitrürlenme süresindeki artışın artan gerilim dağılımına etkisi.....	88
Şekil 3.66.	Gaz nitrürlenme işlemi ile farklı tip çeliklerde eğme yorulma dayanımındaki % artışın gösterimi.....	89
Şekil 3.67.	Nitrürlenmiş tabakadaki aşınma direncinin yüzeyden mesafeye bağlı değişiminin şematik olarak gösterimi.....	89
Şekil 3.68.	Nitrürlenmiş tabaka özelliklerinin aşınma direncine etkisinin şematik olarak gösterimi.....	91
Şekil 3.69.	Nitrürlenmiş parçaların keskin köşelerinde meydana gelen azot yığılmasının şematik olarak gösterimi.....	93
Şekil 3.70.	Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrürlenme potansiyelinin köşe yığılmasına etkisini gösteren mikroyapı fotoğrafları (100x).....	93
Şekil 3.71.	Geleneksel ve kontrollü gaz nitrürlenme yöntemleri ile nitrürlenmiş aynı yüzey sertliğine sahip AISI 4340 çeliğinde yüzeyden alınan HV ₃₀ sertlik izlerinin metal ışık mikroskobu görüntüleri ve karşılaştırılması.....	94

Şekil 3.72.	Gaz nitrüleme parametrelerinin işlem sonuçlarına etkisinin şematik olarak gösterimi.....	95
Şekil 3.73.	Nitrüleme potansiyelinin 510 °C’de 24 saat gaz nitrülen Al alaşımlı çeliğinin difüzyon bölgesi sertlik eğrisine etkisi.....	96
Şekil 3.74.	Cr ve Mo alaşımlı En40B çeliğinin 10 saat gaz nitrüleme sonucunda elde edilen yüzey sertliklerinin seçilen nitrüleme sıcaklığına göre değişimi.....	97
Şekil 3.75.	Nitrüleme sıcaklığının fonksiyonu olarak beyaz tabaka kalınlığının değişimi.....	
Şekil 4.1.	Gaz nitrüleme öncesi sertleştirilmiş ve temperlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin (a) 50x, (b) 100x, (c) 200x, (d) 500x büyütmelemlerde elde edilmiş mikroyapı görüntüleri.....	100
Şekil 4.2.	Gaz nitrüleme deneylerinin gerçekleştirildiği K_N -nitrüleme potansiyeli kontrollü gaz nitrüleme fırını.....	101
Şekil 4.3.	Birinci bölüm gaz nitrüleme deney parametrelerinin Lehrer diyagramı üzerinde gösterilmesi.....	103
Şekil 4.4.	Birinci bölüm gaz nitrüleme deneylerinin işlem aşamalarını gösteren proses akış grafiği.....	104
Şekil 4.5.	İkinci bölüm çift aşamalı gaz nitrüleme deneylerinin işlem aşamalarını gösteren proses akış grafiği.....	106
Şekil 4.6.	İkinci bölüm gaz nitrüleme deney parametrelerinin Lehrer diyagramı üzerinde gösterilmesi.....	107
Şekil 4.7.	Gaz nitrüleme deneylerinde kullanılan numuneler (a) aşınma test numunesi, (b) nitrüleme analiz numunesi.....	109
Şekil 4.8.	Gaz nitrüleme deneylerinde kullanılan numunelerin işlem öncesinde numune sepetindeki dizilimi.....	110
Şekil 4.9.	Metaloğrafik inceleme için hazırlanmış olan gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinden alınan örnek mikroyapı görüntüsü (200x).	111
Şekil 4.10.	Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde mikrosertlik ölçüm presibini gösteren mikroyapı görüntüsü (100x).....	112
Şekil 4.11.	Vickers indentasyon tekniği ile nitürlenmiş yüzeyde oluşturulan sertlik izinin ve radyal çatlakların şematik gösterimi.....	114

Şekil 4.12.	Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde vickers indentasyon tekniği ile oluşturulan sertlik izi, sertlik izi çevresinde oluşan radyal çatlaklar ve çatlak boyunun ölçümünü gösteren optik mikroskop görüntüsü (1000x).....	114
Şekil 4.13.	Aşınma testi sonrasında numune yüzeyinde oluşan aşınma derinliği ve aşınma iz genişliğinin şematik gösterimi.....	116
Şekil 4.14.	530 °C'de K_N : 3,2 nitrüleme potansiyelinde 30 saat gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin aşınma testi sonrasında yüzeyden alınan optik mikroskop görüntüsü ve iz ölçümünün gösterilmesi.....	117
Şekil 4.15.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin köşe bölgesinde oluşan azot yığılmasının mikroyapı görüntüsü ve ölçümü (200x).....	118
Şekil 5.1.	34CrAlNi7 çeliğinin x^2 -t diyagramı.....	121
Şekil 5.2.	34CrAlNi7 çeliğinin $\ln D-1/T$ diyagramı.....	122
Şekil 5.3.	500 °C'de K_N : 5,6 nitrüleme potansiyelinde (a) 10 saat, (b) 20 saat, (c) 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinin optik mikroskopta alınan beyaz tabaka görüntüleri (500x).....	126
Şekil 5.4.	520 °C'de K_N : 4,9 nitrüleme potansiyelinde (a) 10 saat, (b) 20 saat, (c) 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinin optik mikroskopta alınan beyaz tabaka görüntüleri.....	127
Şekil 5.5.	540 °C'de K_N : 4,2 nitrüleme potansiyelinde (a) 10 saat, (b) 20 saat, (c) 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinin optik mikroskopta alınan beyaz tabaka görüntüleri (500x).....	127
Şekil 5.6.	Tek aşamalı gaz nitrüleme sıcaklığının 34CrAlNi7 çeliğinin beyaz tabaka büyüme hızına etkisi.....	128
Şekil 5.7.	Tek aşama gaz nitrüleme sıcaklığının 34CrAlNi7 çeliğinin beyaz tabaka büyüme ivmesine etkisi.....	129
Şekil 5.8.	Tek aşama gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ölçülen ortalama beyaz tabaka kalınlıkları ve sonuçların karşılaştırılması.	130
Şekil 5.9.	Tek aşama gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde difüzyon bölgesindeki mikrosertlik eğrileri ve karşılaştırmaları.....	131

Şekil 5.10.	500 °C’de K_N : 5,6 nitrürleme potansiyelinde gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrürleme süresinin mikrosertlik eğrisine etkisi.....	131
Şekil 5.11.	520 °C’de K_N : 4,9 nitrürleme potansiyelinde gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrürleme süresinin mikrosertlik eğrisine etkisi.....	132
Şekil 5.12.	540 °C’de K_N : 4,2 nitrürleme potansiyelinde gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrürleme süresinin mikrosertlik eğrisine etkisi.....	132
Şekil 5.13.	10 saat süre ile gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrürleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi.....	133
Şekil 5.14.	20 saat süre ile gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrürleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi.....	134
Şekil 5.15.	30 saat süre ile gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrürleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi.....	134
Şekil 5.16.	Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin Nht ÇS+50HV efektif sertlik derinliğine etkisi.....	135
Şekil 5.17.	Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin Nht 500HV efektif sertlik derinliğine etkisi.....	136
Şekil 5.18.	Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin Nht 700HV efektif sertlik derinliğine etkisi.....	136
Şekil 5.19.	Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin Nht 800HV efektif sertlik derinliğine etkisi.....	137
Şekil 5.20.	Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının Nht 800HV efektif sertlik derinliği eğrisine etkisi.....	137
Şekil 5.21.	Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin Nht 900HV efektif sertlik derinliğine etkisi.....	138
Şekil 5.22.	Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının Nht 900HV efektif sertlik derinliği eğrisine etkisi.....	139
Şekil 5.23.	Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin HV ₁ yüzey sertliğine etkisi.....	141
Şekil 5.24.	Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin HR15N yüzey sertliklerine etkisi.....	143

Şekil 5.25.	Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin HR30N yüzey sertliklerine etkisi.....	144
Şekil 5.26.	Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin HR45N yüzey sertliklerine etkisi.....	145
Şekil 5.27.	500 °C’de gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının değişimine bağlı HR15N ve HR30N yüzey sertlik eğrileri.....	146
Şekil 5.28.	500 °C’de gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem süresinin değişimine bağlı HV ₁ ve HR15N yüzey sertlik eğrileri.....	146
Şekil 5.29.	520 °C’de gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem süresi değişimine bağlı HV ₁ ve HR30N yüzey sertlik eğrileri.....	146
Şekil 5.30.	10 saat gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının değişimine bağlı HV ₁ ve HR30N yüzey sertlik eğrileri.....	147
Şekil 5.31.	500 °C’de gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem süresinin değişimine bağlı HV ₁ ve HR45N yüzey sertlik eğrileri.....	147
Şekil 5.32.	Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem süresinin, sıcaklığın ve nitrüleme potansiyelinin Ra yüzey pürüzlülüğüne etkisi.....	148
Şekil 5.33.	Birinci bölüm gaz nitrüleme deneyleri için seçilen nitrüleme potansiyellerinin Lehrer diyagramı epsilon fazı bölgesi üzerinde gösterilmesi.....	149
Şekil 5.34.	(a) 500 °C’de farklı sürelerde, (b) 530 °C’de farklı nitrüleme potansiyellerinde tek aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinin x-ışınları difraksiyon paternleri.....	151
Şekil 5.35.	İkinci aşama nitrüleme sıcaklığı (a) 530 °C, (b) 540 °C, (c) 550 °C için farklı nitrüleme potansiyelleri ile çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin x-ışınları difraksiyon paternleri.....	153
Şekil 5.36.	500 °C’de 10 ve 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme süresine bağlı beyaz tabaka kalınlığı değişimi.....	156
Şekil 5.37.	500 °C’de (a) 10 saat, (b) 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme süresine bağlı beyaz tabaka büyümesini gösteren mikroyapı görüntüleri (K _N : 10) (500x).....	156

Şekil 5.38.	530 °C’de 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme potansiyeline bağlı beyaz tabaka kalınlığı değişimi.....	157
Şekil 5.39.	530 °C’de 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde farklı nitrüleme potansiyellerinin beyaz tabaka oluşumuna etkisini gösteren mikroyapı görüntüleri (a), (b) 500x büyütme, (c) 200x büyütme.....	157
Şekil 5.40.	530 °C’de 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde yüzeyde çekirdeklenen γ' -Fe ₄ N nitrürün mikroyapı görüntüsü (1000x).....	158
Şekil 5.41.	Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının beyaz tabaka büyümesine etkisi.....	159
Şekil 5.42.	500 °C’de 10 saat ve 530 °C’de 20 saat çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyellerinin beyaz tabaka büyümesine etkisini gösteren mikroyapı görüntüleri (500x).....	160
Şekil 5.43.	500 °C’de 10 saat ve 540 °C’de 20 saat çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyellerinin beyaz tabaka büyümesine etkisini gösteren mikroyapı görüntüleri (500x).....	161
Şekil 5.44.	500 °C’de 10 saat ve 550 °C’de 20 saat çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyellerinin beyaz tabaka büyümesine etkisini gösteren mikroyapı görüntüleri.....	161
Şekil 5.45.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ilk aşamada oluşturulan beyaz tabaka kalınlığının ikinci aşama nitrüleme potansiyeline ve sıcaklığına göre değişimi.....	162
Şekil 5.46.	Tek ve çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde beyaz tabakada oluşan çatlakları gösteren mikroyapı görüntüleri (1000x).....	164
Şekil 5.45.	Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin beyaz tabaka karakteristiğini ve Al içerikli oluşan nitrürleri gösteren mikroyapı görüntüsü (500x).....	165

Şekil 5.48.	530 °C’de K_N : 1 nitrüleme potansiyelinde 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde tane sınırlarında oluşan nitrür ağlarını gösteren mikroyapı görüntüsü (a) 200x, (b) 500x.....	166
Şekil 5.49.	İkinci aşama gaz nitrüleme sıcaklığı (a) 530 °C, (b) 540 °C, (c) 550 °C, ikinci aşama nitrüleme potansiyeli K_N : 0,2 işlem parametreleri ile gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde beyaz tabaka ile difüzyon bölgesi arasında gözlemlenen geçiş bölgesinin mikroyapı görüntüleri (200x).....	167
Şekil 5.50.	İki aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyeli K_N : 0,2’nin difüzyon bölgesinde oluşturduğu geçiş bölgesi (500x).....	168
Şekil 5.51.	530 °C’de 30 saat tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyelinin mikrosertlik eğrisine etkisi....	171
Şekil 5.52.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin mikrosertlik eğrisine etkisi (T_1/T_2 : 500 °C/530 °C).....	172
Şekil 5.53.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin mikrosertlik eğrisine etkisi (T_1/T_2 : 500 °C/540 °C).....	172
Şekil 5.54.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin mikrosertlik eğrisine etkisi (T_1/T_2 : 500 °C/550 °C).....	173
Şekil 5.55.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi (K_{N1}/K_{N2} : 10/3,2).....	174
Şekil 5.56.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi (K_{N1}/K_{N2} : 10/1).....	174
Şekil 5.57.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi (K_{N1}/K_{N2} : 10/0,2).....	174

Şekil 5.58.	530 °C’de toplam 30 saat süre ile tek aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyelinin HV ₁ ve HRN yüzey sertliklerine etkisi.....	176
Şekil 5.59.	Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının ve nitrüleme potansiyelinin HV ₁ yüzey sertliklerine etkisi.....	177
Şekil 5.60.	Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının ve nitrüleme potansiyelinin HR15N yüzey sertliklerine etkisi.....	177
Şekil 5.61.	Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının ve nitrüleme potansiyelinin HR30N yüzey sertliklerine etkisi.....	178
Şekil 5.62.	Toplam 30 saat süre ile tek ve çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde HRN yüzey sertlik karşılaştırmaları.....	178
Şekil 5.63.	Tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde artan nitrüleme süresinin efektif sertlik derinliklerine etkisi.....	181
Şekil 5.64.	Tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyelinin efektif sertlik derinliklerine etkisi.....	181
Şekil 5.65.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının Nht ÇS+50HV _{0,2} efektif sertlik derinliğine etkisi.....	182
Şekil 5.66.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının Nht 500HV _{0,2} efektif sertlik derinliğine etkisi.....	182
Şekil 5.67.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının Nht 800HV _{0,2} efektif sertlik derinliğine etkisi.....	182
Şekil 5.68.	Tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyelinin köşe bölgesi beyaz tabaka kalınlığına etkisi.....	184
Şekil 5.69.	Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde birinci ve ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının köşe bölgesi beyaz tabaka kalınlığına etkisi.....	184

Şekil 5.70. Tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde, (a) nitrüleme süresine bağlı beyaz tabaka kalınlığı/yüzey pürüzlülüğü değişimi ve ilişkisi, (b) nitrüleme potansiyeline bağlı beyaz tabaka kalınlığı/yüzey pürüzlülüğü değişimi ve ilişkisi.....	186
Şekil 5.71. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyeline ve sıcaklığına bağlı Ra yüzey pürüzlülüğün değişimi.....	186
Şekil 5.72. Tek ve çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde kırılma tokluğu değerleri ve karşılaştırmaları.....	189
Şekil 5.73. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyeli ve sıcaklık değişiminin kırılma tokluğuna etkisi.....	190
Şekil 5.74. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde, (a) K_{N_2} : 3,2 (b) K_{N_2} : 1 ikinci aşama nitrüleme potansiyelleri için ikinci aşama sıcaklığına bağlı artan beyaz tabaka kalınlığının kırılma tokluğuna etkisi.....	191
Şekil 5.75. 530 °C’de 30 saat tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyeli ve beyaz tabaka kalınlığı değişiminin aşınma hızına etkisi.....	193
Şekil 5.76. (a) 500 °C, K_N : 10, (b) 530 °C, K_N : 3,2, (c) 530 °C K_N : 1, (d) 530 °C K_N : 0,2 işlem parametreleri ile 30 saat tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde aşınma izlerinin optik mikroskop görüntüsü.....	194
Şekil 5.77. Toplam 30 saat gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde (a), (b): beyaz tabakasız numune yüzeyindeki aşınma bölgesi (c), (d): beyaz tabakaya sahip numune yüzeylerindeki örnek aşınma bölgesi optik mikroskop görüntüleri (500x/1000x).....	195
Şekil 5.78. Tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının kırılma tokluğu ve beyaz tabaka üzerinde meydana getirdiği değişimin aşınma hızına etkisi.....	197
Şekil 5.79. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyeli ve sıcaklığının aşınma hızına etkisi.....	197

Şekil 5.80.	Çift aşamalı gaz nitrürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrürleme potansiyelinin ve sıcaklığının kırılma tokluğu ve beyaz tabaka kalınlığı üzerinde meydana getirdiği değişimin aşınma hızına etkisi (a) (b) (c).....	199
Şekil 5.81.	Çift aşamalı gaz nitrürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde çift aşamalı gaz nitrürleme yöntemi ile farklı işlem parametreleri sonucunda oluşan beyaz tabakaların aşınma yüzdeleri.....	199
Şekil 5.82.	Tek ve çift aşamalı gaz nitrürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde aşınma testleri sonucunda ölçülen ortalama sürtünme katsayıları.	201
Şekil 5.83.	Farklı işlem parametreleri ile toplam 30 saat tek aşamalı gaz nitrürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması.....	202
Şekil 5.84.	Farklı işlem parametreleri ile toplam 30 saat tek ve çift aşamalı gaz nitrürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması.....	202
Şekil 5.85.	530 °C’de 30 saat farklı nitrürleme potansiyellerinde tek aşamalı gaz nitrürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması.....	203
Şekil 5.86.	500 °C ve 530 °C’de toplam 30 saat farklı ikinci aşama nitrürleme potansiyelleri ile çift aşamalı gaz nitrürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması.....	204
Şekil 5.87.	500 °C ve 530 °C işlem sıcaklıkları için K_N : 10 ve K_N : 3,2 nitrürleme potansiyelleri kullanılarak tek ve çift aşamalı gaz nitrürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması.....	204
Şekil 5.88.	500 °C ve 530 °C işlem sıcaklıkları için K_N : 10 ve K_N : 1 nitrürleme potansiyelleri kullanılarak tek ve çift aşamalı gaz nitrürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması.....	205

Şekil 5.89. 500 °C ve 530 °C işlem sıcaklıkları için K_N : 10 ve K_N : 0,2 nitürleme potansiyelleri kullanılarak tek ve çift aşamalı gaz nitrülendirilen 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması.....	205
Şekil 5.90. K_N : 10 ve K_N : 3,2 nitürleme potansiyelleri kullanılarak çift aşamalı gaz nitrülendirilen 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama sıcaklığının yükseltilmesi ile geliştirilen özelliklerdeki değişim ve karşılaştırma.....	206
Şekil 5.91. K_N : 10 ve K_N : 1 nitürleme potansiyelleri kullanılarak çift aşamalı gaz nitrülendirilen 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama sıcaklığının yükseltilmesi ile geliştirilen özelliklerdeki değişim ve karşılaştırma.....	206
Şekil 5.92. K_N : 10 ve K_N : 0,2 nitürleme potansiyelleri kullanılarak çift aşamalı gaz nitrülendirilen 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama sıcaklığının yükseltilmesi ile geliştirilen özelliklerdeki değişim ve karşılaştırma.....	207

TABLolar LİSTESİ

Tablo 1.1.	Yüzey sertleştirme işlemleri kapsamında geliştirilen mühendislik yöntemleri.....	2
Tablo 2.1.	Nitrüleme yöntemlerinin avantajları ve dezavantajları.....	11
Tablo 2.2.	Nitrüleme yöntemlerinin teknolojik ve uygulanabilirlik açısından karşılaştırması.....	12
Tablo 3.1.	Gaz nitrüleme yöntemi ile sertleştirilen çelikler.....	22
Tablo 3.2.	Gaz nitrüleme yöntemi ile sertleştirilen Nitralloy çelikleri ve alaşım içerikleri.....	23
Tablo 3.3.	İngiliz standardı nitrüleme çelikleri	23
Tablo 3.4.	TS EN 10085 standardına göre üretimi yapılan nitrüleme çelikleri.....	24
Tablo 3.5.	Lehrer diyagramına göre farklı sıcaklıklar için hesaplanmış faz sınırlarındaki nitrüleme potansiyelleri	43
Tablo 3.6.	α , γ ve ε fazları için hesaplanan difüzyon katsayıları ve aktivasyon enerjileri.....	59
Tablo 3.7.	Nitrülenmiş tabakalar üzerinde yapılan kinetik çalışmalarda yaygın olarak kullanılan difüzyon katsayıları.....	59
Tablo 3.8.	Mühendislik alaşımlarının oluşturduğu önemli nitrürlerin kimyasal formüllerinin gösterimi.....	60
Tablo 3.9.	Endüstriyel alanda kullanılan malzemelerde bulunan önemli alaşım elementlerinin oluşturduğu nitrürlerin oluşum entalpileri ve yapısal özellikleri	61
Tablo 3.10.	Nitrür yapıcı alaşım elementlerinin artık gerilim üzerine etkisi....	87
Tablo 4.1.	34CrAlNi7 çeliğinin kimyasal bileşimi (% ağırlıkça).....	99
Tablo 4.2.	34CrAlNi7 çeliğinin ön ısıtma işlem parametreleri ve mekanik özellikleri.....	100

Tablo 4.3.	Birinci bölüm gaz nitrürleme deneyleri işlem parametreleri.....	102
Tablo 4.4.	İkinci bölüm gaz nitrürleme deneyleri işlem parametreleri.....	105
Tablo 4.5.	Aşınma testi işlem parametreleri.....	115
Tablo 5.1.	Birinci bölüm gaz nitrürleme deneylerine ait difüzyon bölgesi mikrosertlik ölçümleri.....	119
Tablo 5.2.	Birinci bölüm gaz nitrürleme deneylerine ait difüzyon-nitrürleme derinlikleri.....	120
Tablo 5.3.	34CrAlNi7 çeliğinde 500 °C, 520 °C ve 540 °C sıcaklıklar için hesaplanan difüzyon katsayıları.....	121
Tablo 5.4.	34CrAlNi7 çeliği ve α -demirinde 500°C, 520 °C ve 540 °C sıcaklıklar için hesaplanan difüzyon sabiti ve difüzyon katsayıları.....	124
Tablo 5.5.	Birinci bölüm tek aşamalı gaz nitrürleme deneylerinde elde edilen beyaz tabaka kalınlıkları.....	125
Tablo 5.6.	34CrAlNi7 çeliğinin 500 °C, 520 °C ve 540 °C için hesaplanmış beyaz tabaka büyüme hızları ve büyüme ivmeleri.....	129
Tablo 5.7.	500 °C’de, 520 °C’de ve 540 °C’de sırasıyla 10 saat, 20 saat ve 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin HV ₁ yüzey sertlikleri.....	140
Tablo 5.8.	500 °C’de, 520 °C’de ve 540 °C’de sırasıyla 10 saat, 20 saat ve 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin HR15N yüzey sertlikleri.....	140
Tablo 5.9.	500 °C’de, 520 °C’de ve 540 °C’de sırasıyla 10 saat, 20 saat ve 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin HR30N yüzey sertlikleri.....	140
Tablo 5.10.	500 °C’de, 520 °C’de ve 540 °C’de sırasıyla 10 saat, 20 saat ve 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin HR45N yüzey sertlikleri.....	140
Tablo 5.11.	Ölçülen HV ₁ yüzey sertliklerine göre vickers uç batma derinlikleri ve ölçümlerin yapıldığı numunelerdeki beyaz tabaka kalınlıkları.....	142
Tablo 5.12.	Birinci bölüm gaz nitrürleme deneyleri sonucunda 34CrAlNi7 çeliğinde elde edilen Ra yüzey pürüzlülük değerleri	148

Tablo 5.13. İkinci bölüm deneysel çalışmalara ait tek aşamalı nitrürleme deneyleri sonucunda 34CrAlNi7 çeliğinde ölçülen ortalama beyaz tabaka kalınlıkları.....	155
Tablo 5.14. İkinci bölüm deneysel çalışmalara ait çift aşamalı nitrürleme deneyleri sonucunda 34CrAlNi7 çeliğinde ölçülen ortalama beyaz tabaka kalınlıkları	155
Tablo 5.15. İkinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamında yapılan tek aşamalı nitrürleme deneylerine ait mikrosertlik ölçümleri	170
Tablo 5.16. İkinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamında çift aşamalı nitrürleme deneyleri mikrosertlik ölçümleri	170
Tablo 5.17. İkinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamındaki tek aşamalı nitrürleme deneyleri yüzey sertlik ölçümleri	175
Tablo 5.18. İkinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamındaki çift aşamalı nitrürleme deneyleri yüzey sertlik ölçümleri.....	176
Tablo 5.19. Farklı işlem parametreleri ile tek aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde hesaplanan kırılma tokluğu değerleri.....	188
Tablo 5.20. Farklı işlem parametreleri ile çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde hesaplanan kırılma tokluğu değerleri.....	188
Tablo 5.21. Farklı işlem parametreleri ile tek aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin aşınma testi sonuçları.....	192
Tablo 5.22. Farklı işlem parametreleri ile çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin aşınma testi sonuçları	192

ÖZET

Anahtar kelimeler: Gaz Nitrürleme, Nitrürleme Potansiyeli, K_N , Termokimyasal İşlem, Çelik, Nitrür, Kinetik, Sertlik, Difüzyon, Kırılma Tokluğu, Aşınma

Gaz nitrürleme, azot atomunun malzeme yüzeyine difüzyonu ile yüksek yüzey sertliklerinin elde edildiği, korozyon dayanımının iyileştirildiği, aşınma ve yorulma direncinin önemli ölçüde artırıldığı termokimyasal bir ısıl işlem türüdür. İşlemin, termodinamik bir parametre olan K_N -nitrürleme potansiyeli ile kontrol edilmesi, sertleştirilmiş bölgenin değişken metalurjik özelliklerde üretilebilmesine olanak sağlamaktadır. Parçaların çalıştığı ortam, uygulama şartları ve sertleştirme yapılacak yüzeyden beklenen mekanik özellikler dikkate alınarak uygun malzeme seçimi ve doğru işlem parametreleri ile gerçekleştirilen nitrürleme işlemi sonucunda, yüzey özellikleri geliştirilmiş ve çalışma ömrü uzatılmış parçaların üretilmesi mümkün olmaktadır. Dolayısıyla gaz nitrürleme işlem parametrelerinin malzeme yüzey özelliklerine etkisinin anlaşılması büyük önem arz etmektedir.

Bu çalışmada; 34CrAlNi7 nitrürleme çeliği için, 500 °C ila 550 °C sıcaklıkları arasında tek ve çift aşamalı gaz nitrürleme işlemleri yapılmış, yöntem olarak K_N kontrollü gaz nitrürleme yöntemi seçilmiştir. İşlem parametrelerinin, nitrürlenmiş tabaka mekanik özelliklerine ve karakteristiğine etkisi incelenmiştir. Nitrürlenmiş yüzeylerin sertlik, kırılma tokluğu ve aşınma davranışı karşılaştırılmış ve kinetik çalışmalar yapılmıştır. Azotun, 34CrAlNi7 çeliğinde tane sınırları boyunca yayılım eğilimi yüksek şekilde ve saf demire oranla daha düşük aktivasyon enerjisi ile difüzyon gerçekleştirdiği belirlenmiştir. Alüminyum; azot alımını arttırmakta, yüzey ve difüzyon bölgesinin sertlik artışına önemli ölçüde katkı sağlamakta fakat bölgelerde tokluğun düşmesine neden olmaktadır. Lehrer diyagramına göre seçilen uygun nitrürleme potansiyelleri ile yüzeyde sadece γ' nitrürden oluşan tek fazlı beyaz tabaka, ϵ - γ' nitrürlerinden oluşan çift fazlı beyaz tabaka ve beyaz tabakasız yüzey elde edilmiştir. K_N ; beyaz tabaka kalınlığına, kırılma tokluğuna ve tabakanın içerdiği ϵ/γ' oranına önemli ölçüde etki etmektedir. Çift aşamalı nitrürleme yöntemi kullanılarak HRN yüzey sertliklerinde düşüş gerçekleşmeden tabaka tokluğu ve difüzyon derinliği artırılabilir. Nitrürlenmiş bölgede elde edilen efektif sertlik ve difüzyon derinlikleri, sıcaklığın ve sürenin değişmesi ile önemli ölçüde değişmiş, α bölgesinde seçilen düşük nitrürleme potansiyelinin sertleşebilirliği ve azot alımını önemli ölçüde düşürdüğü belirlenmiştir. Potansiyelin uygun değerlerde seçimi ile farklı süre ve sıcaklıklarda yüzey pürüzlülüğünün aynı değerde tutulabileceği görülmüştür. Yüzeylerde ölçülen HV_1 sertlik değerlerindeki değişimin önemli ölçüde beyaz tabaka karakteristiğine, kalınlığına, kırılma tokluğuna ve tabakanın içerdiği ϵ/γ' oranına bağlı olduğu tespit edilmiştir. Beyaz tabakanın artan sıcaklık ve nitrürleme potansiyeli ile kırılma tokluğunun düştüğü tespit edilmiş ve düşen tokluk değerinin aşınma direncini düşürdüğü belirlenmiştir. En yüksek aşınma direnci ve kırılma tokluğu; beyaz tabakasız ve en yüksek HV_1 yüzey sertliğine sahip olan yüzeyde, düşük nitrürleme potansiyeli ile gerçekleştirilen 30 saatlik nitrürleme işlemi sonrasında elde edilmiştir.

EFFECT OF PROCESS PARAMETERS ON MECHANICAL PROPERTIES OF 34CrAlNi7 STEEL IN GAS NITRIDING

SUMMARY

Key Words: Gas Nitriding, Nitriding Potential, K_N , Thermochemical Treatment, Steel, Nitride, Kinetics, Hardness, Diffusion, Fracture Toughness, Wear

Gas nitriding is a thermochemical heat treatment process which high hardness, enhanced corrosion properties and considerably improved wear resistance and fatigue strength are obtained on the material surface by diffusion of atomic nitrogen through the surface. Controlling the process by the thermodynamical parameter K_N , gives ability to produce hardened layers that have variable metallurgical properties. It is possible to produce parts with improved surface properties and prolonged working life as a result of nitriding with right process parameters and proper material selection by taking into account the properties of operating environment, operating conditions and the mechanical requirements for the surface. Consequently, understanding the effect of gas nitriding process parameters on material surface properties has great importance.

In this study; for the 34CrAlNi7 nitriding steel, one and two stage gas nitriding processes are performed at the temperatures between 500 °C and 550 °C and K_N -controlled gas nitriding method was used. Effect of parameters on mechanical properties of nitrided zone and its' characteristic was investigated. Hardness, fracture toughness and wear behavior of the nitrided surfaces were compared and kinetic studies were made. It is determined that nitrogen diffusion occurs in 34CrAlNi7 steel, by means of high penetration tendency along the grain boundaries and with the low activation energy as against α -iron. Aluminium increases the nitrogen uptake and contributes to important hardness increase at the surface and the diffusion zone but causes toughness decrease at specified zones. By selecting the proper nitriding potential according to Lehrer diagram, surfaces having white layer with one phase consisting of only γ' nitride, with two phases consisting of ϵ - γ' nitrides and surfaces having no white layer, was achieved. K_N ; affects the thickness, fracture toughness and the ϵ/γ' ratio of white layer, significantly. By performing the two stage nitriding process, it is possible to enhance the toughness and diffusion depth without losing HRN superficial hardnesses on surface. Effective hardness and diffusion depths were considerably changed by changing the temperature and time, low nitriding potential in α phase region decreased the nitrogen uptake and hardenability, significantly. It is observed that by selecting the right potential, it is possible to reach and keep same surface roughness values for different process temperatures and times. It is determined that variation of the HV_1 surface hardness values strongly depends on the characteristic, thickness, fracture toughness and ϵ/γ' ratio of white layer. It is determined that decrease in fracture toughness of white layer related to increase in temperature and nitriding potential, decreases the wear resistance. The highest wear resistance and fracture toughness was obtained at the surface that has no white layer and has maximum HV_1 surface hardness after 30 hours nitriding process with low nitriding potential.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Makine, kalıp, dişli, otomotiv, savunma sanayi vb. sektörlerde gerçekleştirilen yeni bir mühendislik uygulaması ve mevcut bir uygulamanın iyileştirilmesi kapsamında yapılan araştırma ve geliştirme çalışmaları, uygulamalarda kullanılan malzemelerden beklenen mekanik, fiziksel ve kimyasal dayanım değerlerinin iyileştirilmesi ya da ihtiyaç duyulan dayanım değerlerine göre yeni bir malzeme seçilmesi gereksinimini ortaya çıkarmaktadır. Bir sistem içerisinde çalışan elemanların çalışma toleranslarının dışına çıkması, hasara uğraması vb. şekilde kullanılamaz hale gelmesi, sistemde ekonomik kaybı en çok oluşturan aşınma ve korozyon mekanizmalarının malzeme yüzeyinde oluşturduğu madde kaybı ve hasar sonucu gerçekleşmektedir. Değişken yüklere, mekanik zorlanmaya, sürtünmeye ve çevresel etkilere ilk ve direkt olarak temas eden bölgenin malzeme yüzeyi olduğu düşünüldüğünde, ortam şartlarına ve uygulama gereksinimlerine istinaden gerekli çalışma ömrünü sağlayabilmek ve arttırabilmek için malzemeler üzerinde yapılan yüzey sertleştirme işlemleri büyük önem arz etmektedir. Seçilen yüzey sertleştirme teknolojisi, uygulama için gerekli temel mukavemet değerlerini sağlayan uygun maliyetli bir malzeme seçimi ile yüzey özellikleri aşınmaya, korozyona vb. etkilere karşı geliştirilmiş, istenen yeterlilikte ekonomik bir mühendislik malzemesinin ortaya çıkmasını sağlar.

Yüzey sertleştirme teknolojilerinin çoğunlukla uygulandığı malzeme grubu çeliklerdir. Son on yıllık zaman periyodunda, gelişen yeni mühendislik uygulamaları ve yeni gereksinimler sonucunda endüstriyel çelik üretiminde yüksek oranda bir artış gözlemlenmektedir. Çeliğe alternatif olarak alüminyum, titanyum vb. metallerin ve alaşımlarının geliştirilmesi ve üretimlerindeki artış dikkate alınsa bile bu büyüme engellenememiştir. Bunun nedeni, çeliğin yüksek mukavemette ve yüksek toklukta üretilebilirliğinin olması, işlenebilirlik özelliğinin iyi ve maliyetinin düşük olmasıdır.

Endüstriyel uygulamalarda minimum maliyet ile optimum mekanik özellikleri elde etmek, amaçlanan ve gerçekçi bir yaklaşımdır. Değişken yüzey sertleştirme teknolojileri kullanılarak çelik yüzeyinde yapılan modifikasyon, ısıtma işlem teknolojileri kapsamında yoğunlukla tercih edilen metot olup, hem uygulamacıya hem de ısıtma işlemciye ekonomik ve verimli bir çözüm oluşturmaktadır. Isıtma işleminin, bir parçanın üretimindeki en önemli üretim basamaklarından biri olduğu dikkate alındığında, parçaya kazandırılan son mühendislik özellikleri, yüzey sertleştirme yöntemleri kullanılarak sağlanmaktadır [1, 4].

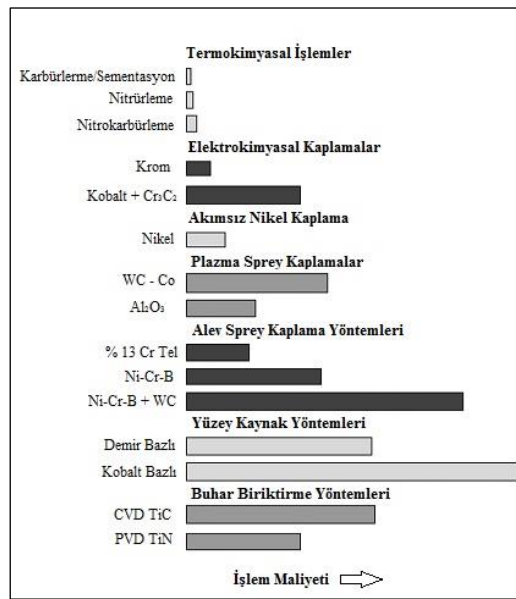
Endüstride yaygın olarak kullanılan yüzey sertleştirme metotları Tablo 1.1’de gösterilmiştir. Yöntemler temel olarak üç gruba ayrılmış ve bazılarının işlem maliyetleri Şekil 1.1’de gösterilmiştir.

Tablo 1.1. Yüzey sertleştirme işlemleri kapsamında geliştirilen mühendislik yöntemleri [9,12]

Grup	Genel Tanım	Örnekler
1	Termal Metotlar Yüzeye harici bir element transferi yapmadan sadece ısıtma yöntemleri ile yüzey özelliklerinin kimyasal bir modifikasyon yapılmadan geliştirilmesi	Alevle Yüzey Sertleştirme İndüksiyon ile Yüzey Sertleştirme Lazer ile Yüzey Sertleştirme
2	Kaplama Metotları Yüzeyin üzerinde değişken teknolojiler yardımı ile belirli kalınlıklarda katmanların oluşturulması ve yüzey özelliklerinin geliştirilmesi	Termal Sprey Kaplama PVD CVD Kaynak Yöntemi ile Yüzey Sertleştirme Akımsız Nikel Kaplama Sert Krom Kaplama
3	Termokimyasal Metotlar (Difüzyon Metotları) Yüzeyden içeriye difüzyonu gerçekleşen elementler ile yüzey modifikasyonunun yapılması	Karbürleme/Sementasyon Nitrürleme Nitrokarbürleme Karbonitrürleme Borlama

Tablo 1.1’de gösterilen işlemlerin ortak amacı, uygulama için gerekli sertlikteki ve toklukta parça özelliklerinin iç bölgede korunmasını sağlayarak, yüzeyde yapılan işlemler ile aşınma direnci yüksek, korozyon dayanımı iyileştirilmiş bir yüzey elde etmektir. Sertleştirilmiş bir yüzey ve yüzeyin altındaki gerekli mukavemetteki iç bölgenin birleşimi ile hem darbelere karşı enerjiyi sönmüleyebilecek bir çekirdek bölgesi, hem de aşınmaya karşı dayanımı yüksek bir yüzey elde edilmiş olur [12].

Termokimyasal yöntemlerden biri olan nitrürleme işlemi, yüzey sertleştirme yöntemleri arasında en ekonomik işlemlerden biri olarak kabul edilmektedir (Şekil 1.1). Parçadan istenen özelliklere bağlı 120 saate kadar uzayabilen işlem süreleri dikkate alındığında, işlemin ekonomik verimliliği tartışılır duruma gelmiştir. Yapılan araştırmalara göre, işlem süreleri uzun olduğu durumlarda dahi nitrürleme işleminin parçanın üretim basamaklarından biri olduğu durumlarda işlemin tüm üretim maliyetlerine etkisi incelenmiş ve yöntemin diğer alternatif yüzey sertleştirme yöntemlerine göre ekonomik açıdan faydasının ön planda olduğu tespit edilmiştir. İşlem ile elde edilen yüksek aşınma direnci, yüzey yorulma dayanımındaki artış, iyileştirilmiş korozyon direnci ve parça ömür artışı/işlem maliyeti oranının yüksek oluşu dikkate alındığında, nitrürleme işleminin endüstriyel alandaki yaygınlığı ve önemi ortaya çıkmaktadır.



Şekil 1.1. Yüzey sertleştirme uygulamalarının işlem maliyetlerinin karşılaştırılması [12]

Difüzyon prensiplerine dayalı termokimyasal bir ısı işlem yöntemi olan nitrürleme, ilk olarak 1900'lü yılların başında keşfedilmiş ve devam eden süreç içerisinde endüstriyel uygulamalarda önemli rol oynamaya başlamıştır. İşlem, üzerinde yapılan araştırma ve geliştirme çalışmaları ile birlikte uçak ve otomobil parçaları, tekstil ve tarım makineleri, metal ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıpları, plastik ekstrüder vidaları ve silindirleri gibi değişken mühendislik uygulamalarının vazgeçilmez bir üretim basamağı haline dönüşmüştür [1].

İşlemin temel prensibi malzeme yüzeyinden iç bölgeye doğru gerçekleşen atomik azot difüzyonu ile sertleştirme yapılmasıdır. Efektif olarak uygulanabildiği teorik sıcaklık aralığı, 420 °C ila 630 °C'dir. Nitrürleme işleminin tercih edilmesindeki en önemli etkenlerden biri, işlem gören malzemenin mikroyapısında herhangi bir faz değişiminin ve faz değişimine bağlı boyutsal deformasyonun gerçekleşmemesidir. Bunun nedeni, işlem sıcaklıklarının A_1 ötektoid sıcaklık hattının altında olması, sementasyon ve kesit sertleştirme gibi yöntemlerde hızlı soğutma sonucunda ostenit/martenzit faz dönüşümü ile meydana gelen hacimsel ve boyutsal değişimin gerçekleşmemesidir. Atomik azotun yüzeyden difüzyonu ile oluşan çok az miktarda ve orantılı hacimsel büyüme ise işlemde gerçekleşen kontrollü boyutsal değişim olarak ifade edilmektedir [1,9]. Sertleştirme işleminden sonra malzemedeki hızlı soğutma gereksinimi olmaması diğer bir avantajdır. Bu avantajlar, bir parçanın üretimindeki imalat aşamalarının azalmasında, işlem ve süreye bağlı üretim maliyetlerinin düşmesinde çok etkili olmaktadır [1].

Nitrürleme işleminin tarihsel gelişimi incelendiğinde, azot ile sertleştirme yönteminin Amerika'da bir gaz firmasında çalışan Metalurji Mühendisi Adolph Machlet tarafından keşfedilmesi ve 1908 senesinde alınan ilk patent, nitrürleme işleminin üzerinde devam edecek çalışmaların başlangıç noktası olmuştur. Sementasyon işleminde yaşanan deformasyon problemi, hızlı soğutma gereksinimi ve artan işleme maliyetlerine çözüm arayışı, yöntemin bulunmasında çok etkili olmuştur. Azotun demir kafesi içerisinde çözünebilmesi ve yüzeyde aşınma direnci yüksek demir nitrürlerin oluşumu, çelik ve demirin yüzey özelliklerinin bu yöntem ile geliştirilebileceği konusunda önemli bir işaret olmuştur. Sertleşme işlemi için gerekli azot rezervinin amonyak gazı kullanılarak sağlanması, nitrürleme işleminin gaz nitürleme yöntemi ile ortaya çıktığına bir işarettir [1].

Demirin, çeliğin ve özellikle düşük alaşımlı çeliklerin bu yöntem ile yüzey sertliklerinin artırılabilmesi, deformasyon ve çarpılmanın engellenmesi ya da kontrollü hale getirilmesi, işlemi ekonomik ve verimli duruma getirmiş, uygulamayı endüstriyel alanda daha yaygın hale getirmek isteyen araştırmacıların dikkatini ve ilgisini çekmiştir. Bu gelişim sürecinde Amerika'ya paralel olarak Almanya'da devam eden çalışmalar incelendiğinde, Krup Çelik Grubu'nda konu ile ilgili

araştırma çalışmalarının başında olan Dr. Adolph Fry'ın çalışmaları neticesinde 1924 yılında ikinci patent alınmıştır. Dr. Fry, yaptığı çalışmalarda çeliğin bileşimindeki krom, molibden, alüminyum, tungsten ve vanadyum elementlerinin nitrürleme sonrasında malzeme yüzeyinde elde edilen sertliklere yüksek oranda etkisinin olduğunu tespit etmiştir. Bu bulgular neticesinde Dr. Fry, Krup Çelik Grubu ile yürüttüğü ortak çalışmalar kapsamında nitrürlenebilir çelikler grubunun oluşumu ve üretimi konularında sorumluluk almıştır. 'Nitralloy' adı verilen bu grup, nitrürlenebilir çelikler olarak tanımlanmış ve çeliklerin nitrürlenebilirlik özelliklerinin artırılabilmesi için ilk kez geliştirilmiş olan alaşımlı çeliklerin üretimi için başlangıç niteliği taşımıştır. Kısa bir zaman içerisinde uluslararası olarak tanınmış, farklı çelik üreticilerinin ve araştırmacılarının konuya ilgi duymasını sağlamıştır.

Gelişen teknoloji ile birlikte işleme, metalurjik sonuçları daha da iyileştirilmiş, daha verimli, daha ekonomik ve daha kontrol edilebilir duruma getirme isteği, farklı nitrürleme yöntemlerinin ve işlem kontrol teknolojilerinin gelişimini sağlamıştır. 1900'lü yıllardan günümüze kadar gelişim gösteren nitrürleme teknolojileri, nitrürleyici ortamın değişimine, işlem parametrelerini kontrol etme yöntemlerinin ve ekipmanlarının farklılaşmasına göre temel olarak plazma nitrürleme, tuz banyosunda nitrürleme ve gaz nitrürleme olarak üçe ayrılmıştır.

Bu çalışma, gaz nitrürleme işleminin uygulama prensiplerini, işlem sonucunda oluşan yüzey özelliklerini, işlemin kinetiğini ve literatürde yapılmış çalışmaları içeren teorik bölümden ve farklı işlem parametreleri ile yapılmış gaz nitrürleme deneylerini içeren deneysel bölümden oluşmaktadır.

Deneysel çalışmalar için gaz nitrürleme yöntemleri içerisinde modern metot olarak bilinen K_N (nitrürleme potansiyeli) kontrollü gaz nitrürleme yöntemi seçilmiştir. Bu yöntem, geleneksel gaz nitrürlemeye yeni bir vizyon getirerek tüm işlem parametrelerinin yazılım yardımı ile otomatik olarak aynı anda kontrol edilebilmesini, nitrürleyici atmosferin termodinamik bir parametre olan K_N ile kontrol edilerek metalurjik özelliklerin geliştirilmesini ve tekrarlanabilir sonuçlara sahip ısı işlemlerin oluşumunu mümkün kılmıştır.

Deneysel çalışmalar kapsamında DIN 17211 ve TS EN 10085'e göre nitrülenebilir çelikler grubunda olan 34CrAlNi7 (DIN 1.8550) çeliği seçilmiştir. Alüminyum, nikel ve krom alaşımlı olan malzeme, nitrüleme sonrası yüksek aşınma direnci ve yüzey sertliğinin elde edildiği, birçok mühendislik uygulamasında ve özellikle makine elemanlarının imalatında tercih edilen düşük alaşımlı bir çeliktir. Deneysel çalışmalar kapsamında 34CrAlNi7 çeliği üzerinde kinetik çalışmalar yapılmış olup, K_N kontrollü gaz nitrüleme parametrelerinin ve yöntemlerinin değişiminin, çeliğin mekanik özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir. Deneysel çalışmalar iki bölümde ele alınmıştır. Birinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamında, üç farklı sıcaklıkta ve üç farklı sürede ısıtma işlemleri gerçekleştirilmiş, aktivasyon enerjisi ve difüzyon katsayıları hesaplanmıştır. Birinci ve ikinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamında, işlem değişkenlerinin nitrülenmiş tabaka özelliklerine etkisi incelenmiştir.

Deneysel çalışmaların endüstriyel alandaki uygulamalar için faydalanılabilir bir kaynak ve yaklaşım olması hedeflenmiştir. Mühendislik uygulamalarında, malzemenin çalışacağı ortam ve şartlar dikkate alınarak nitrüleme işlemi sonrasında nitrülenmiş tabakada istenen dayanım değerleri ve karakteristik özellikler çok iyi tanımlanmalıdır. Uygulamaya göre doğru malzeme seçimi ve ısıtma işlemi sonrası talep edilen özelliklerin minimum-maksimum değerlerinin tanımlanması başarılı bir ısıtma işlemi için gereklidir. Tanımlanan gereksinimlere istinaden istenilen yüzey özelliklerine iyi tasarlanmış bir nitrüleme işlemi ile optimum sürede ulaşmak ise ısıtma işlemcinin temel amacıdır. Gereksinimlere istinaden iyi tasarlanmış bir gaz nitrüleme işlemi, hem ısıtma işlemci hem de ısıtma işlemi talep eden parça kullanıcısı için karşılıklı ekonomik fayda sağlayacaktır. Bu bağlamda, 34CrAlNi7 çeliği için ısıtma ve soğutma aşamaları hariç aktif nitrüleme süresi toplam 30 saat olan tek aşamalı ve çift aşamalı nitrüleme deneyleri yapılmıştır. Deneylerdeki amaç, toplam aktif nitrüleme süresinden bağımsız olarak gaz nitrüleme yönteminin ve işlem parametrelerinin değişiminin çelik üzerinde geliştirdiği mekanik özelliklerdeki farklılığı incelemektir. Böylelikle gaz nitrüleme sonrası 34CrAlNi7 çeliğinde istenen metalurjik sonuçlara istinaden doğru metot ve parametrelerin seçimi için bir öngörü oluşacaktır.

BÖLÜM 2. NİTRÜRLEME

2.1. Nitürleme İşleminin ve Yöntemlerinin Gelişimi

Demir ve azotun belirli sıcaklıklarda gerçekleştirmiş olduğu reaksiyonlar 1900'lü yılların öncesinde tanımlanmıştır. Demir bazlı malzemeler üzerinde alternatif sertleştirme yöntemlerine duyulan ilginin belirli dönemlerde kesintiye uğraması sonucunda işlemin endüstriyel alanda kullanılması 1900'lü yılların başında gerçekleşmiştir. Endüstriyel alanda yapılan ilk uygulamalarda elde edilen nitürlenmiş yüzeyler, gaz amonyak atmosferinde yapılan uzun süreli işlemler ile nitürlenebilen çeliklerden imal edilmiş parçalarda elde edilmiştir. İşlem sürelerinin uzun olması ve proses kontrol yöntemlerinin yetersizliği, işlem sonrasında yüzeyde oluşan bileşke tabakanın aşırı kırılğan olmasına, kalın ve pürüzlü bir şekilde oluşmasına sebebiyet vermiştir. Dolayısıyla, işlemde sonra kırılğan tabakanın genellikle taşlama gibi mekanik işlemler ile kaldırılması bir gereklilik haline gelmiştir. Devam eden süreçlerde işlem, diğer malzemeler için de uygulanmaya başlanmış ve süreler kısaltılmıştır [9].

Tuz banyosunda eriyik siyanür ile nitürleme yöntemi ilk olarak 1929'da tanımlanmıştır. Bu alandaki gelişim, maksimum 3 saate kadar çıkan işlem süreleri ile kırılğan olmayan ve mekanik işlem ile kaldırılması gerekmeyen tabakaların oluşumunu mümkün kılmıştır. Bu işlem karbon çelikleri, düşük alaşımlı çelikler ve yüksek hız takım çelikleri grubuna uygulanmıştır [9].

1930'lu yıllarda, nitürlemenin alternatif yöntemlerinden biri de yük boşalımı tekniği ile gerçekleştirilen plazma nitürleme olmuştur [9]. Alman fizikçi Dr. Wehnheldt ve İsviçreli fizikçi Dr. Berghaus'un birlikte yapmış olduğu çalışmalar neticesinde, işlem daha stabil hale getirilmiş ve 2. Dünya Savaşı'nda Alman sanayisi tarafından efektif olarak kullanılmıştır [1].

1940'lı yıllarda gaz nitrürleme üzerine devam eden araştırma çalışmaları neticesinde, iki ve üç aşamalı nitrürleme yöntemleri geliştirilmiştir. Bu yöntemler ile farklı amonyak ayrışma yüzdelerinde, demir ve azotun oluşturduğu bileşke tabakanın kırılabilirliğinin ve kalınlığının azaltılması sağlanmış, yüzeydeki metalurjik özellikler geliştirilmiştir. 1960'lı yıllarda, saf amonyak atmosferinin moleküler azot ya da ayrışmış amonyak gazları ile seyreltilmesi için pratik çalışmalar ele alınmıştır. 1961 yılında ise, nitrokarbürleme işlemi tanımlanmıştır [9].

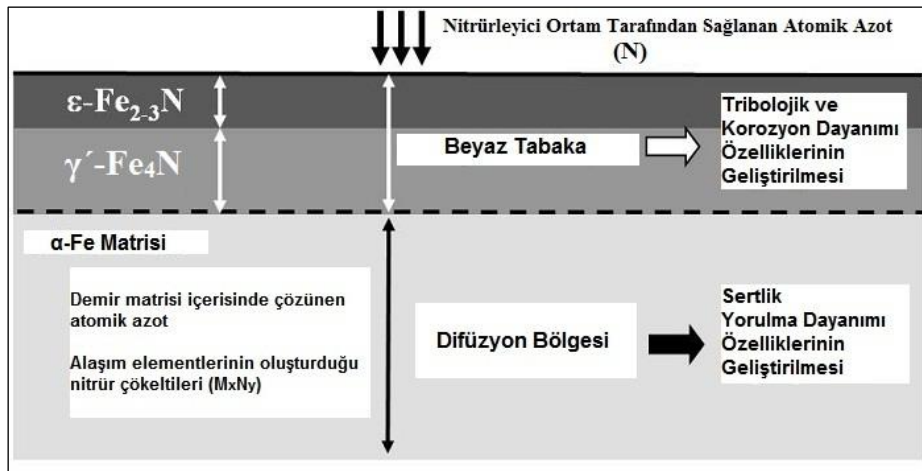
Atmosferin nitrürleme kabiliyetini tanımlayan K_N -nitrürleme potansiyeli konseptinin nitrürleme işlemine dahil olması ile termodinamik bir parametre, gaz nitrürleme işlemi için kontrol parametresi olarak kabul edilmiştir. Yöntemin kullanılması ile geleneksel gaz nitrürleme farklı bir vizyon kazanmış, 1970 yılı itibari ile yeni yöntemin yaygınlaşma ve gelişim süreci başlamıştır. Kontrol edilen atmosfer NH_3/N_2 ve NH_3 /ayrışmış NH_3 gazları olarak tanımlanmıştır. 1970-2000 yılları arasında gaz, plazma ve tuz banyosunda nitrürleme yöntemleri ile ilgili iyileştirmeler ve geliştirmeler devam etmiş olup, ısıl işlemi yapılan parçaların metalurjik özelliklerinin geliştirilmesi ve seçilen nitrürleme yöntemlerinin birbirleri üzerindeki teknolojik avantajlarının iyileştirilmesi ve farklılaştırılması yoluna gidilmiştir [9].

2.2. Nitrürleme İşleminin ve Yöntemlerinin Tanımı

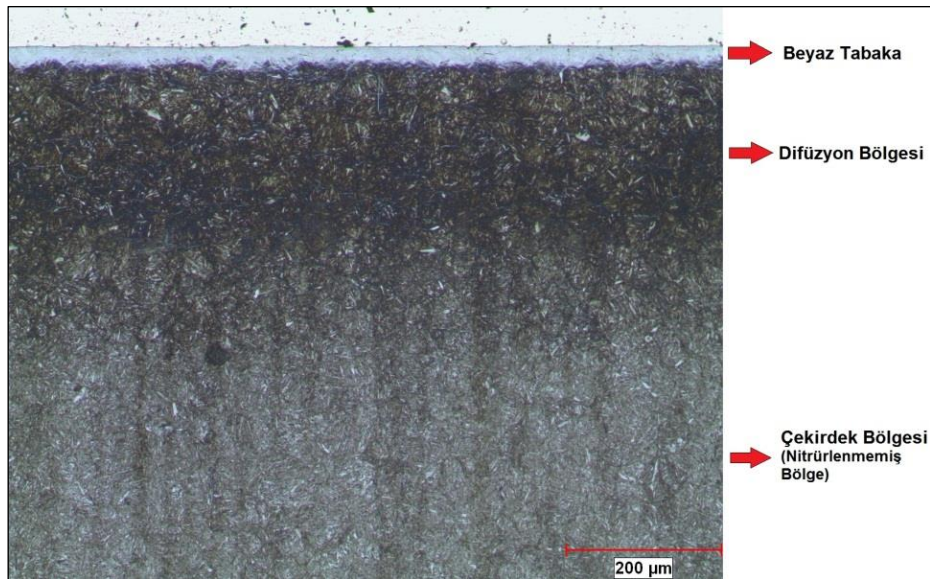
Tüm nitrürleme yöntemlerinde ortak prensip, nitrürleyici ortamdan sağlanan atomik azotun malzeme yüzeyine difüzyonu ile yüzeyden içeriye doğru istenen bir derinliğe kadar azot konsantrasyon gradyanı oluşturmak ve difüzyonun gerçekleştiği bölgenin sertliğini arttırmaktır. Atomik azotun parça yüzeyine difüzyonu için dört temel gereksinim vardır. Bunlar, difüzyonun başlaması için gerekli yüzey azot konsantrasyonu, aktivasyon enerjisi, atomik azotun elde edileceği ortam ve difüzyonun gerçekleşebilmesi için gerekli işlem sıcaklığıdır. İşlem için optimum difüzyon hızlarının sağlandığı ve işlemin pratik olarak gerçekleştirildiği sıcaklık aralığı 500 °C ila 590 °C'dir.

Yüzeyde oluşturulan nitrürlenmiş bölge, beyaz tabaka adı verilen bir bileşke tabakadan ve hemen altındaki difüzyon bölgesinden meydana gelmektedir. Bu

bölgeler şematik olarak Şekil 2.1’de ve metalografik inceleme sonucundaki görünümü ile Şekil 2.2’de gösterilmiştir. Bölgelerin karakteristikleri, yüzeyin nitrürleme sonucunda sahip olacağı fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikleri belirlemektedir. Bileşke tabakanın ‘beyaz tabaka’ olarak adlandırılmasının nedeni, nitrürleşmiş bölge kesitinde nital çözeltisi ile yapılan dağlama işlemi sonucunda bileşke tabakanın ayrıktan etkilenmemesi ve metal ışık mikroskopunda beyaz renkte gözükmesidir. Bu sonuç ayrıca bileşke tabakanın kimyasal direncinin yüksek olduğunu da göstermektedir.



Şekil 2.1. Çelik yüzeyindeki nitrürleşmiş bölgenin şematik olarak gösterimi [6]



Şekil 2.2. Gaz nitrürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrürleşmiş bölgenin 100x büyütmedeki mikroyapı görüntüsü (% 3 nital) [7]

İşlem için gerekli azotun elde edileceği ortam, gaz, plazma ya da sıvı ortamı olabilmektedir. Her ortamın kendine özel uygulama teknikleri ve şartları mevcuttur. Böylece işlemin gerçekleştirildiği ortamlar farklı nitrürleme yöntemlerinin oluşmasını sağlamaktadır. Bu yöntemler kısaca aşağıdaki gibidir.

- 1) Plazma Nitrürleme (Plazma Ortam)
- 2) Tuz Banyosunda Nitrürleme (Sıvı Ortam)
- 3) Gaz Nitrürleme (Gaz Ortam) (Geleneksel gaz nitrürleme, Akışkan yataklı fırınlarda gaz nitrürleme, K_N kontrollü gaz nitrürleme)

Nitrürleme yöntemleri ve işlem kontrol teknolojilerinin farklılaşması dışında işlemin prensibinde getirdiği başlıca ortak avantajlar aşağıdaki gibidir.

- 1) Yüksek yüzey sertliği
- 2) Yüzey yorulma dayanımının iyileştirilmesi
- 3) Sürtünme yapışmasının azaltılması
- 4) Abrasif ve adhezif aşınma dayanımının iyileştirilmesi
- 5) Yüzeyde elde edilen düşük sürtünme katsayısı
- 6) Korozyon dayanımının iyileştirilmesi
- 7) Nitrürleme sıcaklığına kadar olan çalışma sıcaklıklarında, yüzeydeki dayanım değerlerinin korunması ve sertlik düşüş etkisine karşı olan dayanım
- 8) İşlem sonrası boyutsal kararlılığın sağlanması
- 9) İşlemin devamında yapılan oksidasyon işlemi ile korozyon dayanımı çok yüksek tabakalar elde edilmesi

Yukarıda tanımlanan ortak faydalar dışında, nitrürleyici ortam ve ortamda gerçekleştirilen ısı işlemin kontrol edilmesi için kullanılan teknoloji ve ekipmanlar, nitrürleme yöntemlerinin birbirleri üzerinde avantaj ve dezavantajlarının oluşmasına neden olmuştur. Yöntemler arasında yapılan karşılaştırmalar Tablo 2.1-2'de gösterilmiştir.

Tablo 2.1. Nitrürleme yöntemlerinin avantajları ve dezavantajları [9, 12]

Nitrürleme Yöntemi	Avantajlar	Dezavantajlar
Tuz Banyosunda Nitrürleme	<ul style="list-style-type: none"> Hızlı ısıtma ve hızlı işlem Düşük alaşım ve düşük karbonlu çeliklerde özellikleri iyi nitrürlenmiş tabakaların oluşumu 	<ul style="list-style-type: none"> Proses kontrolünün yapılamaması İşlemin sadece yüksek sıcaklıklara kadar ısıtılabilen ve bu sıcaklıklarda çekirdek sertliğini kaybetmeyen çeliklerle sınırlı olması Sadece kısa işlem sürelerinde gerçekleştirilebilmesi İşlemden sonra parçaların yüzeyinde kalan korozyon oluşturucaı tuzlardan tamamen arındırılması-temizlenmesi Sağlık ve çevre şartlarına zararlı bir işlem olması İşlemden sonra çıkan atığın bertaraf zorluğu
Plazma Nitrürleme	<ul style="list-style-type: none"> Nitrürlenmesi istenmeyen bölgelerin mekanik maskeleme yöntemleri ile korunabilmesi Yüzey aktivasyonunun kolay sağlanması Düşük nitrürleme işlem sıcaklıklarının mümkün olması 	<ul style="list-style-type: none"> Atmosfer içerisindeki sıcaklığın ölçümünün ve homojen dağılımının zor olması Aşırı ısıtma problemi Nitrürleme sonuçlarının tekrarlanabilirliğinin, ısıtma işlem fırını içerisindeki parçaların dizilimine ve dizaynına bağlı olması İyi eğitilmiş ve tecrübeli operatör gereksinimi
Akışkan Yataklı Fırınlarda Gaz Nitrürleme	<ul style="list-style-type: none"> Hızlı ısıtma ve soğutmanın mümkün olması 	<ul style="list-style-type: none"> Gaz tüketiminin fazla olması Proses kontrol parametresinin amonyağın ayrışma yüzdesi olması
Geleneksel Gaz Nitrürleme	<ul style="list-style-type: none"> Sementasyon ile karşılaştırıldığında, işlemin düşük sıcaklık avantajı Basit ve maliyeti düşük kontrol teknikleri 	<ul style="list-style-type: none"> Proses kontrol parametresinin amonyağın ayrışma yüzdesi olması Ayrışma yüzdesi üzerinden yapılan kontrol ile beyaz tabaka ve difüzyon bölgesindeki özelliklerin kontrol edilemeyeceği Çoğunlukla işlemden sonra oluşan kırılmalı beyaz tabakanın mekanik işlemler ile kaldırılma gereksinimi Nitrürlenmeyen bölgenin bakır kaplanması ya da nitrülemeye engel olan özel kimyasallar ile boyanması Paslanmaz çeliğin nitrürlenmesinde özel aktivasyon yöntemlerinin gereksinimi
K_N Kontrollü Gaz Nitrürleme	<ul style="list-style-type: none"> İşlemin kolay uygulanabilir olması Proses kontrol parametresinin malzeme yüzeyindeki azot konsantrasyonu ile direkt ilgili olan termodinamik parametre 'K_N' - Nitrürleme potansiyeli olması Beyaz tabaka kalınlığının, faz içerik yüzdesinin kontrolü Parça geometrisinden bağımsız tüm bölgelerde homojen tabaka oluşumu Son yüzey işleme gereksinim duyulmaması 	<ul style="list-style-type: none"> Nitrürlenmeyen bölgenin bakır kaplanması ya da nitrülemeye engel olan özel kimyasallar ile boyanması Paslanmaz çeliğin nitrürlenmesinde özel aktivasyon yöntemlerinin gereksinimi

Tablo 2.2. Nitrürleme yöntemlerinin teknolojik ve uygulanabilirlik açısından karşılaştırması [13]

İşlem Özellikleri	K _N Kontrollü Gaz Nitrürleme	Geleneksel Gaz Nitrürleme	Tuz Banyosunda Nitrürleme	Plazma Nitrürleme
İşlem Öncesi Parça Temizliği	Hassas	Hassas	Hassas değil	Çok hassas
İşlem Sonrası Parça Temizliği	Gerekli değil	Gerekli değil	Gerekli	Gerekli değil
Isıtma Süresi	Kısa	Kısa	Çok kısa	Uzun
Parçaların Dizilimi	Basit/Kolay	Basit/Kolay	Basit/Kolay	Deneyim gerekli
Paslanmaz Çeliklerin Nitrürlenmesi	Mümkün	Mümkün değil	Mümkün değil	Mümkün
İşlem Ekipmanlarının Kullanımı	Çok kolay/Otomatik sistem	Kısmen kolay	Kolay	Karışık ve tecrübe gerektirir
Sıcaklık Kontrolü ve Homojenizasyonu	Mükemmel	İyi	İyi	Zor ve yetersiz
Nitrürleme Potansiyelinin Kontrolü	Mevcut	Yok	Yok	Yok
% ε ve % γ Kontrolü	Mümkün	Yok	Yok	Mümkün
Beyaz Tabakasız Nitrürleme	Mümkün	Mümkün değil	Mümkün değil	Mümkün
Pürüzlülük Kontrolü	Mümkün	Mümkün değil	Mümkün değil	Mümkün
Sonuçların Tekrarlanabilirliği	Mükemmel	Mümkün	Mümkün	Mümkün
Ekipman Bakımı	Basit	Kısmen karmaşık	Karmaşık	Çok karmaşık
İşlemin Oluşturduğu Çevre Kirliliği	Çok düşük	Yüksek	Çok yüksek	Çok düşük

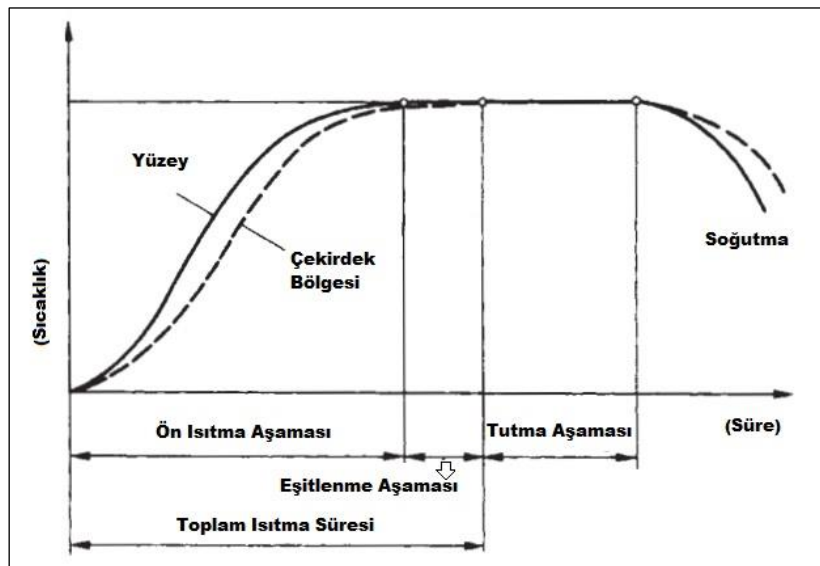
Tablo 2.1 ve Tablo 2.2’de belirtilen farklılıklar, malzeme yüzeyine kazandırılmak istenen mühendislik özelliklerinde sürekli bir iyileştirme girişiminin olduğunu göstermektedir. Nitrürlemenin iyi anlaşılması ve işlem parametrelerinin doğru bir şekilde kontrol edilmesi, düşük maliyetli uygulamaların ve tekrarlanabilir metalurjik sonuçlara sahip ısıtma işlemlerinin oluşumunu mümkün kılmaktadır.

BÖLÜM 3. GAZ NİTRÜRLEME

3.1. Gaz Nitrürlemeye Giriş

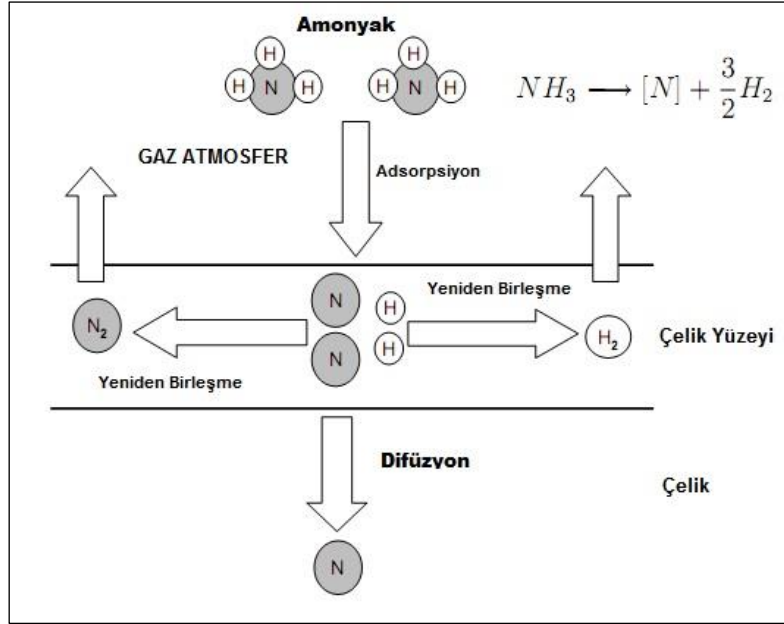
Geleneksel gaz nitrürlemenin ilk olarak endüstriyel alana girişi Machlet ve Fry'ın α demiri üzerinde amonyak atmosferinde yapmış oldukları çalışmalarla başlamıştır. Günümüzde hala en yaygın ve en popüler yöntem olarak bilinen gaz nitrürleme ile özellikle nitrürlenebilen çelikler üzerinde yapılan işlemlerden sonra boyutsal deformasyonun minimuma indirildiği, aşınma ve yorulma direncinin artırıldığı, işlem süreleri 120 saate kadar varan ısıl işlem prosesleri oluşturulmuştur [2].

Gaz nitrürleme işlemi, demir bazlı alaşımları azot içerikli gaz atmosferinde A_1 dönüşüm hattı sıcaklığı altındaki uygun sıcaklıklarda belirli sürede tutarak ısıl işleme tabi tutmak olarak tanımlanmaktadır (Şekil 3.1). İşlemin pratik olarak gerçekleştirildiği sıcaklık aralığı $495\text{ }^{\circ}\text{C}$ ila $565\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'dir. Nitrürleyici atmosfer olarak amonyak gazı kullanılmaktadır.



Şekil 3.1. Gaz nitrürleme işlem prosedürünün şematik olarak sunumu [3]

İşlemin temel prensibi, sıcaklık ve metal yüzeyinin katalizör etkisi ile ayrışmaya başlayan amonyağın sağladığı atomik azotun çelik yüzeyine difüzyonu ile yüzey sertleştirme işleminin yapılmasıdır (Şekil 3.2).



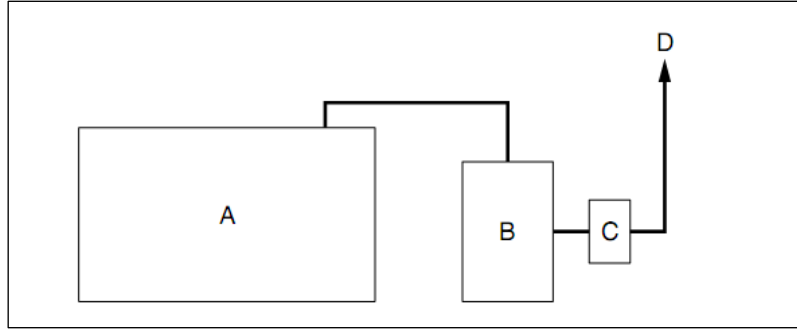
Şekil 3.2. Amonyakın çelik yüzeyinde ayrışmasının şematik olarak gösterimi [4]

Gaz nitrüleme işleminin temel kontrol parametreleri aşağıdaki gibidir.

- 1) İşlem sıcaklığı
- 2) Amonyak % ayrışma oranı (Geleneksel gaz nitrüleme)
- 3) K_N -nitrüleme potansiyeli (Modern gaz nitrüleme)
- 4) İşlem süresi
- 5) Isıl işlem fırınına beslenen gazların debisi

Yüzeyde oluşacak ayrışma ile ortaya çıkan atomik azot ortamın nitrüleme kabiliyetini ifade etmektedir. İşlem sırasında ayrışma oranının yüksek olması aynı zamanda atmosfer içerisinde ayrışacak amonyağın az olması anlamına gelmektedir. Dolayısıyla ayrışma yüzdesi yüksek olan nitrüleyici atmosfer, nitrüleme kabiliyeti düşük, ayrışma yüzdesi düşük olan nitrüleyici atmosfer ise nitrüleme kabiliyeti yüksek bir gaz ortamının oluşmasını sağlamaktadır.

Atomik azotun, işlemin teorik olarak gerçekleştirildiği sıcaklık aralığında demir kafesinde çözünürlüğü düşük ve difüzyon hızı yavaştır. Minimum 500 °C olarak seçilecek işlem sıcaklığı, işlemin verimli olarak uygulanabilirliğini sağlayacak difüzyon hızının oluşması için gerekli ekonomik sıcaklık olarak tanımlanmıştır [1].



Şekil 3.3. Amonyak gazının kullanıldığı nitrürleme sisteminin basit şematik gösterimi A: amonyak kaynağı, B: gaz nitrürleme fırını, C: gaz ayrışma testi, D: atmosfere çıkış [1]

3.1.1. Gaz nitrürleme fırınları

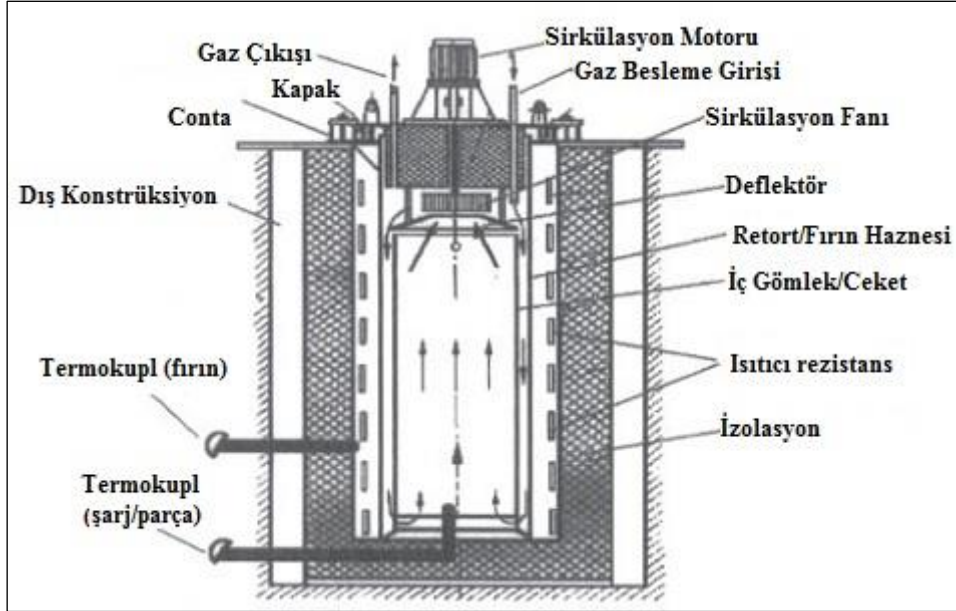
Gaz nitrürleme fırınları, işlemin bulunuşundan mevcut zamana kadarki dönemde nitrürlenecek parça özelliklerine ve işlem şartlarına göre değişken şekillerde ve kapasitelerde üretilmiştir. Genel olarak kullanılan tipler aşağıdaki gibidir.

- 1) Kuyu tipi gaz nitrürleme fırını
- 2) Yatay tip gaz nitrürleme fırını
- 3) Akışkan yataklı gaz nitrürleme fırını
- 4) Sürekli-kamara tipi gaz nitrürleme fırını

Yukarıdaki ısı işlem fırınlarının nitrürleme işlemini verimli olarak gerçekleştirebilmesi için sahip olması gereken ortak özellikler aşağıdaki gibidir.

- 1) Gazın yeterli sirkülasyonu ve ısı işlem fırınındaki sızdırmazlık
- 2) Isıtma ve soğutma işlemindeki verimlilik
- 3) Kontrol edilen parametrelerin kararlılığı
- 4) Düşük maliyetli üretim ve kurulum
- 5) Parça özelliklerine göre kullanılabilirlik

Yukarıda bahsedilen özelliklere sahip olan ısıtma işlem fırınları, parçaların yüklenme şekli, ısıtma-soğutma yöntemi ve nitrürlenecek parçanın özelliklerine göre değişkenlik göstermektedir. Endüstriyel alanda en çok kullanılan tiplerden biri olan kuyu tipi gaz nitrüleme fırını Şekil 3.4’te gösterilmiştir [9].



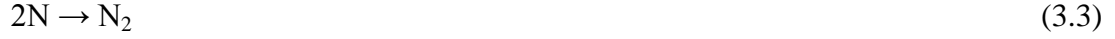
Şekil 3.4. Kuyu tipi gaz nitrüleme fırınının şematik olarak gösterimi [9].

3.1.2. Amonyakın ayrışması ve ayrışmanın ölçümü

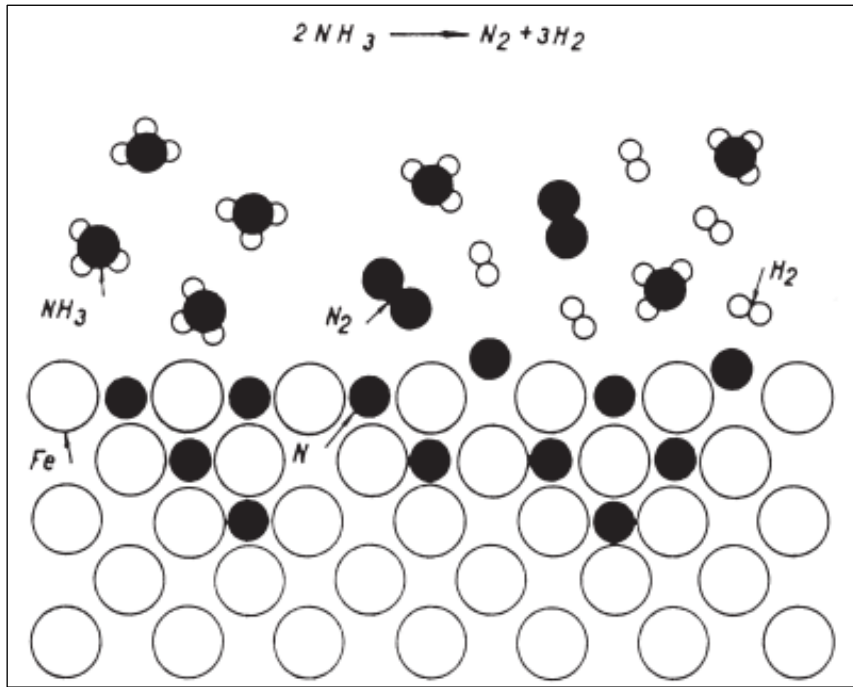
Amonyak, formülü NH_3 olan bir azot ve üç hidrojen atomundan oluşan renksiz ve keskin kokuya sahip bir gazdır. Molekülleri polar olduğundan su içerisinde yüksek oranda çözünmektedir.

Metalurji uygulamalarında kullanılan amonyak, susuz amonyak olarak bilinmektedir. İşlemden önce amonyakın iki önemli görevi vardır. Bunlardan birincisi, ısıtma işlemi sırasında koruyucu atmosfer görevi görmek, ikincisi ise karbonitrüleme ve nitrüleme işlemlerinde azot rezervi görevi görmektir. Metalurjik işlemlerde kullanılan amonyakın kalite sınıfı yüksek olmak zorundadır. Gaz içeriğindeki minimum amonyak oranı % 99,99, maksimum su içeriği 33 ppm ve maksimum yağ içeriği 2 ppm olması gerekmektedir [14].

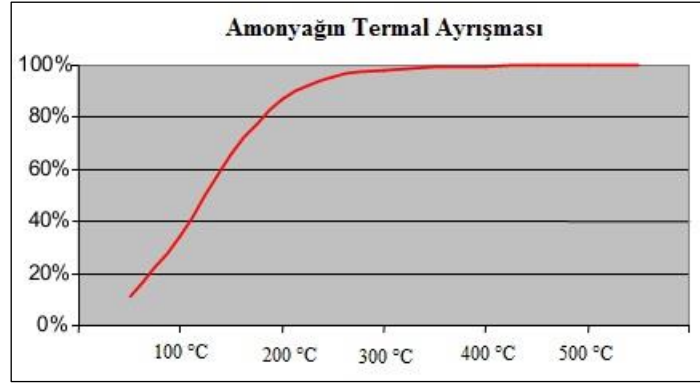
Amonyanın çelik yüzeyinde ayrışmaya başlaması ile birlikte, yüzeyde aşağıdaki reaksiyonlar gerçekleşmektedir. Ayrışma, fırın iç haznesi ve nitrülenecek çelik yüzeyindeki atomların bağ enerjileri sayesinde gerçekleşmektedir [15].



Eşitlik 3.2’de gösterilen atomik hidrojen ve azot kararlı halde olmayıp Eşitlik 3.3-3.4’te gösterildiği üzere moleküler hale geçme eğilimindedir. Ayrışma sonucunda meydana gelen reaksiyonlar çelik yüzeyinde tekrarlı olarak gerçekleşirken atomik azotun çelik yüzeyinden difüzyonu gerçekleşir (Şekil 3.5) [1].

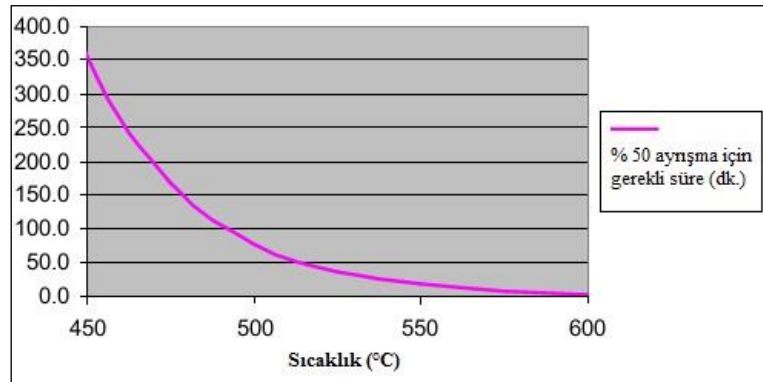


Şekil 3.5. Çelik yüzeyinde gerçekleşen azot difüzyonunun şematik olarak gösterilmesi [1]



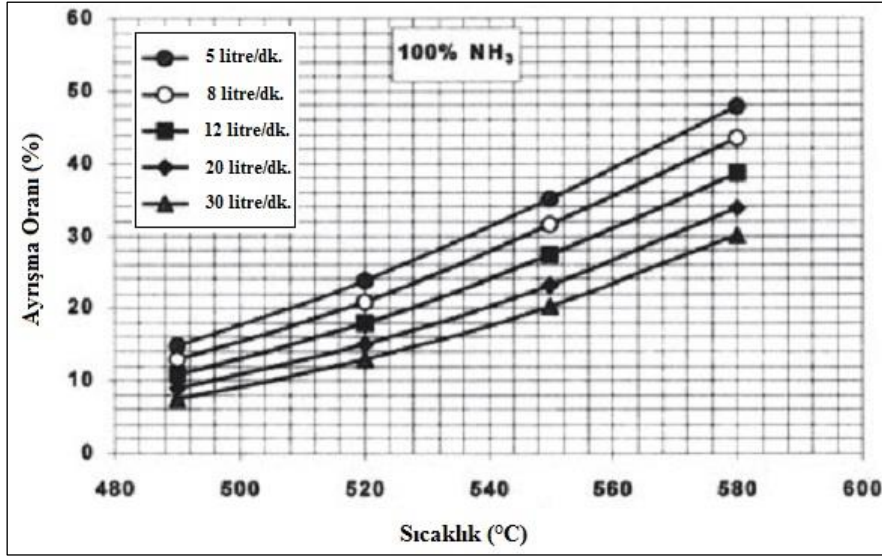
Şekil 3.6. Amonyanın termal ayrışması [16]

Şekil 3.6'ya göre, 260 °C sıcaklıkta amonyanın tamamına yakınının ayrılmış olduğu görülmektedir. Gaz nitrürleme işleminde istenilen sonuçları elde etmek için atmosfer içerisinde istenilen oranlarda ayrılmamış amonyak olması gerekmektedir. Belirtilen sıcaklıkta gazın tamamen ayrışması mümkün gözükse de ayrışma işlemi hemen gerçekleşmemektedir. İstenilen ayrışma oranına ulaşılması, işlem gören malzemenin yüzey alanına, sisteme sürekli beslenen gaz miktarına ve işlem sıcaklığına bağlı olarak belirli bir zaman sonrası gerçekleşmektedir [16].



Şekil 3.7. Amonyanın termal ayrışma hızının sıcaklığa bağlı fonksiyonu [16]

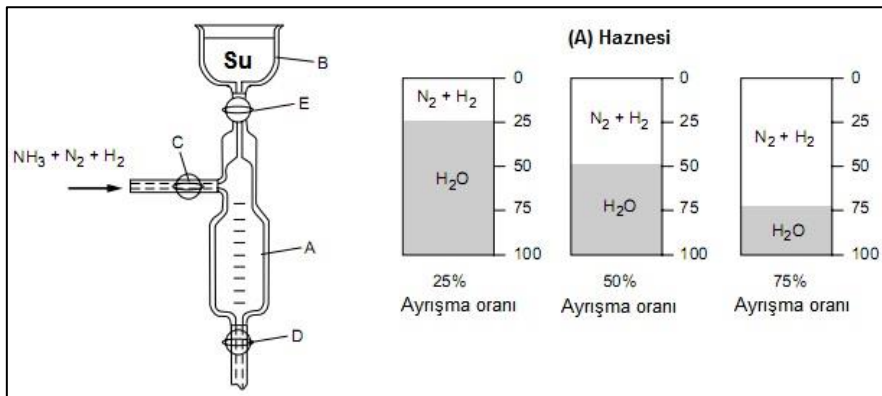
Şekil 3.7'ye göre belirli ve sabit bir yüzey alanı için atmosfer içerisindeki amonyanın % 50'sinin ayrışması için geçen süre 510 °C'de bir buçuk saat iken, 570 °C'de 8 dakikadır. Nitrürleyici atmosfer içerisinde amonyanın ayrışma oranını istenilen oranda tutmak için, sisteme sürekli olarak saf amonyak ilave edilmeli ve ayrışma bu şekilde dengelenmelidir [16]. Şekil 3.8'de sisteme farklı debilerde beslenen amonyak gazının sıcaklığın fonksiyonu olarak ayrılmaya etkisi gösterilmiştir [9].



Şekil 3.8. Değişken sıcaklıklardaki gaz debilerinin amonyak ayrışması üzerindeki etkisi (Orta büyüklükte kuyu tipi gaz nitrülleme fırını) [9]

Nitrülleme işlemi sırasında fırın atmosferine beslenen amonyak, katalizör görevi gören fırın iç haznesi ve parça yüzeyi üzerinde ayrışmakta ve fırın atmosferinden dışarı atılmaktadır. Fırın atmosferinden çıkan gaz karışımı NH₃, H₂, ve N₂ gazlarından oluşmaktadır. Belirtilen gazlar içerisinde sadece amonyak su içerisinde çözünebilmektedir. Su, kendi hacminin 70 katı büyüklüğündeki amonyak gazını bünyesinde çözüdürebilmektedir.

Atmosferdeki ayrışma oranı ölçümü, amonyağın su içerisinde çözünebilirlik özelliği kullanılarak Şekil 3.9'da gösterilen büret sistemi yardımı ile yapılmaktadır.



Şekil 3.9. Amonyak ayrışma yüzdesinin ayrışma büreti ile ölçümünün şematik olarak gösterilmesi [1]

A bölmesindeki farklı ayrışma oranlarının bölme içerisinde nasıl tespit edildiğini gösteren örnekler Şekil 3.9'da gösterilmiştir. Ayrışma analizi yapılmak istendiğinde, öncelikle C ve sonra D kapağı açılır. Böylelikle analizi yapılmak istenen gaz içeri alınır. A bölmesindeki hava tamamen boşaltılıp yerine gaz karışımı doldurulduktan sonra kapaklar kapatılır ve E kapağı açılır. Su, gaz karışımı içerisindeki amonyağı çözüdüreceği için A bölmesindeki suyun kapladığı hacme istinaden bürette okunan değer, ayrışmamış amonyak yüzdesi olarak değerlendirilir ve ayrışma oranı tespit edilir [1].

$$\text{Ayrışma Oranı (\%)} = \frac{[100 - \% \text{NH}_3(\text{ölçülen})]}{100} \quad (3.5)$$

$$\text{Ayrışma Oranı (\%)} = \frac{[100 - \% \text{NH}_3(\text{ölçülen})]}{[100 + \% \text{NH}_3(\text{ölçülen})]} \quad (3.6)$$

Eşitlik 3.5 ve 3.6'da gösterilen formüllere istinaden ölçülen amonyak yüzdesi üzerinden iki şekilde hesaplama yapılmaktadır. Eşitlik 3.5, pratik olarak kullanılan hesaplama yöntemi olup diğer eşitlik daha bilimsel bir yaklaşım olarak kabul edilmektedir [16]. Nitrürleyici atmosfere harici olarak H₂ ya da N₂ beslemesi yapıldığında ayrışmanın hesaplanabilmesi için ilave edilen gazların miktarları dikkate alınmalıdır [3].

Bahsedilen yöntem ile yapılan nitrürlemede proses kontrolünün hassas olmayışı, yüzeyde oluşan beyaz tabakanın ağırlıkça % 11'e varan azot içeriğine sahip olmasına neden olmaktadır. Dolayısıyla malzeme yüzeyinde kırılğan ve pürüzlü yapıya sahip bir beyaz tabaka oluşmaktadır [10].

3.1.3. Gaz nitrürleme işlemi ile sertleştirilen çelikler

Alüminyum, krom, vanadyum, tungsten ve molibden alaşımlarını içeren ticari çeliklerin büyük bir kısmı nitrürleme işlemine tabi tutulabilmektedir. Nikel, bakır, silisyum ve mangan gibi alaşım elementlerinin nitrürlenebilmeyi geliştirici önemli bir etkisi bulunmamaktadır [8].

Nitrürleme işlemi öncesinde en önemli konulardan biri de çelik seçimidir. Seçilen çelik, alaşım elementi içeriği ve uygulama şartları göz önünde bulundurularak seçilmiş, nitrürleme işleminden sonra yeterli metalurjik sonuçları veren uygun maliyetli bir malzeme olmalıdır. Malzemenin işlenebilirliği de dikkat edilmesi gereken konulardan biridir [1].

3.1.3.1. Alaşımli ve alaşımsız çelikler

Endüstriyel alanda üretimleri gerçekleştirilen çeliklerin büyük bir bölümü gaz nitrürleme yöntemi kullanılarak ısıl işlem yapılmakta ve yüzey özellikleri geliştirilebilmektedir. Aşağıda tanımlanan gruplar, gaz nitrürleme yöntemi ile sertleştirilebilen çelikler olarak ifade edilmektedir [8].

- 1) Karbon çelikleri (AISI 1000 serisi çelikler)
- 2) % 1 alüminyum içerikli Nitralloy gurubu çelikler ve Al içerikli düşük alaşımli çelikler
- 3) Orta karbonlu, Cr içerikli düşük alaşımli çelikler AISI (4100, 4300, 5100, 6100, 8600, 8700 ve 9800 serileri)
- 4) Cr içerikli sıcak iş takım çelikleri (H11, H12, H13)
- 5) Havada sertleşebilen takım çelikleri (A-2, A-6, D-2, D-3, S-7)
- 6) Yüksek hız takım çelikleri (M-2, M-4)
- 7) AISI 200-300 serisi ostenitik paslanmaz çelikler
- 8) AISI 400 serisi martenzitik paslanmaz çelikler
- 9) Çökelti sertleştirilmesi ile sertleştirilebilen çelikler (13-8 PH, 15-5 PH, 17-4 PH, 17-7 PH, A-286, AM350, AM355)

Yaygın olarak gaz nitrürleme ile serleştirilen çelikler ve işlem sonrası elde edilen yüzey sertlikleri Tablo 3.1’de gösterilmiştir.

Tablo 3.1. Gaz nitrüleme yöntemi ile sertleştirilen çelikler [19]

AISI Normu	EN Normu	Temel Alaşım Elementi İçerikleri [%]	Çekirdek Sertliği (HV/HRC)	Yüzey Sertliği (HV ₁)
A. Nitrüleme Çelikleri				
N135M	38CrAlMo7	C=0,38 Cr=1,70 Mo=0,30 Al=1	350 / 36	1190-1290
Nitralloy N		C=0,35 Cr=1,15 Ni=3,50 Mo=0,25	350 / 36	1100-1200
	34CrAlNi7-10	C=0,34 Cr=1,70 Ni=1 Al=1	350 / 36	1190-1290
	42CrMoV12	C=0,42 Cr=3 Mo=1,20 V=0,20	490 / 48	1050-1150
	31CrMo12	C=0,32 Cr=3 Mo=0,40	320 / 32	870-920
	30CrMoV9	C=0,30 Cr=2,50 Mo=0,20 V=0,15	320 / 32	900-930
	25CrMo20	C=0,25 Cr=6 Mo=0,20	280 / 27	1000-1100
B. Islah Çelikleri				
4130	30CrMo4	C=0,30 Cr=1 Ni=3,50 Mo=0,20	300 / 30	640-680
4140	42CrMo4	C=0,40 Cr=1 Mn=0,90 Mo=0,20	300 / 30	650-700
4340		C=0,40 Cr=0,80 Ni=1,80 Mo=0,25	310 / 31	650-700
	30NiCrMo12	C=0,30 Cr=0,80 Ni=2,80 Mo=0,12	310 / 31	600-650
	35NiCrMo15	C=0,35 Cr=1,70 Ni=3,80 Mo=0,15	330 / 33	800-850
C. Karbon Çelikleri				
1010	C10	C=0,10 Mn=0,50	160	320-380
1020	C20	C=0,20 Mn=0,50	180	320-380
1030	C30	C=0,30 Mn=0,70	180	380-420
1045	C45	C=0,45 Mn=0,70	200	420-470
1060	C60	C=0,60 Mn=0,70	250 / 22	525
D. Sementasyon Çelikleri				
5115	16MnCr5	C=0,15 Cr=0,80 Mn=0,90	180	660-720
	20MnCr5	C=0,20 Cr=1,15 Mn=1,30	240 / 21	750-800
8620		C=0,20 Cr=0,50 Ni=0,60 Mo=0,20	190	500-520
	18NiCrMo5	C=0,18 Cr=0,90 Mn=0,80 Ni=1,30 Mo=0,25	210	700-750
E. Takım Çelikleri				
D2		C=1,50 Cr=12 Mo=1 V=1,10 Co=1	580 / 54	1270-1370
	X150CrMo12	C=1,50 Cr=12 Mo=0,80	580 / 54	1270-1370
H13	AFNOR Z40	C=0,40 Cr=5,20 Mo=1,50 V=1	480 / 48	1150-1280
	X38CrMoV5-1	C=0,40 Cr=5,20 Mo=1,10 V=0,40	480 / 48	1180-1280
	40CrMnMo7	C=0,40 Cr=2 Mo=0,20 Mn=1,50	340 / 34	870-930
M7	DIN 1.3348	C=1 Cr=3,80 Mo=9 V=2 W=1,80	787 / 63	1100
M42	DIN 1.3247	C=1,10 Cr=3,90 Mo=9,50 W=1,5 V=1,10 Co=8	865 / 66	1100
F. Paslanmaz Çelikler				
	X5CrNiMo18-10	C=0,07 Cr=18 Ni=10 Mo=2	230	1150-1250
316L	X2CrNiMo18-10	C=0,03 Cr=18 Ni=12 Mo=2	230	1150-1250
440B	X90CrMoV18	C=0,9 Cr=17 Mn=1 Si=1 Mo=0,75	420 / 43	1200-1350
17-4 PH		C=0,07 Cr=16 Mn=1 Si=1 Ni=4 Cu=4 Nb=0,30	300 / 30	950-1100

3.1.3.2. Nitrürleme çelikleri

Nitrürleme çelikleri, içeriğinde nitrür yapıcı alaşım elementlerinin belirli oranlarda bulunduğu, yüzey sertleşebilirliklerinin iyileştirilmesi ve optimize edilmesi için uygulama ihtiyacına göre özel olarak üretilmiş çelikler olarak tanımlanmaktadır [9]. Geçmiş dönemde Adolph Fry'nin başlattığı çalışmalar ile birlikte ilk olarak üretilen Nitralloy grubu nitrürleme çelikleri, devam eden süreçte diğer çelik üreticilerin dikkatini çekmiş ve farklı standartlarda nitrürleme çeliklerinin üretilmesini mümkün kılmıştır [1]. Alüminyum elementinin nitrürleme işlemine olumlu yönde tepki vermesi ve yüzey sertliğinde yüksek oranda artışa neden olması sonucunda ilk olarak tüm tiplerinde % 1 oranında Al içeren Nitralloy isimli çelik grubunun üretimine başlanmıştır (Tablo 3.2).

Tablo 3.2. Gaz nitrürleme yöntemi ile sertleştirilen Nitralloy çelikleri ve alaşım içerikleri [18]

Nitralloy Çelikleri	Alaşım Elementi İçeriği [%]								Ostenitleme Sıcaklığı [°C]	Meneviş Sıcaklığı [°C]
	Tip	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Al		
G	0,35	0,55	0,30	1,20	-	0,20	1,00	-	955	565-705
135M	0,42	0,55	0,30	1,60	-	0,38	1,00	-	955	565-705
N	0,24	0,55	0,30	1,15	3,50	0,25	1,00	-	900	650-675
EZ	0,35	0,80	0,30	1,25	-	0,20	1,00	0,20	955	565-705

İngiliz standardı nitrürleme çelikleri Tablo 3.3'te gösterilmiştir.

Tablo 3.3. İngiliz standardı nitrürleme çelikleri [12]

Nitrürleme Çelikleri (Tip)	Alaşım Elementi İçeriği [%]								
	C	Si	Mn	P	Cr	Mo	Ni	V	Al
EN 40A	0,20-0,35	0,10-0,30	0,40-0,55	≤ 0,05	2,90-4,00	0,60-0,80	≤ 0,40	-	-
EN 40B	0,20-0,30	0,10-0,35	0,40-0,65	≤ 0,05	2,90-4,00	0,40-0,70	≤ 0,40	0,10-0,30	-
EN 40C	0,30-0,50	0,10-0,35	0,40-0,80	≤ 0,05	2,90-4,00	0,70-1,20	≤ 0,40	0,10-0,30	-
EN 41A	0,25-0,35	0,10-0,35	≤ 0,65	≤ 0,05	1,40-1,80	0,10-0,25	≤ 0,40	-	0,90-1,30
EN 41C	0,25-0,45	0,10-0,35	≤ 0,65	≤ 0,05	1,40-1,80	0,10-0,25	≤ 0,40	-	0,90-1,30

TS EN 10085 Avrupa ve Türk standardına göre üretimi yapılan nitrüleme çelikleri, Tablo 3.4'te gösterilmiştir.

Tablo 3.4. TS EN 10085 standardına göre üretimi yapılan nitrüleme çelikleri [60]

Kısa Gösteriliş		Alaşım Elementi İçeriği [%]									
Çelik İsmi	Çelik No.	C	Si	Mn	P	S	Al	Cr	Mo	Ni	V
24CrMo13-6	1.8516	0,20-0,27	≤ 0,40	0,40-0,70	≤ 0,25	≤ 0,035	-	3,00-3,50	0,50-0,70	-	-
31CrMo12	1.8515	0,28-0,35	≤ 0,40	0,40-0,70	≤ 0,25	≤ 0,035	-	2,80-3,30	0,30-0,50	-	-
32CrAlMo7-10	1.8505	0,28-0,35	≤ 0,40	0,40-0,70	≤ 0,25	≤ 0,035	0,80-1,20	1,50-1,80	0,20-0,40	-	-
31CrMoV9	1.8519	0,27-0,34	≤ 0,40	0,40-0,70	≤ 0,25	≤ 0,035	-	2,30-2,70	0,15-0,25	-	0,10-0,20
33CrMoV12-9	1.8522	0,29-0,36	≤ 0,40	0,40-0,70	≤ 0,25	≤ 0,035	-	2,80-3,30	0,70-1,00	-	0,15-0,25
34CrAlNi7-10	1.8550	0,30-0,37	≤ 0,40	0,40-0,70	≤ 0,25	≤ 0,035	0,80-1,20	1,50-1,80	0,15-0,25	0,85-1,15	-
41CrAlMo7-10	1.8509	0,38-0,45	≤ 0,40	0,40-0,70	≤ 0,25	≤ 0,035	0,80-1,20	1,50-1,80	0,20-0,35	-	-
40CrMoV13-9	1.8523	0,36-0,43	≤ 0,40	0,40-0,70	≤ 0,25	≤ 0,035	-	3,00-3,50	0,80-1,10	-	0,15-0,25
34CrAlMo5-10	1.8507	0,30-0,37	≤ 0,40	0,40-0,70	≤ 0,25	≤ 0,035	0,80-1,20	1,00-1,30	0,15-0,25	-	-

3.2. Gaz Nitrüleme Yöntemleri ve Proses Kontrol Teknolojileri

3.2.1. Kontrol parametresine göre yöntemler

Gaz atmosferinin nitrüleyebilme kabiliyetini temsil eden parametreye ve parametrenin kontrol metoduna göre farklılaşan yöntemler, aşağıdaki gibi iki genel gruba ayrılmaktadır.

- 1) Geleneksel gaz nitrüleme (Ayrışma oranı kontrol prensibi)
- 2) Potansiyel kontrollü gaz nitrüleme (K_N kontrol prensibi)

Yukarıda bahsedilen yöntemlerin birbirleri arasındaki temel farklılık, işlemde kullanılan amonyakın nitrüleyici ortama taşınma şekli, atmosfer içerisindeki ayrışmanın kontrol prensibi ve kontrol yöntemidir.

Azot difüzyonu, uygulanan nitrüleme yönteminden bağımsız olup tüm yöntemler için Adolf Fick tarafından formüle edilmiş temel difüzyon kanunlarına dayanmaktadır [9].

3.2.1.1. Geleneksel gaz nitrüleme yöntemi

Geleneksel gaz nitrüleme işleminde kontrol prensibi, gaz atmosferi içerisindeki amonyak ayrışma yüzdesinin belirlenmesidir. Sabit ya da değişken debilerde ısı işlem fırınına beslenen gaz karışımının fırından tahliyesi esnasındaki ayrışma yüzdesi tespit edilmekte ve istenilen ayrışma seviyesi elde edilinceye kadar sisteme beslenen amonyak ya da ilave gazların debilerinde değişiklikler yapılmaktadır. Endüstriyel alanda kullanımı devam eden bu yöntemde, debinin manuel vanalar ile kontrol edilmesi, istenen ayrışma oranında sabit kalınarak işleme devam edilmesini güçleştirmektedir. Sistemler bilgisayar kontrollü olsa bile, amonyak ayrışması üzerine yapılan ölçümler hassas bir işlem kontrolü sağlayamamaktadır. Özellikle nitrüleyici atmosfer içerisinde gaz karışımını seyreltmek ve nitrüleme aktifliğini düşürmek için ısı işlem ortamına beslenen nötr gazlar, aynı ayrışma oranları oluşturulsa bile, atmosferin farklı nitrüleme kabiliyetine sahip olmasına neden olmaktadır [9]. Ayrışma oranı analizi, nitrüleyici atmosferden büret yardımı ile alınan belli miktar gazın içerisindeki amonyak yüzdesinin tayin edilmesi ile yapılmaktadır. (Bkz. Şekil 3.9)

Akışkan yatak fırın sistemleri, hemen hemen tüm ısı işlemlerin gerçekleştirilebildiği ve benzeri olmayan metalurjik uygulama ekipmanları olarak bilinmektedir. Gaz nitrüleme işlemi de akışkan yataklı fırınlarda gerçekleştirilen ısı işlemlerden biridir ve işlemde atomik azot ihtiyacı amonyak gazı ile karşılanmaktadır [1]. Bu yöntemde de atmosferin nitrüleme kabiliyeti, amonyak ayrışma yüzdesi ile kontrol edilmektedir.

Günümüzde, endüstriyel alanda uygulanan gaz nitrüleme işlemleri amonyak, ayrılmış amonyak ve azot gazını birlikte içeren seyreltilmiş atmosfer şartlarında gerçekleştirilmektedir. Seyreltme yöntemi kullanılarak yapılan işlemlerde atmosferin kontrolü, ayrışma ölçümü ve gaz debisi ile yapıldığında her bir gazın nitrülenmiş

tabaka üzerindeki etkisi dikkate alınamamakta ve geleneksel yaklaşım yeterli olmamaktadır. Özellikle moleküler azot vb. seyreltici gaz kullanımını durumunda, farklı başlangıç amonyak ve seyreltici gaz oranları için aynı ayrışma oranları elde edilebilmektedir. Böyle bir durumda çelik yüzeyindeki azot konsantrasyonu değişken olmaktadır. Çelik yüzeyindeki azot konsantrasyonunun değişken olması ve sabit tutulamaması aynı ayrışma oranlarında farklı metalurjik özelliklere sahip beyaz tabakanın oluşmasına ve istenen işlem sonuçlarının elde edilememesine neden olmaktadır. Bu şekilde uygulanan işlemlerde nitrürleyici atmosferin, parçaların yüzeyinde istenmeyen özelliklerde gevrek ve kırılğan bir beyaz tabaka oluşturduğu gözlemlenmiştir. Beyaz tabakasız ya da belirli bir kalınlıkta beyaz tabaka ile nitrüleme derinliği fazla olan bir yüzeye sahip olması istenen parçalarda ise, işlemin uygulanabilirliği mümkün olmamaktadır [1, 9, 11].

3.2.1.2. K_N kontrollü gaz nitrüleme yöntemi

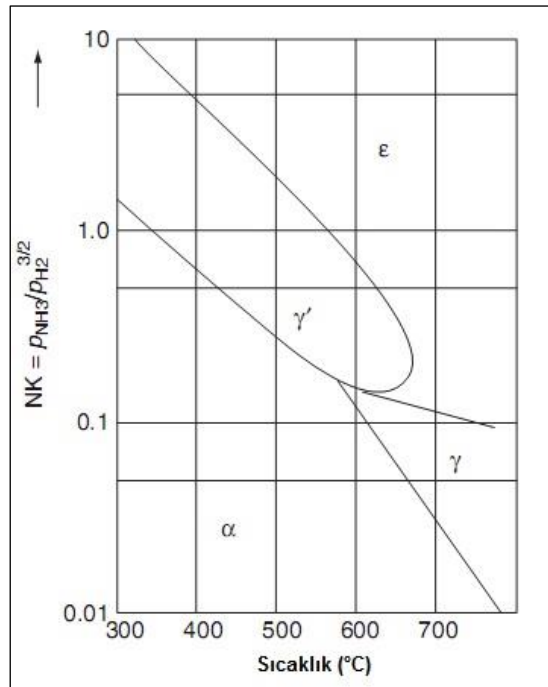
1980'li yılların sonundan itibaren endüstriyel gaz nitrüleme fırınları ve sistemlerinde kullanılmaya başlanan yöntem, nitrüleme potansiyeli, sıcaklık, süre başta olmak üzere ısı işleme etki eden tüm işlem parametrelerinin ölçümünü gerçekleştirmektedir. Parametrelerin değişimini ve birbiriyle olan ilişkisini kontrol eden sistem, aynı zamanda güvenlik önlemleri de içeren bütünleşmiş bir otomatik işlem kontrolünü mümkün kılmaktadır.

İşlem kontrol parametreleri: Modern yöntem olarak bilinen potansiyel kontrollü gaz nitrülemede proses kontrolü, saf amonyak ve ilave seyreltici gazların bulunduğu bir atmosferde ayrışma parametresinden farklı ve termodinamik bir parametre olan ' K_N ' ile yapılmaktadır. Bu termodinamik parametre, nitrüleme potansiyeli olarak ifade edilmekte ve gaz nitrüleme işleminin otomatik olarak kontrol edilebilmesini sağlamaktadır. Nitrüleme potansiyeli, Eşitlik 3.7'de gösterilen matematiksel formül ile elde edilmektedir.

$$K_N = \frac{p_{NH_3}}{(p_{H_2})^{3/2}} \quad (3.7)$$

Formülde gösterilen p_{NH_3} ve p_{H_2} , gaz atmosferi içerisindeki ayrılmamış amonyak ve ayrışma neticesinde ortamda bulunan hidrojen gazlarının kısmi basınçlarını göstermektedir. Ortamdaki azot aktifliğinin çelik yüzeyinde oluşturduğu termodinamik denge dikkate alındığında, nitrüleme potansiyeli ile yüzeydeki azot konsantrasyonu arasında direkt olarak bir bağıntı söz konusudur [9].

İşlem kontrolünün anlaşılması, Lehrer'in denge diyagramı ile ilişkilidir. Lehrer'in saf demir için değişken sıcaklıklarda yapmış olduğu termodinamik çalışmalar sonucunda, demir ile azotun oluşturmuş olduğu fazları ve fazlar arası sınırları, nitrüleme potansiyelinin ve işlem sıcaklığının fonksiyonu olarak tanımlayan temel diyagram Şekil 3.10'da gösterilmiştir. Lehrer diyagramı ile ilgili detaylı bilgi ilerleyen bölümlerde verilmiştir.



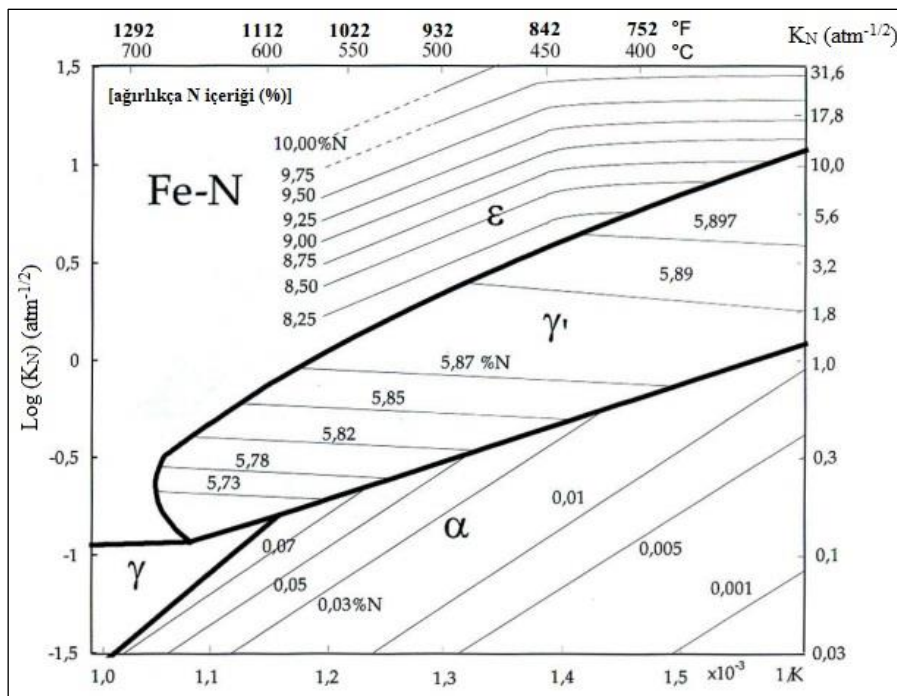
Şekil 3.10. Lehrer Diyagramı [2]

Belirli faz tiplerini istenilen oranda içeren ve aynı zamanda kırılğan olmayan bir beyaz tabaka ile belirli difüzyon derinliğine sahip bir nitrülenmiş yüzey elde etmek için, yüzeydeki denge azot konsantrasyonunun belirli limitler içerisinde olması gereklidir. Elde edilen beyaz tabaka kalınlığı ve difüzyon derinliği, aynı işlem parametreleri ile uygulanan gaz nitrüleme işlemi için aynı zamanda tekrarlanabilir bir sonuç olmak zorundadır. Ayrıca bazı uygulamalarda gerekli olan yüzey

pürüzlülük değerleri de tekrarlanabilir sonuçlar arasında yer alabilmektedir. Tüm bu gereksinimlerin sağlanması ve işlemin metalurjik sonuçlarının tekrar edilebilirliği, atmosfer-metal ara yüzeyinin termodinamiğini ve beyaz tabaka-difüzyon bölgesinin büyüme kinetiğini etkileyen başta nitrürleme potansiyeli olmak üzere sıcaklık, süre ve nitrürleyici atmosferi oluşturan gaz karışımının Lehrer diyagramı dikkate alınarak seçilmesi ile mümkündür [19].

İşlemin kontrol mantığı: metal-atmosfer ara yüzeyinde oluşan termodinamik bir dengenin varlığı ve kabulü ile açıklanmaktadır. Diğer bir ifade ile bu denge, metal yüzeyini saran gaz katmanının kimyasal potansiyelinin, yüzeyde katı fazda bulunan nitrür ya da demir kafesi içerisindeki arayer katı eriyik halinde bulunan azotun kendi potansiyeline eşit olduğu durumlarda oluşmaktadır [19].

Termodinamik denge oluştuğunda, sıcaklık ve nitrürleme potansiyeli parametreleri ile elde edilen kararlı metalik fazlar arasında direkt olarak bir ilişki mevcuttur. Bu ilişki, Lehrer diyagramının 'L. Maldnzinski' tarafından saf demir için yeniden düzenlemiş ve modernize edilmiş hali olan Fe-N diyagramı ile daha iyi anlaşılmaktadır (Şekil 3.11).



Şekil 3.11. Modernize edilmiş Lehrer diyagramı (L. Maldnzinski) [2]

Şekil 3.11'deki diyagrama göre, her faz bölgesinde sıcaklığa ve nitrürleme potansiyeline bağlı oluşan fazın cinsi ve içerdiği ağırlıkça azot yüzdesi tespit edilebilmektedir. Belirli bir sıcaklık için seçilen değişken K_N parametreleri, beyaz tabakada mevcut olan faz ya da fazları, bu fazların azot içeriğini, tabakanın büyüme hızını ve karakteristiğini belirlemektedir. Yüzeyde ulaşılmak istenen metalurjik özellikler, direkt olarak bu parametre ile bağlantılı olup teorik bir yaklaşım ile istenilen işlem sonuçlarına ulaşılmalarını mümkün kılmaktadır.

Nitrürleyici atmosfer özellikleri: K_N parametresi ile kontrol edilen nitrürleyici atmosfer, sadece amonyak ya da amonyak ile sisteme birlikte beslenen seyreltici gazlardan oluşmaktadır. İstenilen nitrürleme potansiyeline ulaşılması ve hassas bir şekilde kontrolü için çoğunlukla aşağıda belirtilen seyreltici gazlar kullanılmaktadır.

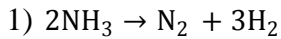
- 1) Moleküler azot (N_2)
- 2) Moleküler hidrojen (H_2)
- 3) Ayrışmış amonyak ($2NH_3 \rightarrow N_2 + 3H_2$)

Seyreltici gazların kullanılmasının nedeni, amonyağın termal ayrışma hızının çok yavaş olmasıdır. Düşük ayrışma yüzdelerinde yapılan nitrürleme işlemleri, kırılğan bir beyaz tabaka ve istenmeyen metalurjik sonuçların oluşmasına neden olmaktadır. Atmosferdeki nitrürleyici kabiliyeti tanımlayan ayrışmamış amonyak oranını azaltmak, diğer bir ifade ile atomik azot rezervi olan ayrışacak amonyak yüzdesini düşürmek, atmosferin nitrürleme kabiliyetini azaltmak anlamını taşımaktadır.

K_N kontrollü gaz nitrürleme sistemlerinde, düşük nitrürleme potansiyelleri için ihtiyaç duyulan yüksek ayrışma yüzdelerine ulaşılması, amonyağın ayrışması beklenmeden sisteme beslenen ayrışmış amonyak ile sağlanmaktadır. Böylelikle istenilen nitrürleme potansiyelinde çalışılması ve yüzeyde istenilen özellikteki bileşke tabakanın oluşturulması mümkün olmaktadır. Örneğin; $T: 500\text{ }^\circ\text{C}$ ve $K_N: 1$ olarak seçilen işlem parametrelerine istinaden, amonyağın bu sıcaklıkta yaklaşık olarak % 65'inin ayrışmış olması gereklidir. Belirtilen sıcaklıkta bu ayrışmaya ulaşmak çok zaman alacağından dolayı, sisteme dahil edilen ayrışmış amonyak,

gerekli metalurjik özellikler için seçilmiş nitrürleme potansiyeline hızlı bir şekilde ulaşılmasını sağlamaktadır.

K_N ile ayrışma yüzdesi arasındaki ilişki ve nitrürleme potansiyelinin hesaplanması: atmosfer içerisinde ayrışan amonyak ile nitrürleme potansiyeli arasında basit ve kimyasal tepkimeye dayalı bir ilişki söz konusudur. Nitrürleme potansiyelinin hesaplanması için kullanılan formül ile (Bkz. Eşitlik 3.7), amonyak gazının kimyasal ayrışma reaksiyonu sonucu elde edilen gazların mol katsayıları kullanılarak yapılan hesaplamada, istenilen ayrışma oranına karşılık gelen nitrürleme potansiyeli hesaplanabilmektedir. Örnek olarak; % 40 ayrışma oranına sahip bir atmosferin nitrürleme potansiyeli aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır. 'A₀' atmosfer içerisindeki ayrışma oranını temsil etmektedir.



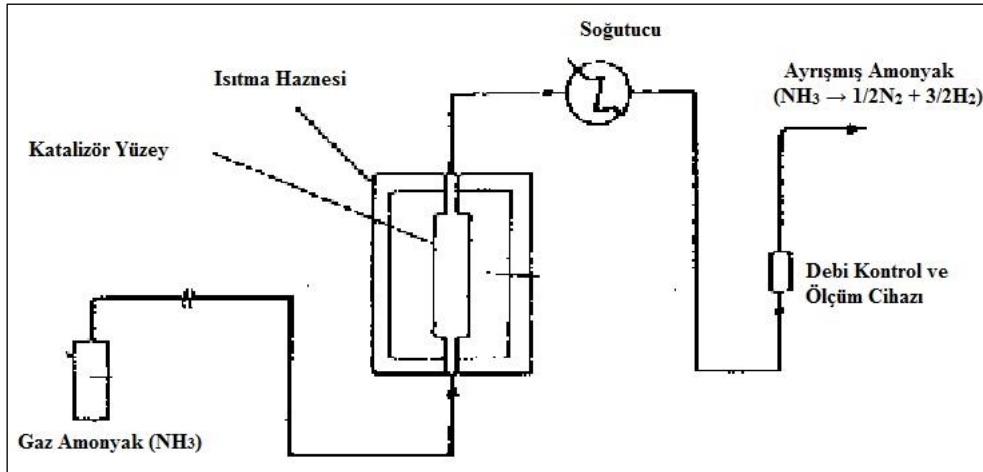
$$2) \text{H}_2 \text{ gazının kısmi basınç katsayısı} = 3/4$$

$$3) \% 40 \text{ ayrışma için } A_0 = 0,4$$

$$K_N = \frac{p_{\text{NH}_3}}{(p_{\text{H}_2})^{3/2}} = \frac{(1-A_0)}{(3/4 \times A_0)^{3/2}} = \frac{(1-0,4)}{(3/4 \times 0,4)^{3/2}} = 3,65 = \% 40 \text{ ayrışma}$$

Amonyakın ayrıştırılması: Amonyak gazı atmosfer seyreltici gaz olarak kullanılmak istendiğinde, 900 °C ila 980 °C arasındaki sıcaklıklarda demir ya da nikel katalizörlerin bulunduğu küçük bir ayrıştırma fırını içerisinde önceden ayrıştırılıp sisteme beslenebilir duruma getirilmektedir.

Ayrıştırılan atmosfer içeriği % 75 oranında H₂ ve % 25 oranında N₂ gazlarından oluşmaktadır. Amonyak ayrıştırıcısının basitleştirilmiş proses şeması Şekil 3.12'de gösterilmiştir [14].

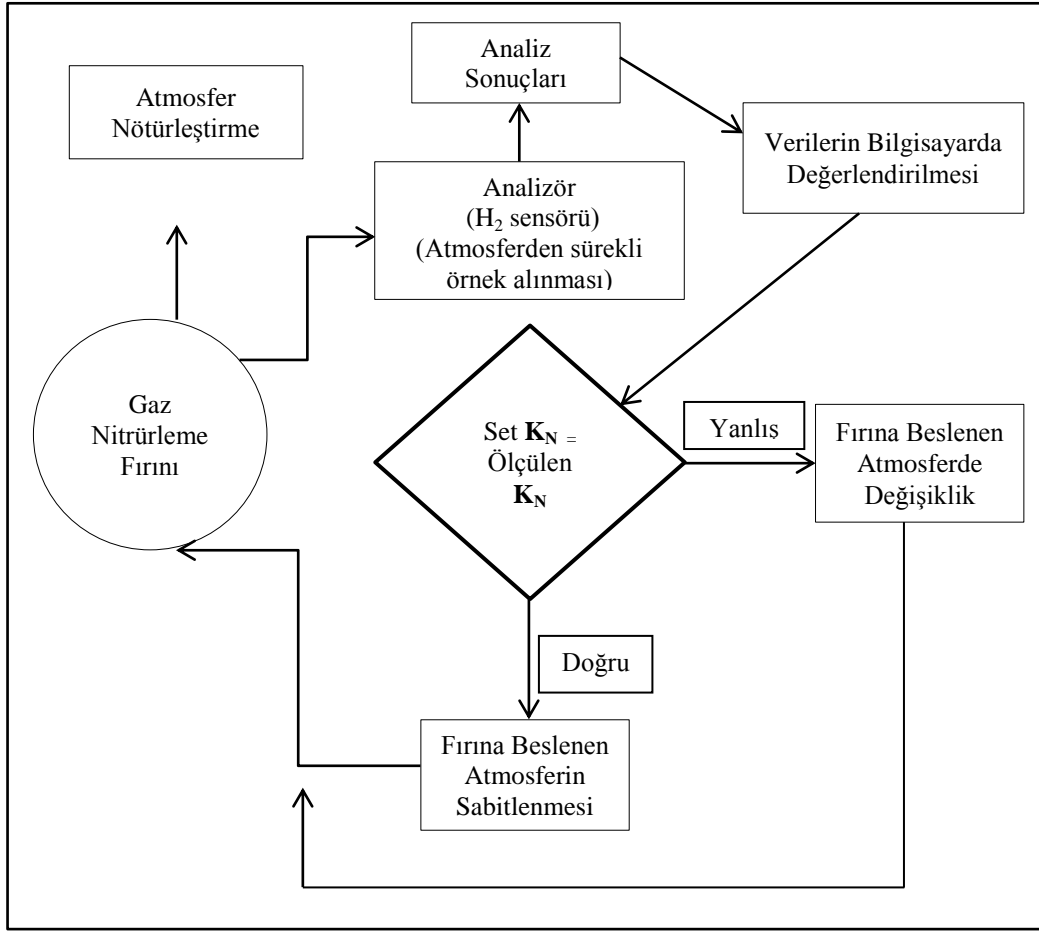


Şekil 3.12. Amonyak ayrıştırıcısının basitleştirilmiş şematik gösterimi [14]

Sistemin çalışması: Nitürleme potansiyeli ile kontrol edilen gaz nitürleme sistemleri, son 15 senelik dönemde metal endüstrisinde yaygın bir şekilde kullanılır hale gelmiştir. Sistem tamamen bilgisayar kontrollüdür. İşlem başlangıcından bitişine kadar proseste manuel bir ayarlamaya gerek duyulmamaktadır. Birbirini takip eden işlem basamakları, fırın sistemine ait bir yazılım ile programlanıp tekrar edilebilir proseslerin oluşturulmasını mümkün kılmaktadır [20].

Nitrülenecek malzeme kalitesine ve malzemedeki beklenen sonuçlara göre işlem bir ya da birden fazla nitürleme aşamasına sahip olabilmektedir. Sıcaklık, nitürleme potansiyeli, süre, atmosfere beslenen gazların debileri ve oranları temel olmak üzere yardımcı parametreler olan ısıtma kademesi ve hızı, soğutma özellikleri, ısıl işlem fırınına gazdan arındırma vb. parametrelerin tümü yazılım yardımı ile oluşturulmakta ve belirlenen parametreler ile işlemin gerçekleştirilmesi bilgisayar kontrolü ile gerçekleşmektedir [19].

Nitrürleme potansiyeli ve atmosfer içeriğinin yazılım yardımı ile olan otomatik kontrolü, proses akış çizelgesi yardımı ile Şekil 3.13'te gösterilmiştir.



Şekil 3.13. K_N kontrollü gaz nitrüleme yönteminde bilgisayar ile yapılan işlem kontrolünün şematik olarak gösterimi [19]

Atmosfer ve K_N analizi: Sadece amonyak içeren ya da ayrılmış amonyak ve azot gazları ile seyreltilmiş atmosferlerdeki nitrüleme potansiyelinin tespiti, amonyak kısmi basıncı ya da hidrojen kısmi basıncı ölçülerek yapılmaktadır. Potansiyel kontrollü nitrüleme sistemlerinde çoğunlukla tercih edilen yöntem, hidrojen gazının analizidir. Hidrojenin kısmi basıncının ölçümü, atmosferden alınan örnek gaz karışımının termal iletkenliğini ölçen analiz cihazları ile yapılmaktadır [16].

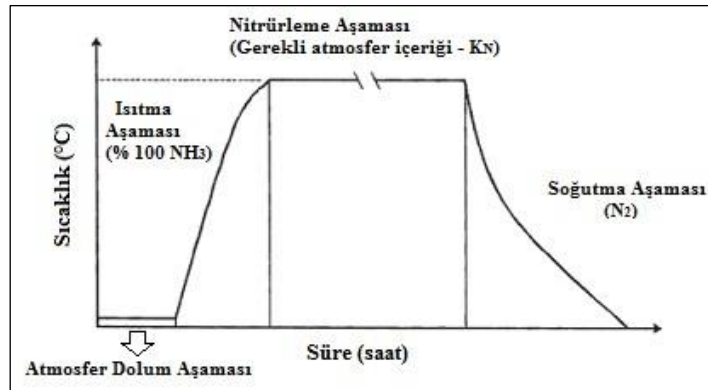
Analiz cihazları, ölçüm yapmak için atmosfer gazları içerisinde bulunan hidrojenin diğer gazlara göre yaklaşık 7 kat daha fazla termal iletkenliğe sahip olma özelliğini kullanmaktadır. Dolayısıyla atmosferdeki hidrojen gazı oranının tespit edilmesi ile birlikte fırın atmosferinin içerdiği gaz tipleri ve oranları bilindiğinde, sistemin nitrüleme potansiyelinin analizör yardımı ile hesaplanması mümkün olacaktır [16].

3.2.2. Metalurjik gereksinimlere göre yöntemler

Gaz amonyak atmosferinde yapılan nitrürleme işlemlerinde, tek aşamalı ya da birden fazla nitrürleme aşamasına sahip prosesler, metalurjik gereksinimler doğrultusunda yapılmaktadır [21]. Maclet ve Fry'ın yapmış olduğu çalışmalar sonucunda bugünkü tek aşamalı nitrürleme yöntemi oluşmuştur. İşlem üzerinde devam eden araştırmalar kapsamında, Massachusetts Enstitüsü'nde çalışmalarına devam etmiş olan Dr. Carl F. Floe, çalışmalarına daha çok beyaz tabaka karakteristiği üzerinde devam etmiştir. Yapılan çalışmalar neticesinde beyaz tabaka kalınlığını azaltan ve 'Floe Prosesi' olarak tanınan çift aşamalı nitrürleme metodunu geliştirmiştir [1]. Bu yöntemler ile ilgili detaylar aşağıdaki başlıklarda açıklanmıştır.

3.2.2.1. Tek aşamalı gaz nitrürleme yöntemi

Endüstriyel alanda yapılan nitrürleme işlemlerine bakıldığında, genellikle yeterli kalınlıkta bir beyaz tabakanın oluşturulması hedeflenen işlemlerde, tek aşamalı nitrürleme yöntemi tercih edilmektedir. Nitrürleme işlemi uygulanacak parçalar, belirlenen bir sıcaklığa kadar ısıtıldıktan sonra istenilen beyaz tabaka kalınlığının ve difüzyon derinliğinin elde edileceği süre kadar nitrürleme sıcaklığında bekletilmektedir. İşleme genel yaklaşım, tek aşama sıcaklığında 4 saati geçmeyen nitrürleme aşaması süresinde parçayı nitrürlemektir. Seçilebilecek en yüksek nitrürleme sıcaklığı, parça çekirdek sertliğinin düşmemesi için seçilebilen en yüksek ve güvenli sıcaklık değeri olarak tanımlanmaktadır [9]. Tek aşamalı nitrürlemenin şematik gösterimi Şekil 3.14'teki gibidir.

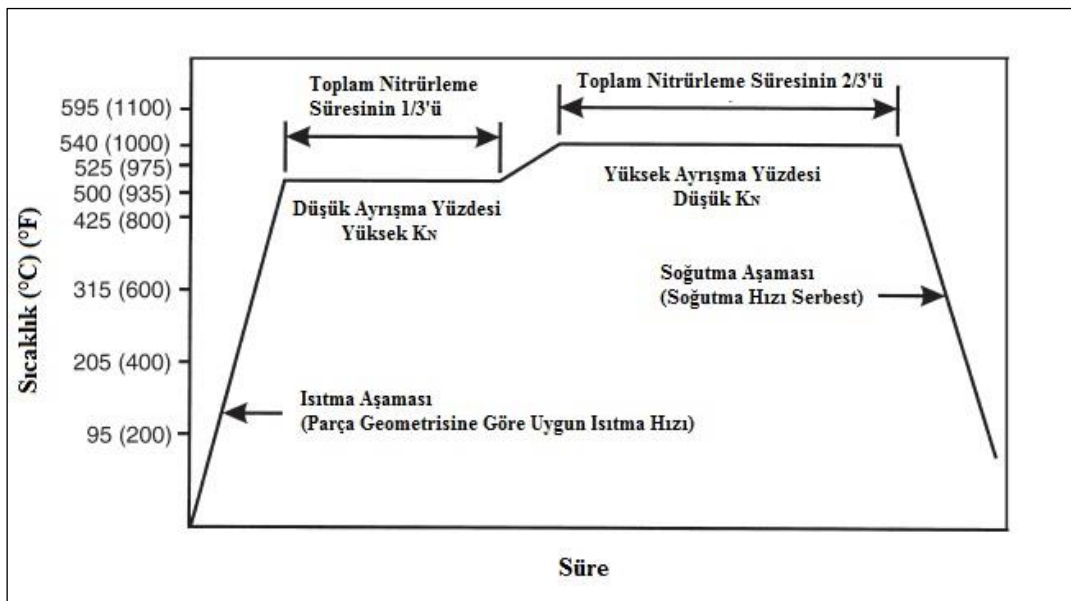


Şekil 3.14. Tek aşamalı gaz nitrürleme yönteminin şematik olarak gösterimi [9]

3.2.2.2. Çift aşamalı gaz nitrürleme yöntemi ve Floe Prosesi

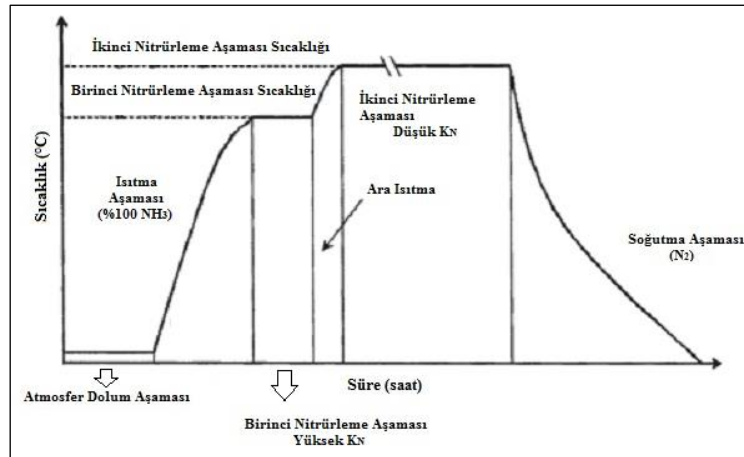
Çift aşamalı nitrürleme yöntemi, difüzyon derinliğinin fazla fakat beyaz tabakanın belirli bir kalınlıkta oluşması istendiği durumlarda kullanılmaktadır. İşlemin temel prensibi Dr. Carl F. Floe'nun patentli metoduna dayanmaktadır. Floe prosesi olarak bilinen bu yöntem, 1942 yılında geliştirilmiştir. Bu yöntemde temel prensip, 495 °C ila 500 °C sıcaklıklarda, % 15 ila % 30 ayrışma yüzdelerinde belirli bir süre ile nitrürleme yapıldıktan sonra 540 °C-565 °C arasında belirli bir sıcaklığa çıkılıp, % 65-% 85 ayrışma oranlarında işleme devam edilmesidir. İkinci aşamada seçilen yüksek sıcaklık, parça dizaynında mevcut olan keskin köşelerde tane sınırları boyunca nitrür ağlarının oluşumuna neden olabilmektedir. Oluşan nitrür ağları, köşelerin hasara uğramasına ve kırılıp dökülmesine sebebiyet vermektedir. Dolayısıyla ikinci aşama nitrürleme sıcaklık seçimine dikkat edilmelidir.

İki aşamalı nitrürleme, beyaz tabaka kalınlığını belirli bir limite tutmak ya da limitli bir beyaz tabaka kalınlığı ile derin bir difüzyon bölgesi elde etmek istendiğinde seçilmelidir [1, 9, 21]. İki aşamalı nitrürleme işleminde aşama süreçlerini ve aşamaların birbiri ile olan ilişkisini tanımlayan şematik gösterim Şekil 3.15'teki gibidir.



Şekil 3.15. Çift aşamalı gaz nitrürleme yöntemindeki aşama prensibinin şematik olarak gösterimi [1]

Endüstriyel alanda uygulanan iki aşamalı nitrürleme yöntemlerinde, ilk nitrürleme aşaması yüksek K_N değerlerinde ve düşük sıcaklıklarda uygulanmaktadır. Yüksek seçilen nitrürleme potansiyeli ve düşük seçilen sıcaklık ile atmosferin nitrürleme kabiliyeti artırılarak, beyaz tabaka çekirdeklenme süresinin azaltılması ve nitrürlenmiş tabakanın homojenliği sağlanmış olur. İkinci aşamada seçilen düşük K_N değerleri ve yüksek sıcaklık ile istenilen yüzey azot konsantrasyonu sağlanmış olup, beyaz tabaka büyümesi kontrol altına alınmaktadır. Yüksek sıcaklık sayesinde artan difüzyon katsayısı sayesinde ihtiyaç duyulan difüzyon derinliğine kısa sürede ulaşılmaktadır. İkinci aşamada kontrol edilen K_N potansiyeli ile beyaz tabaka kalınlığı ve faz içeriği kontrol edilmekte, istendiği durumlarda sıfıra değerine kadar azaltılabilmektedir. İşlemin temel kuralı, iki aşamanın toplam süresi 12 saati geçtiği durumlarda uygulanması gerekliliğidir [9]. Çift aşamalı nitrürlemenin şematik olarak gösterimi Şekil 3.16'daki gibidir.



Şekil 3.16. Çift aşamalı gaz nitrürleme yöntemindeki proses akışının şematik olarak gösterilmesi [9]

3.3. Gaz Nitrürleme Kinetiği ve Oluşumlar

Gaz nitrürleme işlem parametreleri ile işlem sonrası elde edilen yüzey özellikleri arasındaki ilişkinin anlaşılması, nitrürlenmiş tabakadan beklenen özelliklere ulaşmak için önemlidir. Dolayısıyla gaz nitrürleme işleminin kontrol edilebilmesi ve tekrarlanabilir sonuçlar ile işlemin gerçekleştirilebilmesi önemlidir. İyi bir işlem kontrolü, NH_3-H_2 gaz karışımının meydana getirdiği ortamdaki azot aktifliği ve oluşan kimyasal potansiyellerin anlaşılması ve kontrol edilmesi ile mümkün olmaktadır [22].

3.3.1. Gaz nitrürlemenin termodinamiği

Termodinamiğin temel eşitliklerine bakıldığında, iç enerji ve entalpi fonksiyonları termodinamiğin birinci yasasında, entropi fonksiyonu ise termodinamiğin ikinci yasasında tanımlandığı halde, serbest iç enerji ve serbest entalpi fonksiyonları termodinamiğin birinci ve ikinci yasalarının birleştirilmesi ile ifade edilmektedir. Serbest iç enerji fonksiyonu iç enerji ve entropiye, serbest entalpi fonksiyonu ise entalpi ve entropiye bağlıdır. Serbest iç enerji fonksiyonu sabit hacim ve sabit sıcaklıkta yürüyen olaylar için, serbest entalpi fonksiyonu ise sabit basınç ve sabit sıcaklıkta yürüyen olaylar için tanımlanmıştır [23].

Gaz nitrürlemenin termodinamiği serbest entalpi fonksiyonları ile açıklanmaktadır. Serbest entalpi fonksiyonların temeli, Amerikalı fizikçi Josiah Williard Gibbs (1839-1903) tarafından tanımlandığı için Gibbs fonksiyonu olarak da bilinmektedir [23].

Molar serbest entalpi fonksiyonuna ‘kimyasal potansiyel’ adı verilmektedir. Bir saf maddenin ‘n’ molünün serbest entalpisi ‘g’ olmak üzere, bir molünün serbest entalpisi ‘G’ birimine eşit olan ve ‘μ’ ile simgelenen kimyasal potansiyeli, Eşitlik 3.8’deki gibi tanımlanmaktadır [23].

$$\mu \equiv G = g/n \quad (3.8)$$

Gibbs serbest enerji formülüne göre, gaz karışımında *I* bileşimindeki bir gazın serbest enerjisi $\mu_{I,g}$, Eşitlik 3.9’deki gibi ifade edilmektedir [5].

$$\mu_{I,g} \equiv \mu_{I,g}^0 + RT \ln (f_I / f_I^0) = \mu_{I,g}^0 + RT \ln a_{I,g} \quad (3.9)$$

Eşitlik 3.9’a göre; ‘ $\mu_{I,g}^0$ ’ *I* gazının referans durumdaki standart kimyasal potansiyelini, ‘ f_I ’ gaz karışımı içerisindeki etkin basıncını, ‘ f_I^0 ’ referans durumdaki etkin basıncını, ‘R’ gaz sabitini, ‘T’ mutlak sıcaklığı göstermektedir. ‘ $a_{I,g}$ ’ *I* gazının gaz karışımındaki aktifliğini göstermektedir. Sadece ideal gazlar kabulü yapıldığında denge, Eşitlik 3.10’deki gibi ifade edilmektedir [5].

$$\mu_{I,g} \equiv \mu_{I,g}^0 + RT \ln (p_I / p_I^0) \quad (3.10)$$

Eşitlik 3.10'a göre; ' p_I^0 ', I gazının başlangıç referans kısmi basıncını, ' p_I ' kısmi basıncını göstermektedir [5].

Katı çözelti halindeki bir elementin katı haldeki kimyasal potansiyeli, Eşitlik 3.11'deki gibi ifade edilmektedir [5].

$$\mu_{I,s} \equiv \mu_{I,s}^0 + RT \ln a_{I,s} \quad (3.11)$$

Eşitlik 3.11'e göre ' $\mu_{I,s}^0$ ' I elementinin referans katı çözelti halindeki standart kimyasal potansiyelini, ' $a_{I,s}$ ' referans durumdaki ($a_I^0 = 1$) durumuna karşılık I elementinin katı çözelti halindeki aktifliğini göstermektedir. I elementinin referans halindeki aktifliği gaz ve katı hal için eşit olduğu durumda, $a_{I,s} = a_{I,g}$ dengesi oluşmaktadır [5].

Gaz nitrülemde, katı ferrit ile amonyak-hidrojen gaz karışımı arasında gerçekleşen reaksiyonlar mevcuttur. Atomik azot Eşitlik 3.12'de gösterildiği üzere öncelikle katı ferrit matrisi içerisinde çözünmüş hale gelmektedir [22].



Bu eşitlikteki $[\text{N}]_{\alpha\text{-Fe}}$, ferrit matrisi içerisinde çözünmüş azotu ifade etmektedir. Matris içerisinde çözünmüş azotun, Gibbs serbest enerji fonksiyonuna göre kimyasal potansiyeli Eşitlik 3.13'teki gibi olmaktadır [22].

$$\mu_{[\text{N}]_{\alpha\text{-Fe},s}} \equiv \mu_{[\text{N}]_{\alpha\text{-Fe},s}}^0 + RT \ln a_{[\text{N}]_{\alpha\text{-Fe}}} \quad (3.13)$$

Eşitlik 3.13'e göre, $\mu_{[\text{N}]_{\alpha\text{-Fe},s}}^0$ referans durumunda olan katı çözelti durumundaki azotun kimyasal potansiyelini (ferrit içerisinde çözünen), $a_{[\text{N}]_{\alpha\text{-Fe}}}$ katı çözelti olarak

ferrit içerisinde çözülmüş olan azotun referans duruma göre aktifliğini (referans durumunda $a_{[N]_{a-Fe}} = 1$) temsil etmektedir [22].

Katı ferrit ile amonyak-hidrojen gaz karışımı arasındaki termodinamik denge, azotun kimyasal potansiyelinin hem gaz karışımı içerisinde hem de katı çözelti içerisinde eşit olduğu anda oluşmaktadır. Bu denge olduğu anda, Eşitlik 3.9-13'te belirtilen temel denklemler ile Eşitlik 3.14'teki denge ifade edilmektedir [22].

$$\mu_{\text{NH}_3, \text{g}} = \mu_{[N]_{a-Fe}, \text{s}} + \frac{3}{2} \mu_{\text{H}_2, \text{g}} \quad (3.14)$$

Eşitlik 3.14'ten aşağıdaki eşitlik oluşmaktadır [22].

$$\mu_{[N]_{a-Fe}, \text{s}} = \mu_{\text{NH}_3, \text{g}}^0 - \frac{3}{2} \mu_{\text{H}_2, \text{g}}^0 + RT \ln \left(\frac{p_{\text{NH}_3}}{p_{\text{H}_2}^{3/2}} \right) \quad (3.15)$$

Referans durumun, bir elementin sabit sıcaklık ve sabit basınçtaki kararlı hali olduğu dikkate alındığında ve ' $p_i^0 = 1 \text{ atm}$ ' olarak seçilen basınç değeri ve p_i değerinin de aynı basınç biriminde olduğu durumda, yukarıdaki eşitlik geçerli sayılmaktadır. Bunun sonucu olarak, sabit bir sıcaklıkta katı matris içerisinde çözülmüş olan azotun aktifliği, aşağıdaki oranlar ve bağıntılar ile kontrol edilmektedir [22].

$$r_N = \left(\frac{p_{\text{NH}_3}}{p_{\text{H}_2}^{3/2}} \right) \rightarrow a_N = K \left(\frac{p_{\text{NH}_3}}{p_{\text{H}_2}^{3/2}} \right) p_0^{1/2} \rightarrow K_N = \left(\frac{p_{\text{NH}_3}}{p_{\text{H}_2}^{3/2}} \right) \quad (3.16)$$

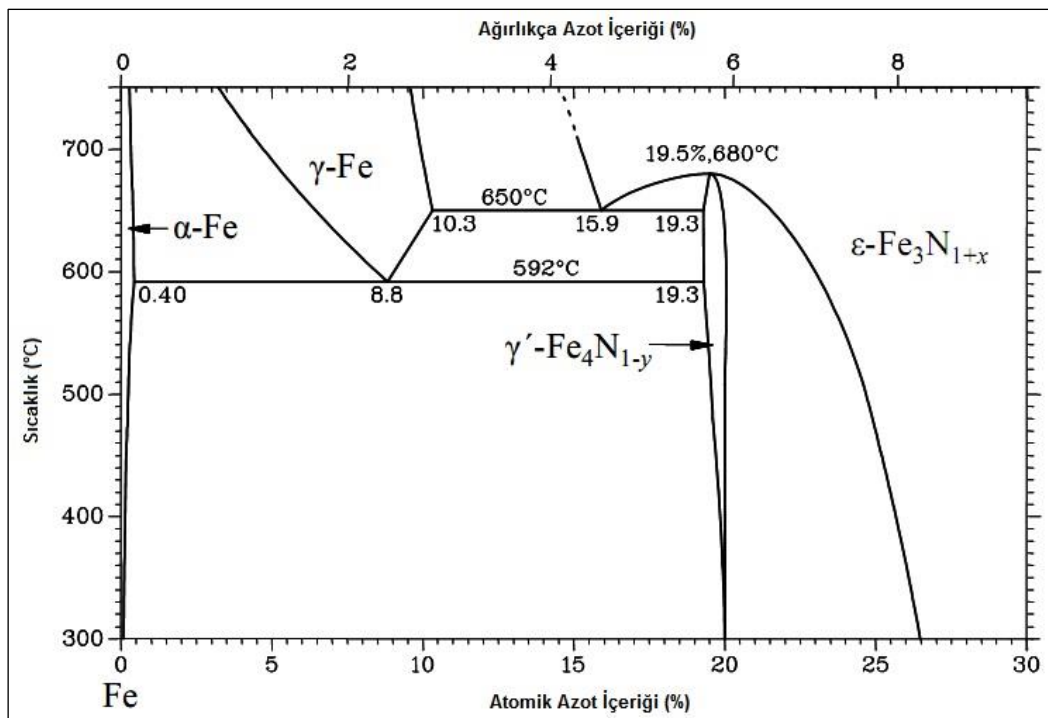
Eşitlik 3.16'da tanımlanan bağıntılar, kontrollü gaz nitrürlemenin termodinamik kontrol parametreleridir. ' a_N ' çelik yüzeyindeki azot aktifliğini tanımlayan parametre, ' K ' denge sabiti, ' p_0 ' atmosferdeki toplam basıncı ifade etmektedir. ' p_0 ': atm, bar ve Pa basınç birimlerinde ölçülebilmektedir. Termodinamik kontrol parametresi, endüstriyel alanlardaki uygulamalarda K_N olarak tanımlanmakta ve nitrürleme potansiyeli olarak adlandırılmaktadır. K_N kontrollü gaz nitrürleme işlemlerinin hemen hemen tümü atmosferik basınçta (1atm) gerçekleştirilmektedir. Dolayısıyla 1 atm'de gerçekleştirilen gaz nitrürleme işlemlerinde, $K_N (\text{atm}^{-1/2}) = K_N$

birimleri aynı potansiyelleri ifade etmektedir. Gaz nitrürleme işlemi yüksek basınçta yapıldığında, nitrürleme potansiyelinin yüzeyde oluşturduğu kimyasal aktiflik, atmosferik basınçta yapılan işleme göre farklı olacaktır [5, 22, 32].

Nitrürleme potansiyeli, endüstriyel ısıtma fırınlarına beslenen gaz karışımındaki gaz oranlarının hassas ve bilgisayar kontrollü debimetreler yardımı ile ayarlanması ve istenilen debilerde sisteme beslenmesi ile rahatlıkla kontrol edilebilmektedir. Nitrürleme potansiyeli, sıcaklık ve süreden bağımsız olarak kontrollü gaz nitrürleme işleminin en kararlı ve bağımsız kontrol parametresidir [22, 32].

3.3.2. Fe-N faz diyagramı

Faz diyagramları, sistemin termodinamik açıdan kararlı olan oluşumlarını sabit basınç altında, sıcaklık ve bileşimin fonksiyonu olarak tanımlayan diyagramlardır. Yarı kararlı olan Fe-N denge diyagramının bir bölümü, Şekil 3.16'da gösterilmiştir. Bu diyagramda ferrit (α -Fe), ostenit (γ -Fe), γ' - $\text{Fe}_4\text{N}_{1-y}$, ve ϵ - $\text{Fe}_3\text{N}_{1+x}$, faz bölgeleri gösterilmiştir. Diyagramın atmosferik basınçtaki Fe ve N_2 arasındaki denge diyagramı olmadığı dikkate alınmalıdır [5].



Şekil 3.17. Fe-N denge diyagramı [5]

Şekil 3.17'deki diyagram, demir ile yoğun ve değişken azot kimyasal potansiyeline sahip ortam arasındaki dengeyi tanımlamaktadır. Bu denge, sadece demir ve ortam arasında oluşan ara yüzeyde meydana gelmektedir. Normal sıcaklıklarda ve basınçlarda, demir nitrürlerin Fe ve N₂ olarak ayrışma eğilimi yüksektir [5].

Saf demirin 590 °C sıcaklığa kadar nitrülenmesi esnasında, yüzeyde artan atomik azot konsantrasyonunun etkisi ile Şekil 3.17'den de görüldüğü üzere aşağıdaki oluşumlar gerçekleşmektedir.

- 1) Oda sıcaklığında bünyesinde ağırlıkça % 0,001 azot çözüdüren HMK demiri, 590 °C'de ağırlıkça % 0,115 azot çözüdüremektedir.
- 2) YMK kafes yapısına sahip Fe₄N-γ' nitürü ağırlıkça % 5,7 ila % 6,1 arasında azot içermektedir.
- 3) Hekzagonal kafes yapısına sahip Fe₂₋₃N-ε nitürü ağırlıkça % 8 ila % 11 arasında azot içermektedir.
- 4) Ortorombik kafes yapısına sahip Fe₂N-ζ nitürü 500 °C'nin altındaki sıcaklıklarda oluşur ve ağırlıkça % 11'i geçen azot miktarını içerir, fakat pratikte oluşan bir faz değildir [2].
- 5) HMT kafes yapısına sahip martenzit-α', atomca % 2,7 ila % 9,5 arasında azot atomu içermektedir [55].

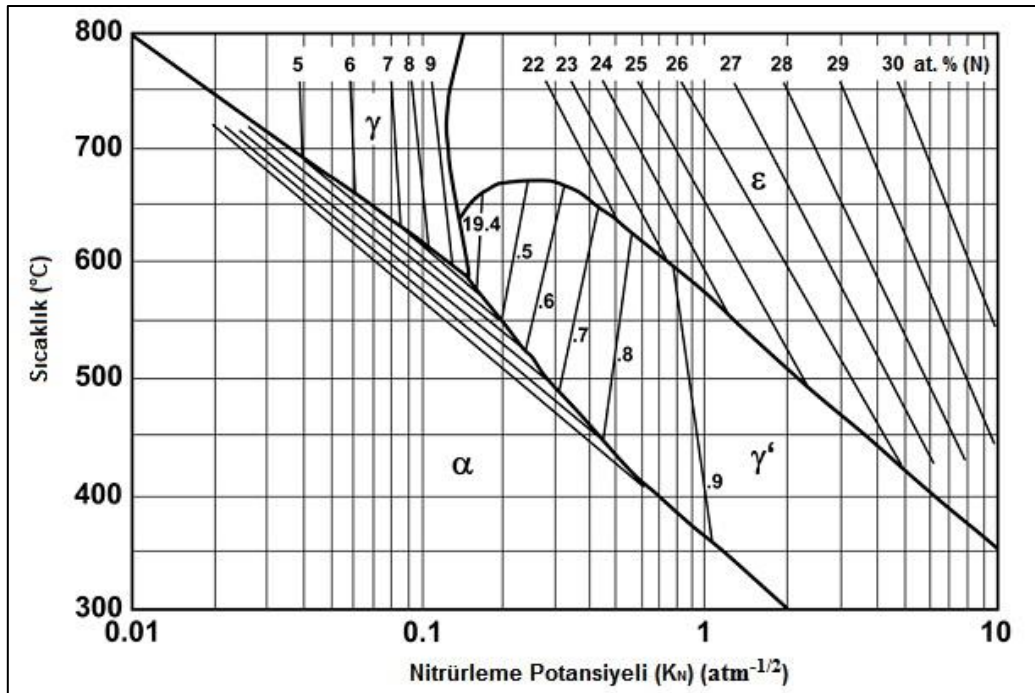
Çelik bünyesinde, karbon ve diğer alaşım elementleri mevcut olduğundan dolayı yukarıda ifade edilen yapısal oluşumlar, sadece saf demir nitrürlendiğinde tam olarak geçerli sayılabilmektedir [2].

3.3.3. Nitrüleme potansiyeli ve Lehrer diyagramı

Nitrüleme potansiyeli-K_N, amonyak-hidrojen gaz karışımındaki azotun kimyasal potansiyeli ve demir kafesinde çözünmüş azotun aktifliğinin ara yüzeydeki dengesini ifade etmektedir. Şekil 3.17'de gösterildiği üzere diyagram, belirli bir azot yüzdesinin sıcaklığa bağlı oluşturmuş olduğu fazları tanımlamaktadır. E. Lehrer, Fe-N diyagramının sınırlarını sıcaklığa ve nitrüleme potansiyeline bağlı olarak belirlemiş ve 'Lehrer' isimli diyagramın oluşmasını sağlamıştır [5].(Bkz Şekil 3.10)

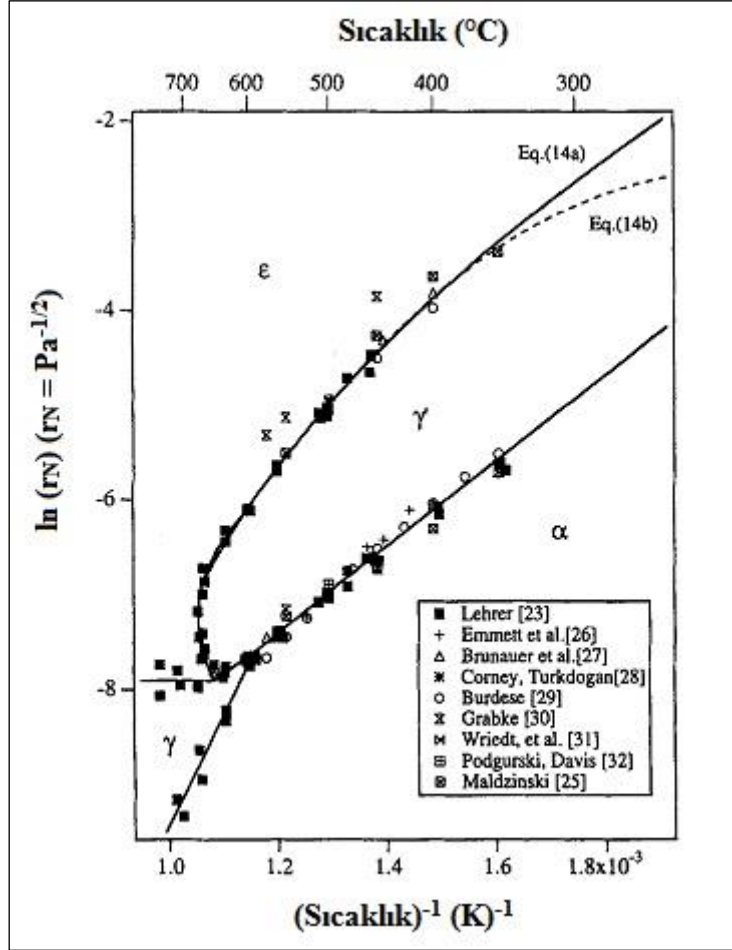
19. yüzyılın başlarında Lehrer, demir-hidrojen-amonyak dengesini incelemek ve anlamak için birçok test yapmıştır. Katalizör özelliği olmayan küçük bir tepkime kabı içerisine dekarbürize edilmiş demir tozu yerleştirmiş, belirli bir sıcaklığa ısıtarak amonyak-hidrojen karışımındaki gazın değişken debilerde demir tozu üzerinden geçmesini sağlayarak oluşan demir-azot fazlarını incelemiştir. İşlemi daha kontrollü yapmak için giriş ve çıkıştaki gaz oranlarını ölçmüştür. Artan sıcaklık ile amonyağın termal olarak ayrışması sonucunda çıkış gaz oranlarında farklılıklar tespit etmiştir. Tespit etmiş olduğu sonuçlara istinaden sıcaklığın, % amonyak içeriğinin, nitrüleme potansiyelinin ve azot basıncının fonksiyonu olarak birçok diyagram oluşturmuştur [24].

Yeniden düzenlenmiş olan ve Şekil 3.18'de gösterilen Lehrer diyagramı faz sınırlarının haricinde, sabit azot konsantrasyon çizgilerinin mevcut olduğu ve seçilen nitrüleme potansiyeline istinaden metal yüzeyindeki azot konsantrasyonunu tanımlayan bir diyagram haline getirilmiştir. Böylelikle geliştirilmiş olan Lehrer diyagramı, oluşması istenen fazların belirlenmesinin yanında, malzeme yüzeyinde atmosfer ile dengede olan azot konsantrasyonunun da tespiti için faydalı bir diyagram haline dönüşmüştür.



Şekil 3.18. Azot konsantrasyon çizgilerini içeren Lehrer diyagramı [5]

Şekil 3.19’da görüldüğü üzere nitrüleme potansiyeli ve faz sınırlarının sıcaklığın fonksiyonu olarak hesabı, birçok araştırmacı tarafından ele alınmıştır.



Şekil 3.19. Faz sınırlarına denk gelen r_N potansiyellerini sıcaklığın fonksiyonu olarak gösteren Lehrer diyagramı [25]

Şekil 3.19’deki termodinamik verilerin oluşturduğu faz sınırlarının tespiti için tutarlı olarak kabul edilen formüller, Eşitlik 3.17 ve 3.18’de gösterilmiştir. Eşitlik 3.18, $623 \text{ K} < T < 900 \text{ K}$ arasında geçerlidir.

$$\ln r_{N,\alpha/\gamma} = \frac{4555}{T} - 12,88 \quad (3.17)$$

$$\ln r_{N,\gamma/\epsilon} = -9,63 + \sqrt{\frac{60536}{T} - 56,85} \quad (3.18)$$

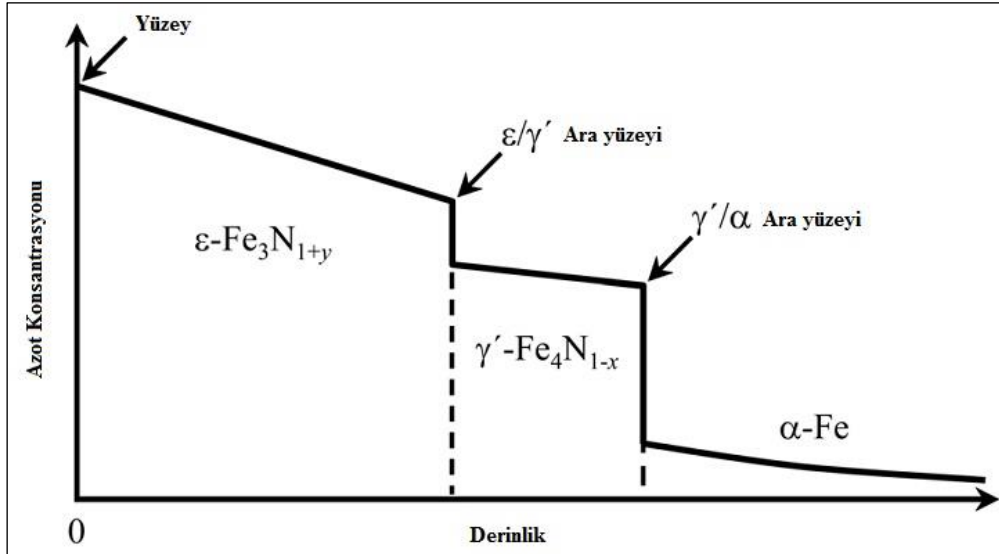
Eşitlik 3.17 ve 3.18'deki denklemler üzerinden örnek hesaplamalar yapıldığında, bazı sıcaklıklara istinaden bulunmuş veriler aşağıdaki gibidir.

Tablo 3.5. Lehrer diyagramına göre farklı sıcaklıklar için hesaplanmış faz sınırlarındaki nitrürleme potansiyelleri [7]

Sıcaklık [°C]	$K_{N_{\alpha/\gamma'}} [\text{atm}^{-1/2}]$	$K_{N_{\gamma'/\epsilon}} [\text{atm}^{-1/2}]$
500	0,29	2,15
520	0,25	1,73
540	0,22	1,39
560	0,19	1,12

3.3.4. Nitrürlenmiş bölgenin oluşumu, morfolojisi ve büyüme kinetiği

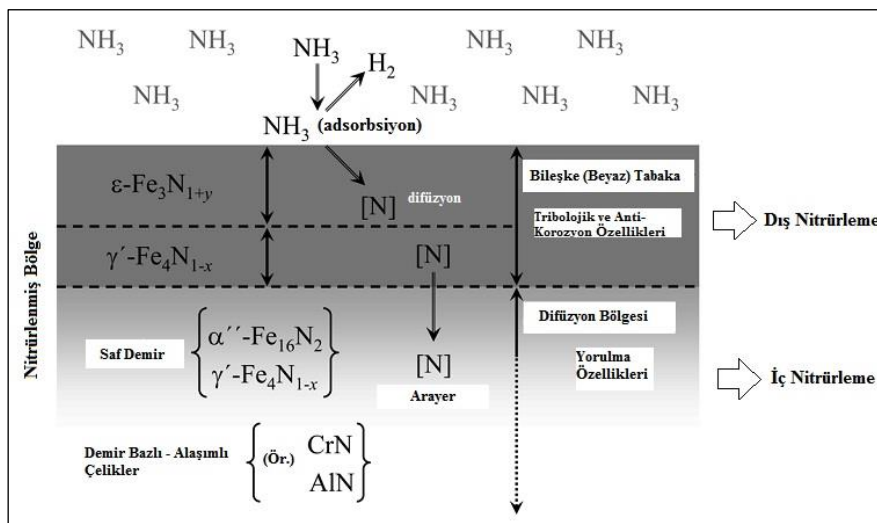
Nitrürlenmiş bölgenin oluşumu ve büyümesi, azot atomlarının sekiz yüzlü demir kafesi içerisine ara yer difüzyonu prensibi ile difüzyonunun gerçekleşmesi sonucunda meydana gelmektedir. Tabakaların büyümesi difüzyon ile kontrol edilmektedir. Atmosfer ile nitrürlenmiş yüzey arasındaki 'denge azot kimyasal potansiyeli' sadece yüzey için geçerlidir. Yüzeyin hemen altında artan derinlik ile azot konsantrasyonu ve aktifliği düşmektedir (Şekil 3.20).



Şekil 3.20. Nitrürlenmiş yüzeyde oluşan azot konsantrasyon gradyanının ve arayüzeylerin şematik olarak gösterimi [22]

Nitrürleme potansiyeli yüzeyde demir nitrür oluşumunu sağlamayan değerlerde seçildiğinde, konsantrasyon gradyanı Şekil 3.20'de görüldüğü üzere sadece α -Fe bölgesinde meydana gelmektedir. Bu bölgede Fe-N diyagramına göre matrisin çözebileceği maksimum azot miktarına istinaden artan derinliğe bağlı bir konsantrasyon eğrisi oluşmaktadır. Nitrürleme potansiyelinin demir nitrürlerin oluşumunu sağlayan değerlerde seçilmesi ile yüzeydeki denge konsantrasyonuna bağlı sadece γ' nitrürü ya da γ' ve ε nitrürlerinin birlikte oluşturduğu bir bileşke tabaka meydana gelmektedir. Nitrürlerin birbirleriyle ve demir kafesi ile oluşturduğu ε/γ' ve γ'/α ara yüzeyleri, Fe-N azot denge diyagramındaki azotun çözünebilirlik sınırları dikkate alındığında anlaşılır hale gelmektedir [22].

Nitrürleme esnasındaki oluşumlar, ferrit matrisinin mikroyapısını değiştirmemektedir [22]. Fe-N diyagramına bağlı oluşum mekanizmaları dikkate alındığında, amonyakın ayrışması sonucunda çelik yüzeyinde başlayan difüzyon iki temel bölge oluşumunu mümkün kılmaktadır. Birinci bölge, demir kafes yapısının bünyesinde çözüdürebildiği maksimum azot oranı aşıldığında, yüzeyden içeriye ve dışarıya doğru çekirdeklenmeye ve büyümeye başlayan, çoğunlukla γ' - ε nitrürlerini birlikte içeren beyaz tabaka olarak tanımlanmaktadır (Şekil 3.21). İkinci bölge ise difüzyon bölgesidir. Bazı literatürlerde beyaz tabaka dış nitrürleme, difüzyon bölgesi ise iç nitrürleme bölgesi adı altında incelenmektedir.



Şekil 3.21. Nitrürlenmiş bölgelerin ve bölgelerdeki oluşumların saf demir ve alaşımlı çelik için şematik gösterimi [22]

3.3.4.1. Beyaz tabaka ve özellikleri (dış nitrürleme)

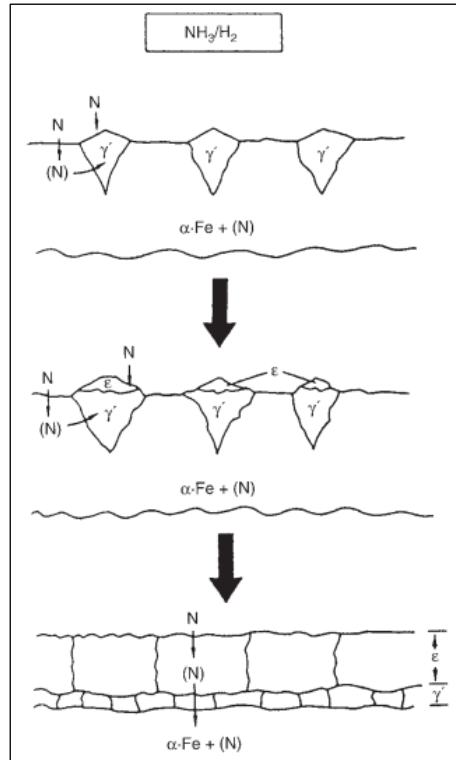
Bileşke tabaka ya da diğer adıyla beyaz tabaka, nitrülenmiş malzeme yüzeyinde oluşan hekzagonal sıkı paket kafes yapısına sahip ϵ nitrürü ile kübik yüzey merkez kafes yapısına sahip γ' nitrürünün birleşiminden ya da sadece γ' nitrüründen oluşan bir tabakadır. Nitrülenmiş yüzeyin tribolojik ve anti-korozif özellikleri, bu tabakanın karakteristiği ile belirlenmekte ve geliştirilmektedir [22].

Beyaz tabaka, genellikle sert ve kırılğan olup çelik yüzeyinden içeriye direkt olarak difüze olmamaktadır. Yüzeyde oluşan fazlar, çelik yüzeyi ile nitrürleyici atmosfer arasında bir bariyer oluşturup aynı zamanda da çelik için gerekli olan azot rezervi görevini görmektedir. Proses sıcaklığının, süresinin ve ayrışma oranının etkisi ile zamanla büyüyerek kalınlaşabilmekte ya da incelebilmektedir [1].

Fe-N diyagramına göre α demiri içerisindeki maksimum azot çözünürlük sınırı aşıldığında, yüzeyde oluşan beyaz tabaka ve içeriğindeki fazlar Eşitlik 3.19-21'deki denklemlere göre oluşmaktadır [4]. İlk olarak çekirdeklenme eğilimine giren ve genellikle beyaz tabakanın alt kısmını oluşturan bileşik γ' nitrürüdür. Artan azot kimyasal potansiyeli ya da devam eden nitrürleme işlemi ile Eşitlik 3.20 ve 3.21'de gösterilen denklemlere istinaden ϵ nitrürü oluşmaktadır. Bu eşitlikler kapsamında hangi nitrürün oluşacağı, yüzey kinetiği ve kimyasal bağ yapmamış atomik azotun yüzeydeki miktarı ile belirlenecektir [4]. Bazı koşullarda epsilon fazı, ilk oluşan faz da olabilmektedir [9].



γ' ve ϵ nitrürlerinin çekirdeklenmesi ve büyüyerek beyaz tabakayı oluşturması Şekil 3.22'de gösterilmiştir.

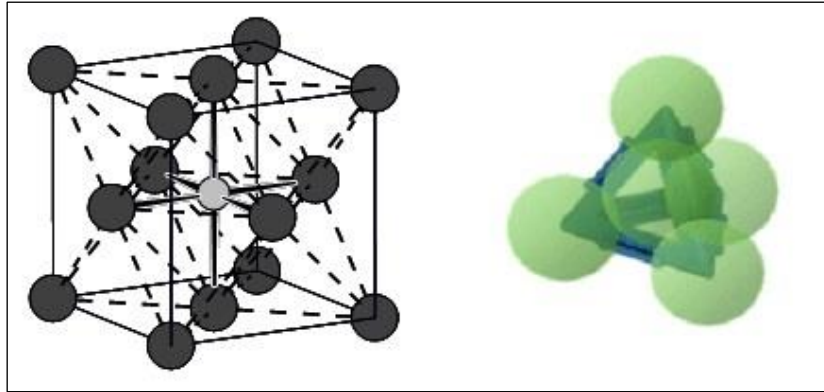


Şekil 3.22. γ' ve ϵ fazlarının demir yüzeyinde çekirdeklenmesinin şematik gösterimi [1]

Gama (γ') nitürü ve özellikleri: Lehrer diyagramına göre γ'/α sınırına denk gelen nitürleme potansiyeli aşılmadıkça, γ' nitürünün oluşumu gerçekleşmemektedir. Bu sınırın hemen üstündeki potansiyellerde ilk demir nitürlerin oluşumu, Fe_4N bileşiği şeklinde gerçekleşmektedir [16].

Nitrürlenmiş malzeme yüzeyinde yeterli kalınlıkta oluşturulan γ' nitürü, yüzeydeki darbe direncinin artmasını ve yüzeyde oluşabilecek çatlaklara karşı direncin yükselmesini sağlamaktadır [2]. Tokluğu epsilon fazına göre daha fazla olan gama nitürünün aynı zamanda ısıl kararlılığı da yüksektir [16].

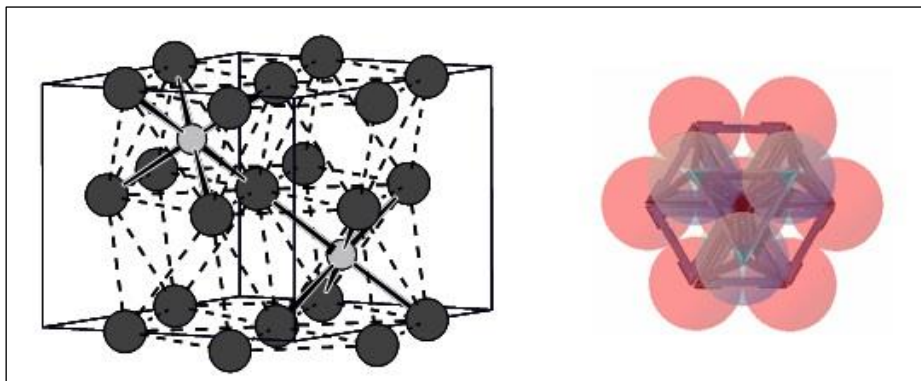
Fe-N faz diyagramı dikkate alındığında γ' nitürü dar bir homojenlik aralığına sahiptir. Lehrer diyagramı dikkate alındığında, sıcaklığa ve nitürleme potansiyeline bağlı olarak yapısında barındırdığı yaklaşık azot oranı ağırlıkça % 5,7 ila % 6,1 arasındadır. Homojenlik aralığı dikkate alındığında, γ' nitürün (Fe_4N_{1-y}) içerdiği azot oranına göre kafes parametresinin değiştiği bazı çalışmalar ile raporlanmıştır [26]. YMK kafes yapısına sahip gama nitürünün kristal yapısı, Şekil 3.23'te gösterilmiştir.



Şekil 3.23. Fe_4N_{1-y} nitridinin kristal yapısının gösterimi [5, 16]
Sol taraftaki gösterimde koyu renkli küreler Fe atomunu, açık renkli küre N atomunu temsil etmektedir

Epsilon (ϵ) nitridü ve özellikleri: Epsilon fazı kontrolsüz gaz nitridleme yöntemi ile oluşturulan beyaz tabaka içeriğinde, oransal olarak daha fazla oluşan nitrid olarak bilinmektedir. Demir nitrid bileşiklerinde artan azot içeriğine bağlı düşen tokluk değerleri beyaz tabakanın kırılma olmasına sebebiyet vermektedir. Kontrollü gaz nitridleme yöntemi ile ϵ nitridünün içerdiği azot konsantrasyonu dengelenerek, oluşturulan tabakanın tokluğu artırılabilir. ϵ nitrid oranı daha az olan beyaz tabakanın, aşınma ve adhezyon direnci daha düşük olmaktadır.

Fe-N faz diyagramına göre epsilon fazının homojenlik aralığı geniş ve yüksek oranda sıcaklığa bağlıdır. Sıcaklığa bağlı olarak Fe_3N_{1+x} ya da Fe_2N_{1-z} şeklinde tanımlanan ϵ - FeN_y 'deki azot içeriği olan 'y'; 0,22 ila 0,49 arasında değişmektedir [26]. Hegzagonal sıkı paket kafes yapısına sahip ϵ nitridün kristal yapısı Şekil 3.24'te gösterilmiştir.

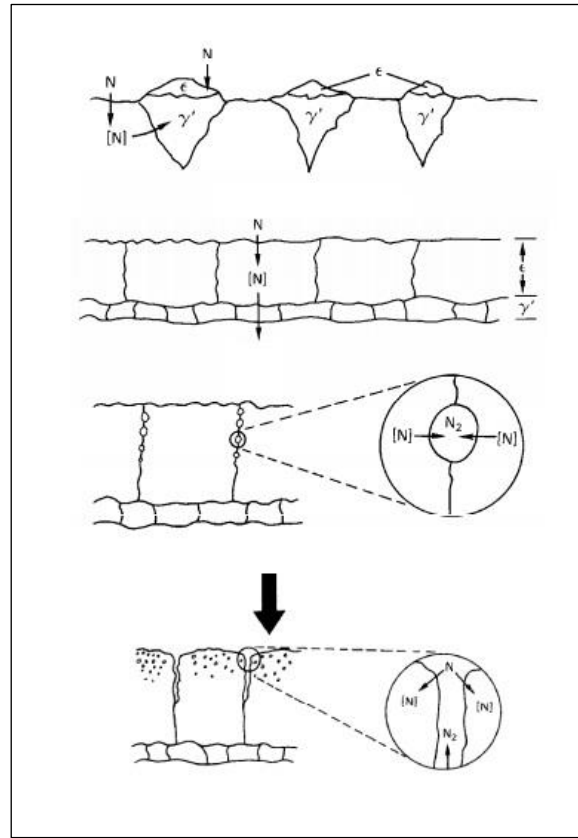


Şekil 3.24. $Fe_{2.3}N$ nitridinin kristal yapısının gösterimi [5, 16]
Sol taraftaki gösterimde koyu renkli küreler Fe atomunu, açık renkli küre N atomunu temsil etmektedir

Şekil 3.23-24'te gösterilen γ' ve ϵ nitrürlerinin kafes yapıları karşılaştırıldığında daha yumuşak kenarlı olan ϵ nitrürü, keskin köşeli kafes yapısına sahip γ' nitrürüne nazaran daha düşük yapışma/adhezyon özelliği göstermektedir [16].

Beyaz tabakanın yüzeyde büyümesi esnasında aşağıdaki temel oluşum mekanizmaları gerçekleşmektedir. Oluşum mekanizması şematik olarak Şekil 3.25'te gösterilmiştir [27].

- 1) γ' nitrürün Fe üzerinde çekirdeklenmesi
- 2) ϵ nitrürünün γ' nitrürü üzerinde çekirdeklenmesi
- 3) ϵ/γ' çift fazlı bileşke tabakanın yanal büyümesi ve çekirdeklenme mekanizmasının devamı
- 4) Çift fazlı tabakanın büyümesi
- 5) Enerji açısından uygun bölgelerde poroziteli/pürüzlü bölge oluşumu

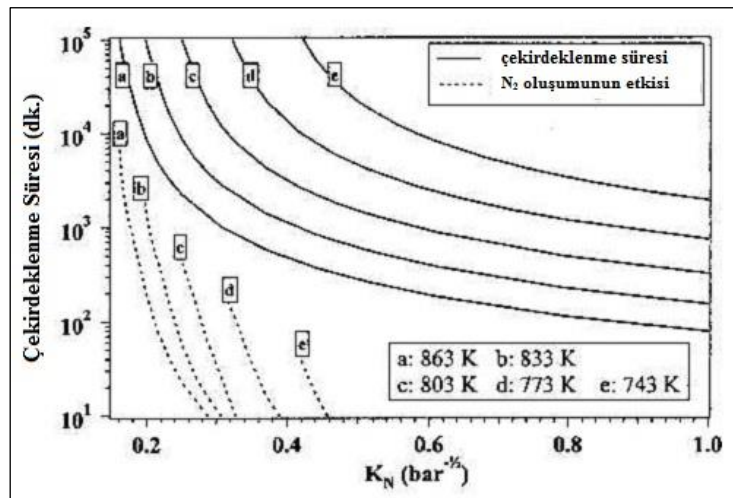


Şekil 3.25. Beyaz tabaka büyümesi ve pürüzlülük oluşumunun şematik olarak gösterimi [27]

Demir yüzeyinde γ' -Fe₄N nitrürünün çekirdeklenmesi: γ' nitrürün çekirdeklenme süresi, yüzeye doğru olan azot atomlarının akısı ile yüzeyden atmosfere doğru olan atom akısı arasındaki denge ile ilgilidir. Yüzeye doğru olan atom akısı, Eşitlik 3.22'de gösterilen ayrışma reaksiyonu ile kontrol edilmektedir. Yüzeyden ayrılan atomik azot akısı ise, Eşitlik 3.24'te gösterilen reaksiyon sonucunda azotun yüzeyden moleküler halde desorpsiyonunun ve Eşitlik 3.23'te gösterilen atomik azotun katı çözelti haline geçmesi sonucunda gerçekleşmektedir [28].

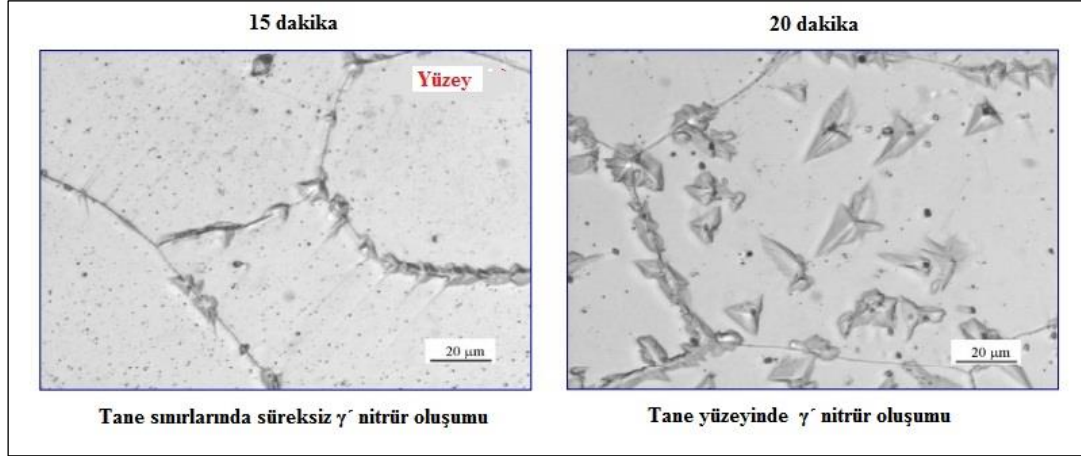


Yüzey konsantrasyonuna bağlı olarak azotun α -Fe içerisindeki çözünebilirlik limiti geçildiği anda ortaya çıkan termodinamik itici güç ile çekirdeklenme süreci başlamaktadır. Çekirdeklenme mekanizması ve süreci Şekil 3.26'da gösterildiği gibi K_N nitrürleme potansiyelinin fonksiyonu olarak 743 K ila 863 K sıcaklıkları arasında hesaplanmıştır. N_2 oluşumunun etkisi incelendiğinde, desorpsiyonun çekirdeklenme süresine etkisi sadece nitrürleme potansiyelinin ferritin kararlı halde olduğu sınırın altında seçildiği zaman gözlemlenmektedir. Artan nitrürleme potansiyeli çekirdeklenme süresini azaltırken, moleküler azot oluşumu bu süreyi maksimum % 10 oranında arttırmaktadır [28].



Şekil 3.26. Nitrürleme potansiyeli, sıcaklık ve N_2 oluşumunun saf demir yüzeyindeki γ' nitrürünün çekirdeklenme süresine etkisi [28]

Şekil 3.27’de görüldüğü üzere, çekirdeklenme ilk önce ferrit tane sınırlarında gerçekleşip artan süreye bağlı olarak ferrit yüzeyinde de meydana gelmektedir.



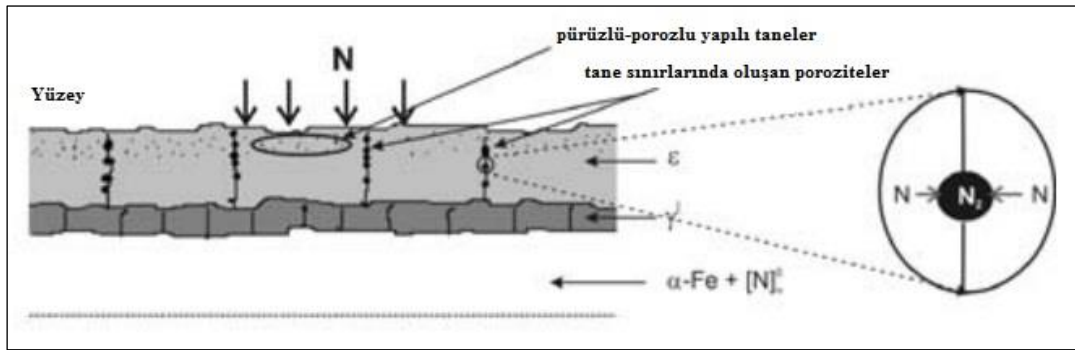
Şekil 3.27. Farklı sürelerde saf demir tane sınırları ve yüzeyinde meydana gelen γ' nitrürlerinin çekirdeklenmesi (K_N : $0,38 \text{ bar}^{-1/2}$, T : $560 \text{ }^\circ\text{C}$) [27, 28]

Pürüzlü bölge oluşumu: Beyaz tabakada gözlemlenen pürüzlü bölge, çoğunlukla tabakanın içerdiği fazlardan biri olan epsilon nitrürünün varlığından ileri gelmektedir. Termodinamik açıdan kararlı olmayan ϵ nitrürünün içerdiği atomik azotun bünyeden ayrılması ile moleküler hale geçen ve beyaz tabakadan ayrılan N_2 molekülleri, tabakada çatlakların ve süngerimsi boşlukların oluşumuna neden olmaktadır. Pürüzlülük olarak tanımlanan bu boşluklar, tabakanın aşınma ve korozyon direncini düşürmektedir [9].

Moleküler azotun atomik azottan daha büyük hacme sahip olduğu düşünüldüğünde, tabakadan ayrılan moleküler azot, tane sınırlarında ve yüzeyde boşlukların oluşmasına neden olmaktadır. Oluşan boşlukların büyüklüğünden kaynaklı nitrüleme işlemi ile oluşan yeni nitrürler, bu bölgeleri dolduramamaktadır. Dolayısıyla işlem başlangıcından bitişine kadar beyaz tabakanın bu çatlaklara ve boşluklara karşı, doğru nitrüleme potansiyeli ile kontrol edilmesi gerekmektedir [16].

Beyaz tabakada oluşan porozitelerin termodinamik açıdan bir açıklaması vardır. Yüzey ile atmosfer arasında oluşan termodinamik denge sayesinde, N_2 basıncı demir nitrürleri sadece oluşan ara yüzeyde kararlı hale getirmekte ve dengelemektedir.

Beyaz tabakanın içerisinde ise böyle bir durum söz konusu değildir. Beyaz tabakanın bünyesinde aynı zamanda demir nitürlerin ayrışmasını sağlayan ve azotu katı çözültü oluşumu için demir kafesine aktaran termodinamik bir itici kuvvet mevcuttur. Bu durumda en eski ve ilk oluşan beyaz tabaka olarak söz edilebilecek yüzeye yakın bölgedeki fazda porozite oluşumu meydana gelecektir. Aynı zamanda demir nitürün içerisinde çözdüğü azot oranının artması sonucunda, demir nitürün ayrışma eğilimi yükselerek yüzeye yakın bölgede N_2 oluşumu meydana gelecektir. Moleküler azot oluşumu, enerji seviyesi en yüksek bölge olan tane sınırlarını ve sonrasında taneler arası bölgeleri tercih etmektedir. Dolayısıyla atomik azotun moleküler hale dönüşmesi ve beyaz tabakadan ayrılması sonucunda yüzeyde, taneler arasında ve beyaz tabaka ile ferrit arasındaki bölgelerde süngerimsi, pürüzlü bölgelerin ve çatlakların oluşumu gerçekleşmektedir (Şekil 3.28) [29].



Şekil 3.28. Beyaz tabakada oluşan pürüzlü bölgelerin şematik olarak gösterimi [29]

3.3.4.2. Difüzyon bölgesi ve özellikleri (iç nitürleme)

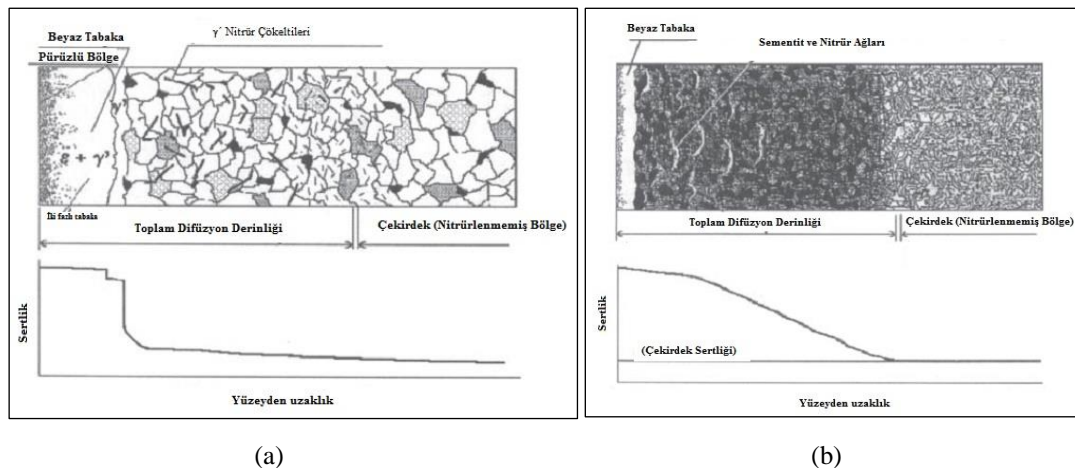
Beyaz tabakanın hemen altında bulunan ve azotun ferrit matrisi içerisinde arayer olarak çözülmüş olduğu bölge, difüzyon bölgesi olarak tanımlanmaktadır. Nitürleşmiş saf demirin difüzyon bölgesine bakıldığında, çözünen azot haricinde bölgede çökelen γ' - Fe_4N ve α'' - $Fe_{16}N_2$ nitürleri bulunmaktadır. Saf demir dışında alaşımlı demir ya da çeliklerin içermiş olduğu nitür yapıcı Ti, V, Mo, Cr ve Al gibi alaşım elementlerinin difüzyon bölgesinde oluşturmuş olduğu nitür çökeltileri, bölgede sertlik artışını ve yorulma dayanımının iyileşmesini sağlamaktadır [22].

Nitrürleme işlemindeki soğutma aşamasında ferrit içerisinde çözünebilen maksimum azot oranı, sıcaklık düşüşüne bağlı olarak hızlı bir şekilde düşmektedir. Dolayısıyla atomik azot çökeltme eğilimindedir. Yarı kararlı olan Fe-N faz diyagramı dikkate alındığında çökeltinin Fe_4N olması beklenirken, ara bir nitrür niteliği taşıyan $\alpha''-Fe_{16}N_2$ nitrürü de difüzyon bölgesinde çökelti oluşturabilmektedir [30].

Difüzyon bölgesindeki sertlik artışı ve yorulma dayanımındaki iyileşme, yüksek oranda alaşım elementlerinin oluşturduğu çökeltilerin kimyasal kompozisyonuna, morfolojisine, büyüklüğüne ve demir matrisi ile uyumuna bağlıdır. Alaşım elementlerinin yapmış olduğu TiN, AlN, VN ve CrN gibi nitrürlerin latis parametresi ' a_{MeN_n} ' saf demirdeki ferritin latis parametresinin yaklaşık $\sqrt{2}$ katıdır. Bu elementlerin difüzyon bölgesinde yapmış oldukları nitrür çökeltileri, Eşitlik 3.25'teki temel oluşum mekanizması ile açıklanmaktadır [6].



Şekil 3.29'da nitrürlenmiş farklı özellikteki çeliklerin difüzyon bölge karakteristikleri ve tipik mikrosertlik eğrileri gösterilmiştir.



Şekil 3.29. Nitrürlenmiş bölgelerin temel özelliklerinin şematik gösterimi (a) alaşımsız çelik, (b) alaşımlı çelik [9]

Difüzyon bölgesinin azot içeriği, dağılımı ve fazla azot: Difüzyon bölgesine beyaz tabaka oluşumundan bağımsız yapılan azot alımı, demir kafesi içerisinde çözünen azot ve oluşan nitrür çökeltileri için gerekli azot miktarı ile orantılıdır. Yapılan araştırmalar neticesinde demir bazlı alaşımların, ihtiyacından daha fazla azotu difüzyon bölgesine aldığı belirlenmiştir. İlave olarak alınan azot ise ‘fazla azot’ olarak tanımlanmaktadır [22].

Difüzyon bölgesine alınan fazla azot atomları, ferrit matrisi ile nitrür çökeltilerinin ara yüzeyinde absorbe olabilmekte, gerilmiş ferrit matris üzerinde çökelen nitrür ve matris arasında oluşan uyumsuzluktan dolayı arayer olarak bulunabilmektedir. Fazla azot alımı çözünebilirliği arttırmakta ve atomik azot dislokasyon bölgelerine yerleşebilmektedir. Yüzeyde herhangi bir demir nitrür oluşmaması için seçilecek uygun bir nitrüleme potansiyeli varsayılarak, sadece difüzyon bölgesinin toplam azot alımı Eşitlik 3.26’da, fazla azot alımı ise Eşitlik 3.27’de gösterilmiştir [22].

$$[N]_{\text{toplam}} = [N]_{\text{MeN}} + [N]_{\alpha\text{-Fe}}^0 + [N]_{\text{arayüzey}} + [N]_{\text{gerinim}} + [N]_{\text{dislokasyon}} \quad (3.26)$$

$$[N]_{\text{fazla toplam}} = [N]_{\text{arayüzey}} + [N]_{\text{gerinim}} + [N]_{\text{dislokasyon}} \quad (3.27)$$

Eşitlik 3.26’daki toplam azot alımına istinaden alaşım elementlerinin oluşturacağı nitrürlerin ihtiyaç duyduğu azot ve katı çözelti halindeki demir kafesi içerisinde çözünecek azot eşitlikten çıkarıldığında, fazla azot tanımı Eşitlik 3.27’deki gibi yapılmaktadır [22].

3.3.5. Difüzyon mekanizması

0,142 nm atom çapına sahip olan azot, demir kafes yapısı içerisine arayer difüzyon mekanizması ile transfer olmaktadır. Azot atomları demir kafesindeki oktahedral boşluklara yerleşmektedir. Homopolar atom yapısında olan azot, HMK kafes yapısına sahip olan α -demiri içerisinde maksimum çapı 0,038 nm, YMK kafes yapısına sahip γ -demiri içerisinde maksimum çapı 0,104 nm olacak şekilde çözünmektedir [2].

Yeterli uzunlukta ve kesit kalınlığında bir demir plaka düşünülüğünde, azotun bütün yüzeylerden içeriye doğru difüzyonu gerçekleşecek ve simetrik bir konsantrasyon gradyanının oluşumu mümkün olacaktır. Bu kapsamda gaz nitrüleme işlemi üç temel basamak ile değerlendirilmektedir [31].

- 1) Demir yüzeyine doğru amonyağın difüzyonu
- 2) Demir yüzeyinde amonyağın ayrışması
- 3) Azotun demir yüzeyine difüzyonu

Parça yüzeyinde sabit bir gaz bileşimi oluşturacak yeterli bir gaz akışı sağlandığında, birinci aşama ihmal edilmektedir. Birim zamanda ve birim yüzey alanında amonyağın ayrışması ile sağlanan azotun miktarı olan ' J_N ', Eşitlik 3.28'deki gibi tanımlanmaktadır [31].

$$J_N = k (C_{eq} - C_s) \quad (3.28)$$

J_N : Birim zamanda birim alandan geçen azot atomu miktarı

k : Reaksiyon hız sabiti

C_{eq} : Atmosfer ile denge halinde olan α -Fe bünyesindeki azot konsantrasyonu

C_s : Katı çözeltili halinde bulunan azot konsantrasyonu

Eşitlik 3.28'de gösterilen yüzeyden içeriye doğru olan akış, birinci Fick kanunu ile Eşitlik 3.29'daki gibi açıklanmaktadır. $x=0$, yüzeyin durumunu ifade etmektedir [28, 31].

$$-D_N^\alpha \frac{\partial C_N}{\partial x} \Big|_{x=0} = k (C_{eq} - C_s) \quad (3.29)$$

Eğer zamana bağlı bir azot konsantrasyon eğrisi elde edilmek isteniyor ise, α -Fe içerisindeki azotun difüzyonu, Eşitlik 3.30'da gösterilen ikinci Fick kanunu kapsamında ele alınmaktadır [28, 31].

$$\frac{\partial C_N}{\partial t} = D_N^\alpha \frac{\partial^2 C_N}{\partial x^2} \quad (3.30)$$

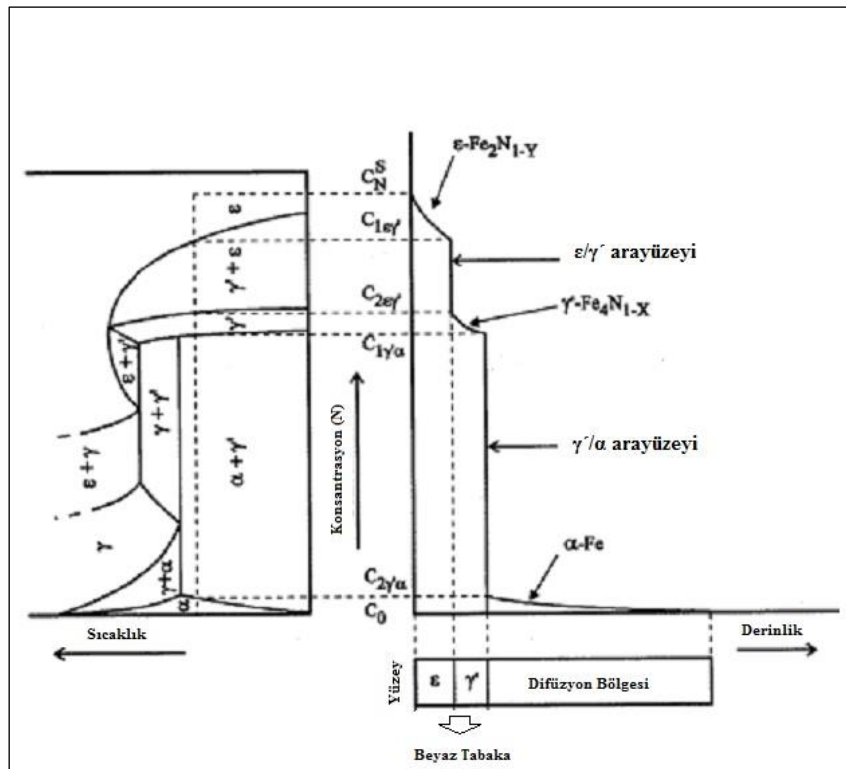
D_N^α : Azotun α -Fe içerisindeki difüzyon katsayısı

C_N : x derinliğindeki azot konsantrasyonu

t : Difüzyonun süresi

x : Difüzyonun derinliği

Nitrürlenmiş yüzey, demir nitrürlerin oluşturmuş olduğu beyaz tabaka ve beyaz tabaka altındaki difüzyon bölgesi olarak tanımlandığında, hakim olan difüzyonun kontrolü, ε - γ' - α bölgeleri arasındaki ε/γ' ve γ'/α arayüzey sınırlarının süreye ve konsantrasyona bağlı değişimi ile ilgili olmaktadır. Fe-N faz diyagramı dikkate alınarak denge koşulundaki nitrürlenmiş bölge üzerindeki arayüzeyler Şekil 3.30'da gösterilmiştir [32].



Şekil 3.30. Fe-N diyagramı ile ε - γ' - α bölgeleri arasındaki arayüzey ilişkisinin gösterimi [32]

Azotun demir içerisine transferi, difüzyon ile kontrol edilmektedir. Difüzyon katsayıları beyaz tabaka ve difüzyon bölgesinde farklılık gösterdiği için, beyaz tabaka ve difüzyon bölgesindeki büyüme ve azot akışı, birinci Fick kanunu üzerinden aşağıdaki eşitlikler yardımı ile ayrı ayrı ele alınmaktadır [33, 34].

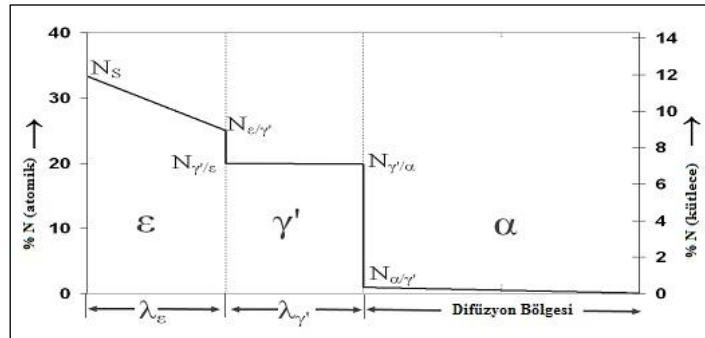
$$J_i = -D_i \frac{\partial N_{i(x,t)}}{\partial x} \quad (i = \varepsilon, \gamma' \text{ ve } \alpha \text{ fazları}) \quad (3.31)$$

$$J_\varepsilon = -D_\varepsilon \times (\partial N_\varepsilon / \partial x) \quad (3.32)$$

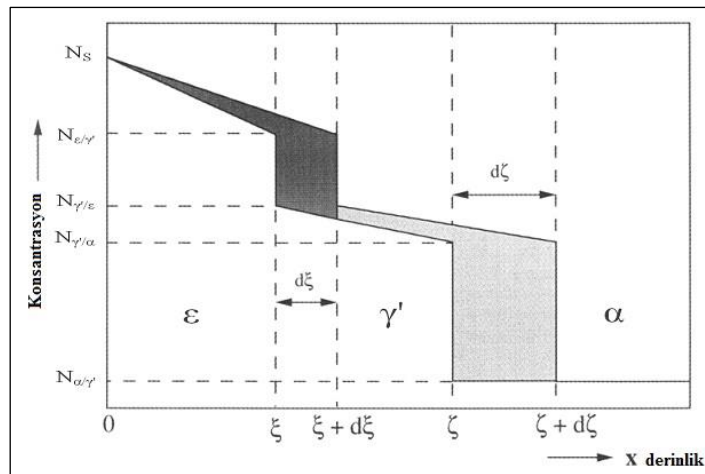
$$J_{\gamma'} = -D_{\gamma'} \times (\partial N_{\gamma'} / \partial x) \quad (3.33)$$

$$J_\alpha = -D_\alpha \times (\partial N_\alpha / \partial x) \quad (3.34)$$

Her faz arasındaki arayüzeyler dikkate alındığında, Şekil 3.31'deki denge sınırları ortaya çıkmaktadır. Artan nitrüleme süresine bağlı oluşan konsantrasyon değişimi ise Şekil 3.32'de gösterilmiştir.



Şekil 3.31. Nitrürlenmiş saf demir yüzeyinde oluşan faz sınırlarının gösterimi [34]



Şekil 3.32. Beyaz tabaka büyümesi esnasında oluşan konsantrasyon-derinlik profilinin şematik gösterimi [17]

Şekil 3.32’de gösterildiği üzere koyu gri renkli alan, epsilon fazının gama ve epsilon fazı arasındaki sınırı ‘ $d\xi$ ’ birim kaydırması için biriktirmesi gereken azot miktarı olarak tanımlanmaktadır. Açık gri renkli alan ise gama fazının ferrit ve gama fazı arasındaki sınırı ‘ $d\zeta$ ’ birim kaydırması için biriktirmesi gereken azot miktarı olarak tanımlanmaktadır [17].

Şekil 3.31’de görüldüğü üzere; $N_{\epsilon/\gamma}$, $N_{\gamma/\epsilon}$, $N_{\gamma'/\alpha}$ ve $N_{\alpha/\gamma'}$, fazların arayüzeylerindeki azot konsantrasyonunu ifade etmektedir. Fe-N faz diyagramı dikkate alındığında, sınır şartlar ve konsantrasyonlar aşağıdaki gibi ifade edilmektedir [34].

- 1) ϵ -Fe₂₋₃N nitrürün içerdiği maksimum azot miktarı ağırlıkça % 11,44, Fe₂N olarak bilinen hali ile atomik olarak % 33,33’tür. γ' fazı ile olan arayüzeyde ağırlıkça % 7,71, Fe₃N olarak bilinen hali ile atomik olarak % 25 azot konsantrasyonuna sahiptir.
- 2) γ' -Fe₄N nitrürün içerdiği azot miktarı, ağırlıkça yaklaşık olarak % 5,9, atomik olarak % 20 olarak ifade edilmektedir. Literatürdeki çalışmalara istinaden gama nitrürün ağırlıkça azot içeriği % 5,76 ila % 5,90 arasında değişmektedir.
- 3) γ' fazı ile dengede olan ferrit içerisindeki azot, 590 °C’de yaklaşık olarak maksimum % 0,1, atomik olarak % 0,4 çözünebilirliğe sahiptir.

Yukarıdaki bahsedilen bilgiler kapsamında Şekil 3.31’de dikkate alınarak fazların arayüzeylerindeki ağırlıkça % azot konsantrasyon değerleri aşağıdaki gibi ifade edilmektedir [34].

$$N_{\epsilon/\gamma} \approx \% 7,71$$

$$N_{\gamma/\epsilon} \approx \% 5,91$$

$$N_{\gamma'/\alpha} \approx \% 5,76$$

$$N_{\alpha/\gamma'} \approx 12,3 \exp\left(\frac{-4176}{T}\right)$$

Her fazın büyüme oranı, her bir fazda gerçekleşen difüzyonun şiddeti ile ilgilidir. Azotun yüzeyden transferi, fazlar arasında gerçekleşen difüzyon ile kontrol edilmektedir [33, 35]. Difüzyon esnasında fazlar arasındaki kütle transferi hız dengesi eşit olmalıdır. Dolayısıyla denge, Eşitlik 3.35’teki gibi ifade edilmektedir.

$$\frac{\partial m}{\partial t_{\text{yüzey}}} = \frac{\partial m}{\partial t_{\text{beyaz tabaka}}} = \frac{\partial m}{\partial t_{\text{difüzyon bölgesi}}} \quad (3.35)$$

Eşitlik 3.35'te ' ∂m ', birim zamanda difüzyonu gerçekleştiren azot miktarını ifade etmektedir. Eşitliğe göre en yavaş transfer hızına sahip bölge, difüzyonu kontrol eden bölgedir [33].

Difüzyon katsayısı formülü Eşitlik 3.36'da belirtilmiştir.

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (3.36)$$

Eşitlik 3.36'ya göre D: difüzyon katsayısını, D_0 : frekans faktörünü, Q: difüzyon aktivasyon enerjisini, R: Boltzman gaz sabitini, T: Mutlak sıcaklığı ifade etmektedir.

Yu. M. Lakhtin, atomik azotun her üç fazda değişken sıcaklıklar için difüzyonunu incelemiş ve Eşitlik 3.37'deki dengeyi tanımlamıştır [35, 36].

$$D_N^\alpha > D_N^{\gamma'} > D_N^\epsilon \quad (3.37)$$

ϵ , γ' , ve α fazlarının kafes yapısı, latis parametreleri ve çözüdüdüğüleri azot miktarı birbirlerinden farklı olduğu için, azotun her fazdaki difüzyon katsayısı ve fazda difüzyonunun gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjisi farklıdır. Difüzyon sabitleri olan D, D_0 ve Q tüm fazlar için farklı araştırmacılar tarafından hesaplanmış ve bulunan değerler Tablo 3.6 ve Tablo 3.7'de gösterilmiştir.

Tablo 3.6. α , γ' ve ϵ fazları için hesaplanan difüzyon katsayıları ve aktivasyon enerjileri [35]

Difüzyonun Gerçekleştiği Faz	Difüzyon Katsayısı [cm ² /sn]	Aktivasyon Enerjisi (Q) [cal/mol]	Sıcaklık Aralığı [°C]	Araştırmacı (Yazar)
α	$1,5 \times 10^{-2} \exp\left(\frac{-19.100 \pm 500}{RT}\right)$	19.100 \pm 500	500 - 1150	K. Bohnchamp
	$1,5 \times 10^{-2} \exp\left(\frac{-17.700}{RT}\right)$	17.700	20 - 600	C.A. Wert, C. Zennu
	$1,5 \times 10^{-2} \exp\left(\frac{-18.000 \pm 200}{RT}\right)$	18.000 \pm 200	100 - 650	X. Jmai
	$1,5 \times 10^{-2} \exp\left(\frac{-17.950}{RT}\right)$	17.950	400 - 600	Yu. M. Lakhtin
	$1,5 \times 10^{-2} \exp\left(\frac{-18.900}{RT}\right)$	18.900	20 - 700	B. Crieveson
	$1,5 \times 10^{-2} \exp\left(\frac{-17.770}{RT}\right)$	17.770	100 - 450	C.A. Weft
	$1,5 \times 10^{-2} \exp\left(\frac{-18.600}{RT}\right)$	18.600	20 - 600	G.D. Fast
γ'	$3,2 \times 10^{-12}$		504	K.Schwerdtfeder
	$7,9 \times 10^{-12}$		554	P. Grieveson E. Tumdogan
ϵ	$4,43 \times 10^{-3} \exp\left(\frac{-27.050}{RT}\right)$	27.050	580 - 730	B. Prlnosil
	$0,277 \exp\left(\frac{-35.250}{RT}\right)$	35.250	400 - 700	Yu. M. Lakhtin

Tablo 3.7. Nitrürlenmiş tabakalar üzerinde yapılan kinetik çalışmalarda yaygın olarak kullanılan difüzyon katsayıları [4, 34, 37, 38]

Difüzyonun Gerçekleştiği Faz	Difüzyon Katsayısı [m ² /sn]	Aktivasyon Enerjisi (Q) [J/mol]	Referans Kaynak
α	$6,6 \times 10^{-7} \exp\left(\frac{-77.900}{RT}\right)$	77.900	[34, 37, 38]
γ'	$1,7 \times 10^{-9} \exp\left(\frac{-64.000}{RT}\right)$	64.000	
ϵ	$2,1 \times 10^{-8} \exp\left(\frac{-93.517}{RT}\right)$	93.517	
Difüzyonun Gerçekleştiği Faz	Difüzyon Katsayısı [cm ² /sn]	Aktivasyon Enerjisi (Q) [J/mol]	Referans Kaynak
α	$6,60 \times 10^{-3} \exp\left(\frac{-77.820}{RT}\right)$	77.820	[4]
γ'	$2,45 \times 10^{-7} \exp\left(\frac{-39.080}{RT}\right)$	39.080	
ϵ	$4,43 \times 10^{-3} \exp\left(\frac{-113.180}{RT}\right)$	113.180	

3.4. Alaşım Elementlerinin Etkisi ve Oluşan Nitrürlerin Özellikleri

Atomik azot ve metalik malzeme yüzeyinin ilk etkileşimi ile başlayan nitrürleme işleminde, yüzey tarafından absorbe edilen azot, öncelikle matris içerisinde çözünmektedir. Sonrasında difüzyon bölgesinde artan konsantrasyona bağlı nitrürlerin ve karbonitrürlerin oluşumu gerçekleşmektedir. Kafes içerisinde oluşan çözünme ve oluşan nitrürler ile meydana gelen mukavemet artışı temel olarak iki oluşum ile aşağıdaki gibi açıklanmaktadır [9].

- 1) Yüzeyde sürekli bir beyaz tabaka oluşumu
- 2) Alaşım elementlerinin oluşturmuş olduğu nitrür ve karbonitrürlerin, beyaz tabaka altındaki difüzyon bölgesinde çökmesi ve yayılması

Endüstriyel alanda kullanılmak üzere üretilen ticari çeliklerin içerdiği alaşım elementleri olan alüminyum, krom, vanadyum, tungsten ve molibden, nitrürleme işlemi için önemli ölçüde fayda oluşturmaktadır. Bunun nedeni alaşım elementlerinin nitrürleme işleminin gerçekleştiği sıcaklık aralığında oluşturduğu kararlı ve sertliği yüksek nitrürlerdir. Nikel, bakır ve mangan gibi alaşım elementlerinin ise nitrürleme karakteristiği üzerinde çok az ya da önemsenmeyecek ölçüde etkisi mevcuttur [12]. Alaşım elementlerinin oluşturduğu nitrürlerin listesi Tablo 3.8’de gösterilmiştir.

Tablo 3.8. Mühendislik alaşımlarının oluşturduğu önemli nitrürlerin kimyasal formüllerinin gösterimi [39]

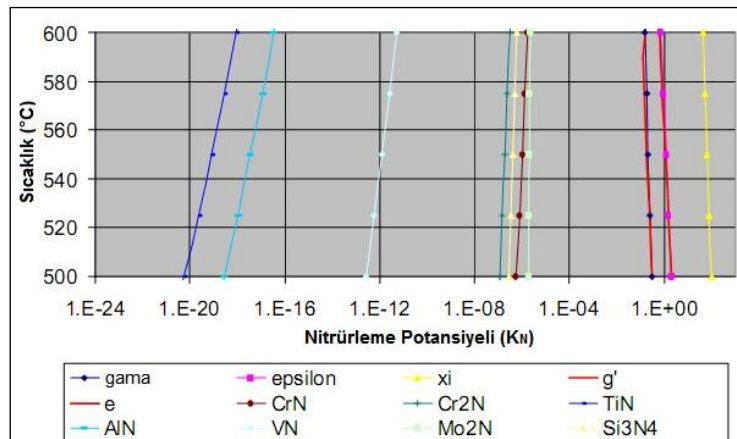
Alaşım Elementi	Nitrürler		
Demir	Fe ₄ N	Fe ₂ N	
Krom	CrN	Cr ₂ N	
Molibden	MoN	Mo ₂ N	
Tungsten	WN	W ₂ N	
Alüminyum	AlN		
Titanyum	TiN	Ti ₂ N	
Vanadyum	VN		
Mangan	Mn ₄ N	Mn ₂ N	Mn ₃ N ₂
Bor	BN		
Magnezyum	Mg ₃ N		

Nitrür oluşturu elementler, azot ile yüksek derecede etkileşim eğilimindedirler. Bu eğilimin tanımı ve değeri, oluşum entalpisi ile ilgilidir. Oluşum esnasında daha fazla ısı absorbe eden, nitrür oluşturma eğilimi daha yüksek olan alaşım elementi olarak tanımlanmaktadır. Alaşım elementlerinin oluşturduğu nitrürlerin oluşum entalpileri ve özellikleri Tablo 3.9’da gösterilmiştir. Alaşım elementleri içerisinde Al dışında diğer elementler aynı zamanda karbür de oluşturmaktadır. Çeliklerde önemli alaşım elementlerinden olan Ni ve Si ise nitrür oluşturmamaktadır [9].

Tablo 3.9. Endüstriyel alanda kullanılan malzemelerde bulunan önemli alaşım elementlerinin oluşturduğu nitrürlerin oluşum entalpileri ve yapısal özellikleri [9, 40]

Alaşım Elementi	Nitrür	Kafes Tipi	Kafes Parametresi [nm]	Oluşum Entalpisi [kJ/mol]	Ayrışma Sıcaklığı [°C]	İçerdiği Ağırlıkça % N Miktarı
Fe	$Fe_{2,3}N_{1-x}$ (ε)	Hegzagonal	a=0,2764 c/a=1,599	-3,8	560 (Fe ₂ N)	~7,7-11,4
	Fe ₄ N	YMK	a=0,3795	-10,5	650	~5,76-5,9
Mo	Mo ₂ N	YMK	a=0,4169	-81,6	-	~6,8
Cr	CrN	YMK	a=0,4149	-124,7	900	~21,2
Mn	Mn ₃ N ₂	Tetragonal	a=0,2974 c=1,2126	-204,2	-	-
V	VN	YMK	a=0,4139	-217,1	1000	~21,6
Al	AlN	Hegzagonal	a=0,3110 c=0,4975	-318,0	1870	~34,1
Ti	TiN	YMK	a=0,4244	-338,0	1500	~22,6

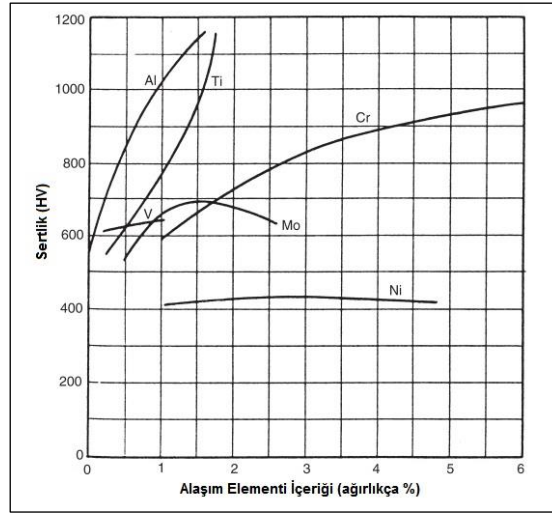
Alaşım elementlerinin oluşturmuş olduğu nitrürlerin faz diyagramlarının tespit edilmesi sırasında, oluşumları için gerekli nitrürleme potansiyellerinin çok düşük olduğu tespit edilmiştir (Şekil 3.33). Aynı zamanda bu tespit, nitrürlerin oluşum entalpileri ile alaşım elementinin azota ilgisi arasındaki dengeyi açıklamaktadır [16].



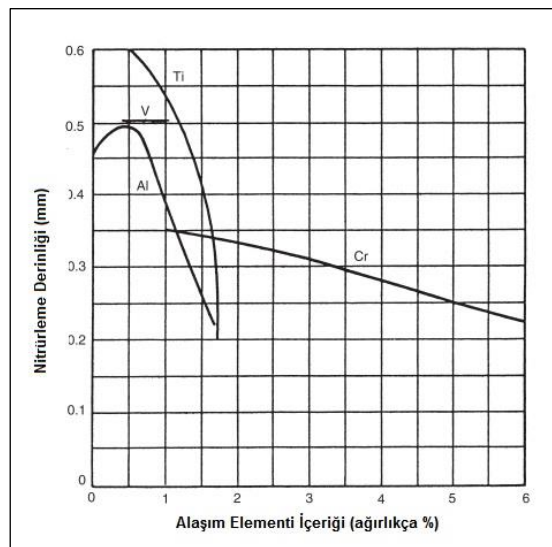
Şekil 3.33. Nitrürlerin oluşumu için gerekli nitrürleme potansiyellerinin gösterimi [16]

Şekil 3.33, düşük alaşımlı ve alaşımsız çeliklere göre yüksek alaşımlı çeliklerde daha ince oluşan beyaz tabakanın nedenini açıklamaktadır. Alaşım elementleri tarafından tutulan atomik azot, beyaz tabaka oluşumunu geciktirmekte ve aynı zamanda büyüme hızını yavaşlatmaktadır [16].

Nitrürleme sonrası elde edilen yüzey sertliği ve nitrürleme derinliği, çeliğin bünyesinde barındırdığı alaşım elementlerinin tiplerine ve oranlarına göre değişmektedir. Alaşım elementlerinin sertliğe ve nitrürleme derinliğine etkisi Şekil 3.34 ve Şekil 3.35’de gösterilmiştir.



Şekil 3.34. Alaşım elementlerinin nitrürleme sonrası elde edilen sertliğe etkisi [1]



Şekil 3.35. Çelik içerisindeki alaşım elementi oranının difüzyon bölgesindeki 400 HV efektif sertlik derinliğine etkisi [1]

Bazı alaşım elementlerinin nitrürleme üzerindeki etkileri aşağıda daha detaylı belirtilmiştir [12].

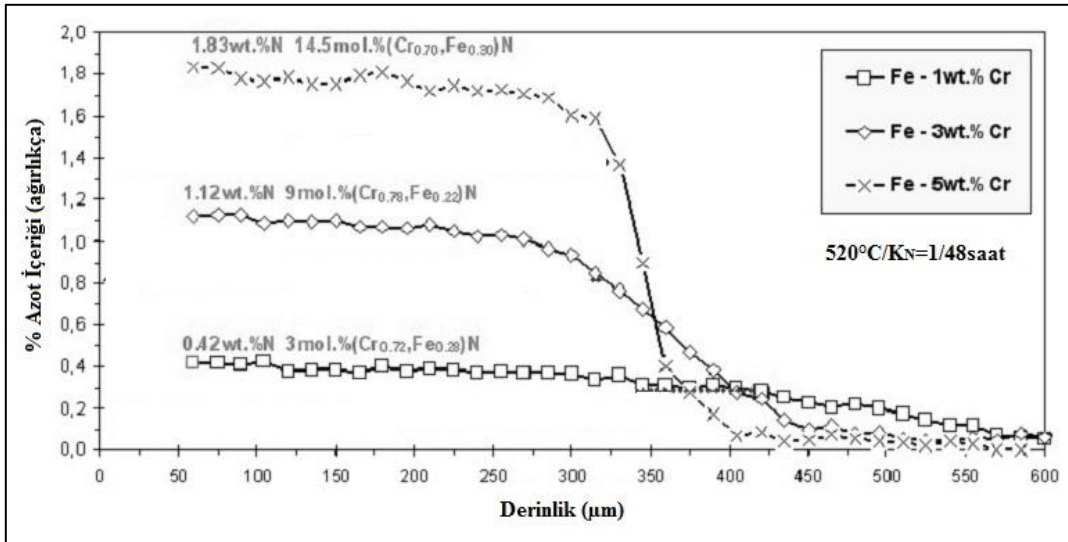
- 1) Molibden, nitrürleme sıcaklık aralığında kararlı nitrürler oluşturmakta ve nitrürleme sıcaklığındaki yüzey gevrekleşme riskini azaltmaktadır.
- 2) Vanadyum, nitrürleme sıcaklık aralığında molibden gibi aynı özellikte kararlı nitrürler oluşturmakta, ince taneli ve yüksek toklukta bir difüzyon bölgesinin oluşumunu mümkün kılmaktadır.
- 3) Tungsten, yüksek sıcaklıklarda çalışan malzemelerde sıcak sertlik değerinin korunmasını sağlamaktadır. Tungsten ayrıca, çelik içerisindeki oranına ve çeliğin kimyasal içeriğine bağlı olarak, 590 °C'ye kadar yüzey bölgesinde sertlik düşüşünü engellemekte ve aşınma direncini yükseltmektedir.
- 4) Silisyum, iyi bir nitrür yapıcı elementtir fakat çelik içerisinde stabilizatör olarak çok az oranlarda bulunmasından dolayı nitrür oluşturmamaktadır.
- 5) Titanyum, diğer alaşım elementleri arasında nitrür oluşturma eğilimi en yüksek alaşım elementidir. Titanyum, kararlı ve sert nitrürler oluşturup yüzey sertliğinin ve aşınma direncinin artmasını sağlamaktadır.

3.4.1. Krom elementinin etkisi

Çelik bünyesinde bulunan krom, nitrürlenebilen çelikler için en temel ve en önemli alaşım elementidir. Krom, nitrürleme işleminde difüzyon bölgesinin sertliğini ve kalınlığını arttırmaktadır [9]. Diğer alaşım elementleri gibi kararlı nitrürler oluşturan krom, özellikle paslanmaz çelikler içerisinde yüksek oranlarda bulunduğu için atmosferdeki oksijen ile reaksiyona girerek dış yüzeyde kromoksit tabakası oluşturmaktadır. Bu tabaka aynı zamanda atomik azotun difüzyonu için bir engel teşkil etmektedir. Dolayısıyla nitrürleme işlemi yapılmadan önce bu tabakanın bazı yöntemler ile kaldırılması gerekmektedir. Artan krom oranı sertlik artışına olumlu yönde etki edeceği gibi aynı zamanda da çeliğin nitrürlenmesini zorlaştıracaktır [1, 12].

Krom; Ti, V ve W gibi alaşım elementleri gibi aynı zamanda karbon ile de karbür oluşturma eğilimindedir. Nitrürleme esnasında daha önceden yapıda bulunan krom karbürlerin krom nitrüre dönüşümü mümkündür fakat yeni oluşan nitrürler, matris üzerinde yeni bölgelerde çekirdeklenme yerine daha önceden oluşmuş krom nitrürlerin üzerinde kristalize olup, nitrürlerin büyümesini sağlamaktadır. Bu oluşumun sertlik artışına az oranda bir etkisi olmaktadır. Yapıda katı çözeltili durumunda bulunan kromların, kromkarbürlere dönüşmesi de mümkündür. Bu dönüşüm ile bünyede nitrür yapıcı krom oranı azalmakta ve difüzyon bölgesinin sertliğinde düşüş gözlemlenmektedir [9]. Şekil 3.36'da artan krom oranının, difüzyon bölgesindeki azot oranına etkisi gösterilmiştir.

Difüzyon bölgesinde meydana gelen sertlik artışı, malzeme bünyesinde mevcut olan Cr yüzdesi ile doğru orantılıdır. Kromun azota karşı yüksek ilgisinden dolayı, krom azot ile birleşmekte ve YMK kafes sistemine sahip CrN oluşturmaktadır. Oluşan nitrürler matris ile yarı uyumlu halde çökelerek, difüzyon bölgesindeki sertlik artışını sağlamaktadır. Artan krom içeriği, difüzyon bölgesinde daha fazla azotun bulunmasına ve sertlik değerlerinin yükselmesine neden olmaktadır (Şekil 3.36).



Şekil 3.36. Fe-Cr ikili alaşım sistemlerinde artan krom içeriğinin derinliğe ve difüzyon bölgesindeki azot konsantrasyon gradyanına etkisi [41]

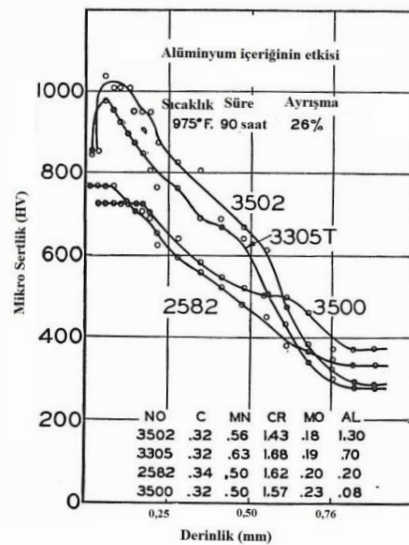
3.4.2. Alüminyum elementinin etkisi

Alüminyum, nitrüleme sonucunda yüzeyde çok sert nitrürler oluşturmaktadır. Çelik içerisinde maksimum % 1,5 oranında bulunması gerekmektedir. % 1'den fazla oranlarda yüzeyde tokluğun kritik seviyelere düşmesine ve yük altında çalışan komponentlerde yüzey çatlak oluşum riskinin artmasına neden olmaktadır [12].

Alüminyum alaşımlı çelikler, nitrürendikten sonra yüzey ve difüzyon bölgesi sertlikleri yüksek, çok iyi aşınma direncine sahip geliştirilmiş bir nitrür tabakasına sahip olmaktadır. Nitrürlenmiş tabakanın düşük tokluk ve sünekliğe sahip olması ise dezavantajdır. Dolayısıyla çalışma ortamına uygun malzeme seçiminde bu özellikler dikkate alınmaktadır [12].

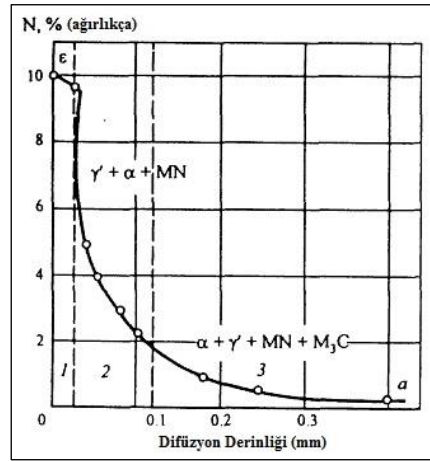
3.4.3. Al ve Cr alaşımlarının ticari çeliklerdeki sertleşme mekanizmasına etkisi

Farklı oranlarda alüminyum alaşımına sahip olan 4 farklı çeliğin, 524 °C'de % 26 ayrışma oranında 90 saat gaz nitrülenmesi sonucunda elde edilen mikrosertlik eğrileri ve difüzyon bölgesinde ölçülen sertlikler, Şekil 3.37'de gösterilmiştir. Sonuçlara göre artan alüminyum yüzdesi, sertliğin artışına sebep olmuştur fakat % 0,7 ila % 1,30 aralığındaki alüminyum oranı değişiminin sertlik artışına az oranda etkili olduğu görülmektedir [21].



Şekil 3.37. Çelik bileşimindeki farklı oranlardaki alüminyum içeriğinin sertlik ve nitrüleme derinliği üzerinde etkisi [21]

Yu. M. Lakhtin, alüminyum alaşımlı ticari çeliklerin nitrürlenmesi üzerinde çalışmalar yapmış, sertleşme mekanizması ve oluşumlar ile ilgilenmiştir [43, 57]. 34CrAlNi7 çeliğine benzerlik gösteren ve yaklaşık % 1 oranında alüminyum içeriğine sahip olan 38Kh2MYuA çeliği üzerinde yapmış olduğu çalışmalar neticesinde, Al alaşımlı çeliklerdeki nitrürleşmiş tabaka karakteristiğini ve oluşumunu Şekil 3.38'deki gibi tanımlamıştır.

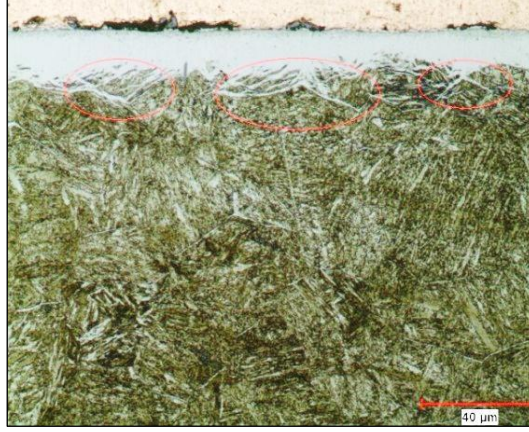


Şekil 3.38. Alüminyum alaşımlı 38Kh2MYuA çeliğinde nitrürleşmiş tabadaki azot konsantrasyon gradyanı ve oluşumlar [57]

Şekil 3.38'e göre yaklaşık % 1 oranında alüminyum içerikli bir çeliğin nitrürlenmesi ile 1 numaralı bölgede ϵ ve γ nitrürlerinin oluşturduğu, ağırlıkça azot içeriği % 10'a kadar olan pürüzlü ve kırılğan bir tabaka oluşmaktadır. 2 numaralı bölge geçiş bölgesidir ve bölge, alüminyumca zengin γ' -(Fe,Al)₄N nitrürlerinin olduğu bölgedir. Bu bölgede oluşan Al alaşımlı γ' nitrürleri, tane sınırları boyunca difüzyon bölgesine doğru nüfuz etmekte ve yayılım ile bölgenin azot konsantrasyonunu önemli oranda arttırmaktadır. 3 numaralı bölge geçiş bölgesinden sonra gelen ve azotça zengin α demirinin ve alüminyum içerikli nitrür çökeltilerinin bulunduğu iç nitrürlenme bölgesini temsil etmektedir [57].

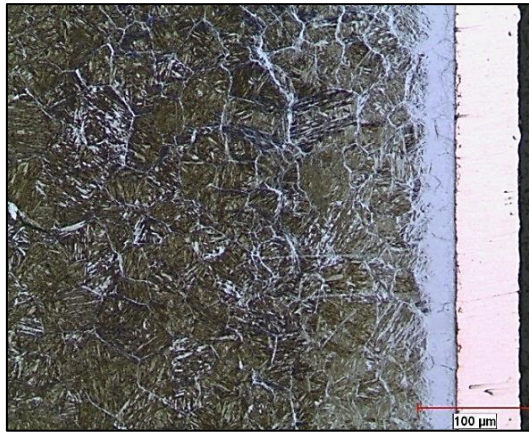
Yapılan çalışmalarda alüminyumun; Cr, V, W ve diğer alaşım elementlerinden farklı ve beklenmeyen bir davranışı fark edilmiş ve işlem esnasında alüminyum atomlarının difüzyonun etkisi ile tekrar bir dağılıma uğrayıp yüzeyde oluşan γ' -Fe₄N nitrürünü alaşımladığı tespit edilmiştir. Alaşımlarda artan alüminyum oranı ile yüzeyde oluşan ϵ nitrürünün miktarı azalmakta ve alüminyumca zengin '(Fe, Al)₄N'

nitürü, metal yüzeyinden içeri doğru lifler halinde dağılmaktadır [35, 42, 57]. Nitürleşmiş alüminyum içerikli bir çelikte oluşan bu yapı, Şekil 3.39'da gösterilmiştir.



Şekil 3.39. Gaz nitürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde beyaz tabakada oluşan $(Fe, Al)_4N$ nitürü ve tane sınırlarına doğru yayılım gösteren lifli yapısı [7]

Alüminyum alaşımlı çeliklerin nitürleşmesi esnasında tane sınırlarında diğer çeliklere nazaran daha kolay ve hızlı oluşan γ' -nitür ağları dikkat çekmektedir. Tane sınırlarında oluşan bu nitürlerin oluşum eğilimine alüminyumun etkisi vardır. Çeliğin ostenitlenme safhasında, alüminyum atomları ostenit tane sınırlarına difüze olmaktadır. Hızlı soğutma ve temperleme sonrası artık eski olarak ifade edilen ostenit tane sınırlarında bulunan alüminyum atomları, azotun öncelikle bu sınırlar boyunca difüzyonunun gerçekleşmesine neden olmaktadır [43]. Artan tane sınırı azot konsantrasyonu ile tane sınırlarında oluşan nitür ağları, Şekil 3.40'ta gösterilmiştir.



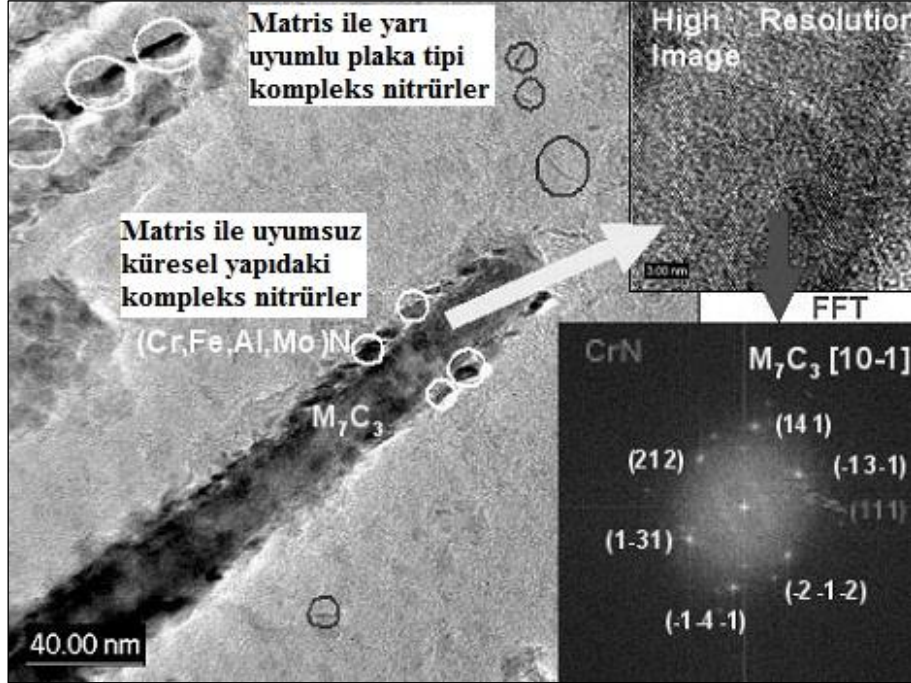
Şekil 3.40. Gaz nitürleşmiş 34CrAlNi7 çeliğinde tane sınırlarında oluşan nitür ağları [7]

Lakhtin'in yapmış olduğu çalışmalarda, nitrürleme sonrası difüzyon bölgesinde oluşumu beklenen hegzagonal kafes yapıları AlN nitrürünün oluşmadığı tespit edilmiştir. Difüzyon bölgesinde elde edilen yüksek sertlikler, α demirinin katı çözümlü sertleşmesine maruz kalması ve Cr, Mo ve Al elementlerinin, α -Fe içerisindeki azot çözünürlüğünü % 1 oranına kadar arttırmasından kaynaklanmaktadır. Matriste çökelen F_4N ve $F_{16}N_2$ nitrürleri de sertlik artışına neden olmaktadır. Difüzyon bölgesinde deneysel olarak yapılan konsantrasyon analizinde, azotun bölgedeki miktarının α demirinin maksimum çözümlenebileceği orandan çok daha fazla olduğu ve % 2 ila % 3 arasında değiştiği tespit edilmiştir. Al alaşımlı ticari çeliklerdeki difüzyon bölgesindeki yüksek azot konsantrasyonu, tane sınırları boyunca gerçekleşen difüzyon ve tane sınırlarında oluşan γ' nitrürlerinin varlığı ve alüminyumun bu fazı alaşımlamasından kaynaklanmaktadır [57]. Al içerikli $(Fe,Al)_4N$ fazının sertliği çok yüksektir ve 1200 ila 1300 HV arasındadır [43].

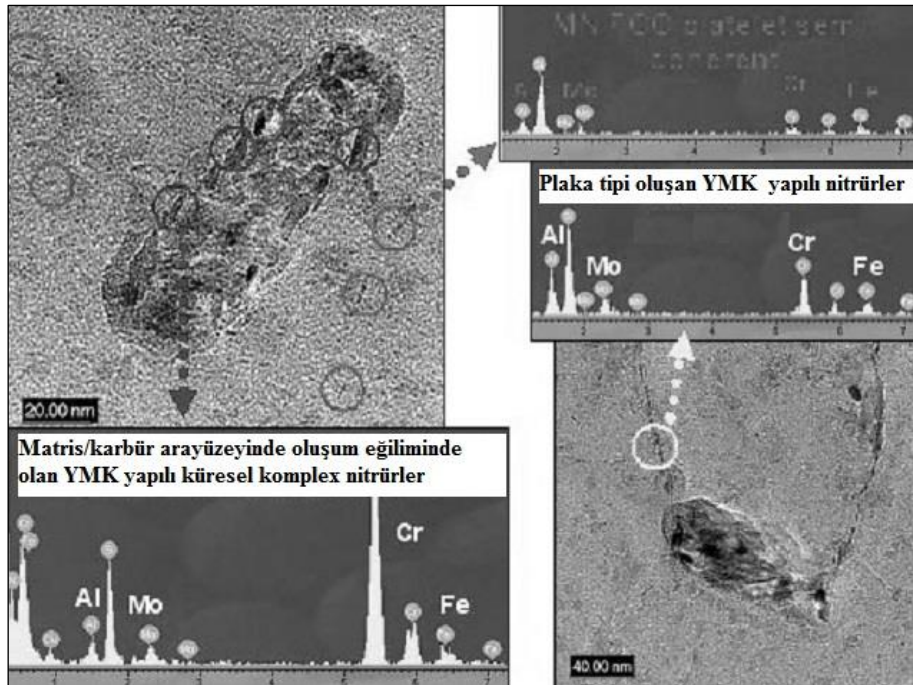
C. Ginter ve arkadaşlarının, Al ve Cr içerikli ticari çelikler üzerinde yapmış olduğu çalışmalar da Lakhtin'in deneysel sonuçları ile tutarlılık göstermektedir. Alüminyum içerikli ticari çelikler üzerinde yapılan çalışmalarda, çeliğe yapılan alüminyum katkısı ile difüzyon bölgesindeki azot konsantrasyonunda önemli ölçüde artışın gerçekleştiği tespit edilmiştir. Alüminyum, azotun difüzyonuna olumlu yönde etki etmekte ve difüzyon bölgesinde F_4N ve $Fe_{2-3}N$ nitrürlerinin çökmesine neden olmaktadır. Aynı zamanda Cr, Mo ve Fe içerikli YMK yapıdaki kompleks nitrürlerin bünyesinde bulunarak sertlik artışına sebebiyet vermektedir [41].

Ginter ve arkadaşları da Lakhtin gibi nitrürlemeden sonra difüzyon bölgesinde AlN oluşumunu öngörmüş fakat deneysel çalışmalar neticesinde hegzagonal yapıları nitrürün oluşmadığı tespit etmişlerdir. Yapılan difüzyon bölgesi konsantrasyon analizlerinde demir ve alüminyumun, Cr ve Mo ile birleşerek kompleks yapıda ve YMK kafes yapısına sahip '(Cr, Mo, Fe, Al)N' çökeltilerini oluşturduğu tespit edilmiştir. Yüzeyden 50 mikron içeride ağırlıkça % 2,6, 125 mikron derinlikte ise ağırlıkça % 1,8 oranında azot konsantrasyonu tespit edilmiştir. Aynı zamanda difüzyon bölgesinde F_4N ve $Fe_{2-3}N$ nitrür çökeltilerinin x-ışınları analizi yardımıyla tespit edilmesi, 125 mikron derinliğindeki bölgedeki yüksek azot konsantrasyonunu açıklamaktadır. Şekil 3.41'de, % 1,73 Cr, % 0,31 C, ve % 0,94 oranında Al içeren

ticari çelik üzerinde nitrüleme sonrasında yapılan HRTEM ve EDX analiz sonuçları gösterilmiştir [41].



(a)



(b)

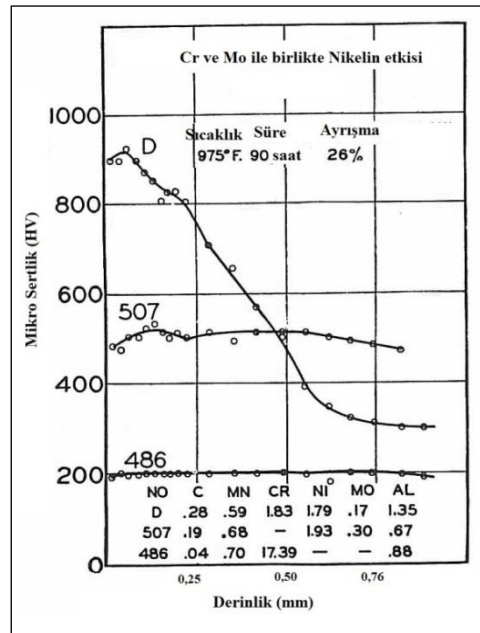
Şekil 3.41. 520 °C'de 48 saat gaz nitrülenmiş % 1,73 Cr ve % 0,94 Al alaşımlı çelikte, difüzyon bölgesindeki kompleks nitrid çökeltilerini gösteren HRTEM ve EDX analizleri [41]

Şekil 3.41'e göre, nitrilemeden sonra difüzyon bölgesinde oluşan ve çökelen iki tip kompleks nitrür mevcuttur. Matris ile yarı uyumlu olan ve plaka tipi oluşan nitrürler 'MN' (M=Fe, Al, Cr, Mo) bileşiminde olup YMK kafes sistemine sahiptir. Küresel formda oluşan nitrürler ise matris ile uyumsuz, aynı bileşimde fakat oluşum mekanizmaları farklıdır. Nitrilemeden önce sertleştirilmiş ve menevişlenmiş yapı içerisindeki $M_{23}C_6$ ve M_7C_3 karbürlerinin küresel formda ve matrisle uyumsuz kompleks nitrürlere dönüştüğü gözlemlenmektedir. Uzamış şekilde bulunan karbürlerin bir kısmı kompleks nitrürlere dönüşürken, küresel formdaki karbürlerin tamamı küresel nitrürlere dönüşmektedir. Yarı uyumlu ve plaka tipi çökelen kompleks nitrürlerin boyutları 3 nm ila 13 nm arasında değişirken, küresel formda oluşan ve matris ile uyumsuz olarak çökelen nitrürlerin boyutları ise 6 nm ila 28 nm arasında değişmektedir [41]. Alüminyum ve krom alaşımlı ticari çeliklerin sertleşme mekanizması ve bünyeye azot alımı özet olarak aşağıdaki oluşumlar neticesinde açıklanmaktadır [41, 43, 57, 61, 62, 63].

- 1) Alüminyumun, ıslah işlemi sırasında tane sınırlarına yayılımı ve nitrüleme sırasında azot difüzyonunu arttırıcı yönde etki etmesi.
- 2) Alüminyumun γ' fazı içerisinde çözünmesi sonucunda sertliği çok yüksek olan nitrürleri oluşturması, bu nitrürlerin yüzeyden içeriye ve tane sınırları boyunca yayılımı ve bölgenin azot konsantrasyonunu arttırması.
- 3) Alüminyumun Cr, Mo ve Fe ile birlikte yapmış olduğu matrisle yarı uyumlu plaka tipi kompleks nitrürlerin difüzyon bölgesinde çökmesi.
- 4) Çelik bünyesindeki $M_{23}C_6$ ve M_7C_3 karbürlerin küresel formdaki matrisle uyumsuz Al, Fe, Mo ve Fe içeren kompleks nitrürlere dönüşümü ve difüzyon bölgesinde çökmesi.
- 5) Fe_4N , $Fe_{2-3}N$ ve $Fe_{16}N_2$ nitrürlerin difüzyon bölgesinde çökmesi.
- 6) Azot atomunun α -Fe kafesi içerisinde aşırı doymun halde çözünmesi.
- 7) Azotun çeliğin mikroyapısındaki mevcut dislokasyonlara ve nitrüleme esnasında matris yüzeyinde ve tane sınırlarında oluşan nitrür çökeltilerinin oluşturduğu yeni dislokasyonlara difüzyonu.
- 8) α -Fe ve γ' arayüzeyinde özgül hacim farklılığından kaynaklı gerinim.
- 9) Al içerikli kompleks nitrürlerin, oluştuktan ve çökeldikten sonra kararlılığını koruması ve yüksek oranda yaşlanma/büyüme etkisi göstermemesi.

3.4.4. Nikel elementinin etkisi

Nikel, nitrür oluşturu bir alaşım elementi değildir. Yapılan araştırmalara göre nikelin nitrürlemeyi geciktirici etki yaptığı gözlemlenmiştir. Çelik içerisinde Al ve Cr ile birlikte bulunduğunda, nitrürleme sonrası çok yüksek yüzey sertlikleri elde edilmektedir. Eğer çelik içerisinde Mo ve Al ile birlikte bulunursa, düşük sertlik fakat iyi bir penetrasyon derinliği oluşturduğu tespit edilmiştir [9, 21]. Nikel, tek başına sertliği arttıran bir alaşım elementi olmasa da nitrürleme öncesinde çeliğin sertleşebilirliğini arttırmakta ve çekirdek sertliğini yükseltmektedir [9]. Çeliklere yapılan nikel katkısı belli bir oranın üstünde olduğu zaman, Lehrer diyagramında faz sınırlarını dikkate değer oranlarda değiştirmektedir [19]. Şekil 3.42’de değişken nikel oranlarına sahip çeliklerin mikrosertlik eğrileri gösterilmiştir.



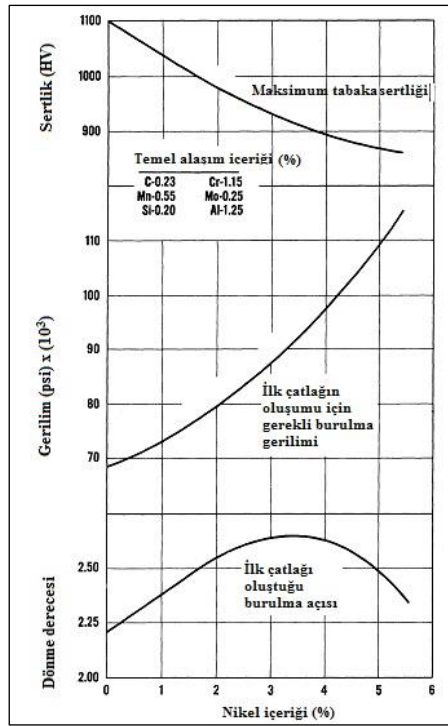
Şekil 3.42. Çelik bünyesindeki farklı nikel oranının sertlik ve nitrürleme derinliği üzerinde etkisi [21]

3.4.5. Nikel ve alüminyum alaşımlı çelikler

Nitrürleme işlemi kapsamında üretilen nikel alaşımlı çelikler, ana alaşım elementi olarak alüminyum alaşımlı, nitrürlebilirlik özelliği için geliştirilmiş olan ve endüstriyel uygulamalara göre özel alaşımlandırılmış, aynı zamanda nitrürleme işlemi ile de sertleştirilebilen çelikler şeklinde iki gruba ayrılmaktadır [44].

Bası ve burulma kuvvetlerine maruz kalan parçalarda özellikle nitrürlenmiş yüzeyin altında bulunan ve çekirdek olarak ifade edilen bölgenin dayanım değerleri çok önemlidir. Nikel ve alüminyum alaşımlı çeliklerin ıslah işlemi sonrası dayanım değerleri, nikelsiz ve alüminyum alaşımlı çeliklere nazaran daha yüksektir. Nikel aynı zamanda nitrüleme işlemi öncesi yapılan ıslah işlemi ile çekirdek bölgenin ve nitrüleme işlemi sonrasındaki difüzyon bölgesinin tokluğunu arttırmaktadır [44].

Şekil 3.43'te değişken nikel oranlarının nitrüleme sonrası elde edilen mekanik özelliklere etkisi gösterilmiştir [44].



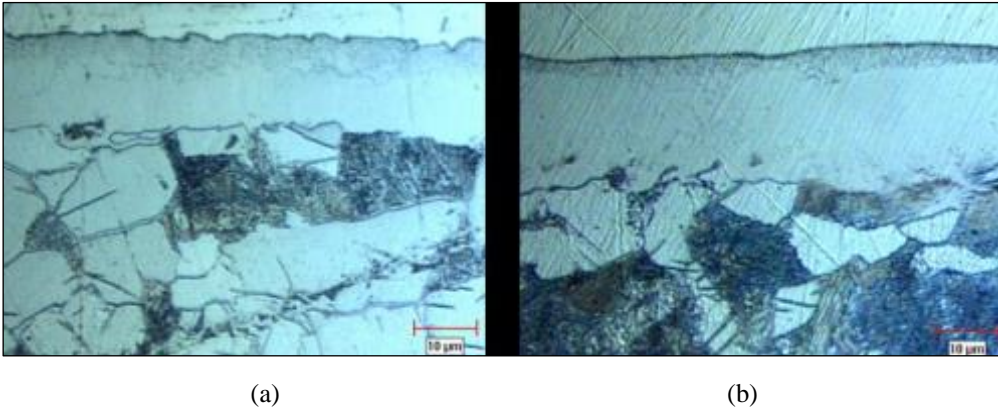
Şekil 3.43. Çelik bünyesindeki farklı oranlarda bulunan nikelin gaz nitrüleme sonrası elde edilen mekanik özelliklere etkisi [44]

3.4.6. Karbon elementinin etkisi

Alaşımlı çeliklerde nitrülenen tabakanın büyüme kinetiği ve özellikleri, çeliğin içerdiği karbon miktarından etkilenmektedir. Demir kafes sistemi içerisinde katı çözelti halinde bulunan karbon ve alaşım elementleri, difüzyonu engelleyici ve geciktirici etki yapmaktadır [9].

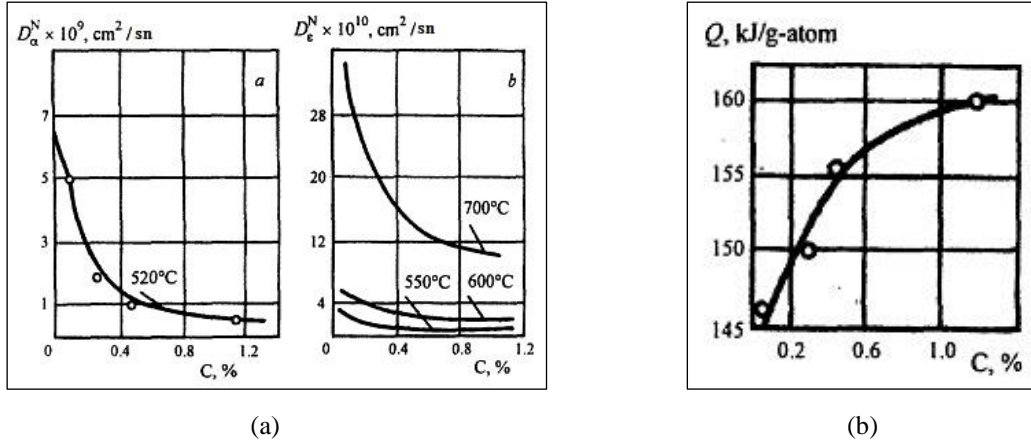
Karbon atomu, yüzeydeki azot aktifliğini arttırmakta fakat azotun çözünebilirliği azaltıcı yönde etki göstermektedir. Aynı zamanda Lehrer diyagramındaki faz sınırlarını aşağıya çekmektedir. Böylelikle faz sınırlarında daha düşük nitrürleme potansiyelleri mevcuttur [24].

AISI 1010-1020-1045 çelikleri nitrürlendiklerinde, aynı işleme giren her üç malzemede artan karbon oranı ile beyaz tabaka kalınlığının arttığı görülmektedir (Şekil 3.44). Beyaz tabakanın daha kalın oluşması, artan karbon oranına istinaden yüzeydeki azot aktifliğinin artması, difüzyon bölgesine transfer olacak atomik azotun azalması ve çözünebilirliğin düşmesinden kaynaklanmaktadır [24].



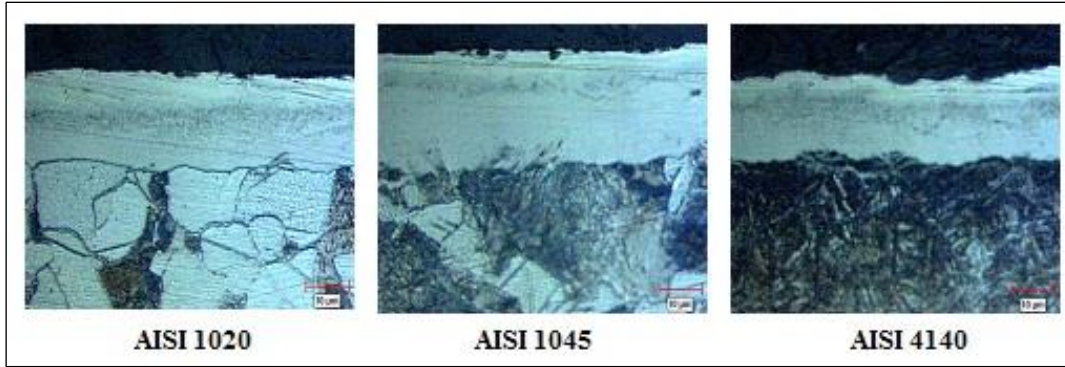
Şekil 3.44. 570 °C'de 2 saat gaz nitrülenmiş çeliklerde artan karbon oranının beyaz tabaka kalınlığına etkisini gösteren mikroyapı fotoğrafları (a) AISI 1020, (b) AISI 1045 [24]

% 0,25-% 0,30 karbon içeriğinden daha fazla oranlarda karbon içeren çeliklerde, nitrürlenmeden sonra γ' nitrürünün metal ışık mikroskobunda tespiti zordur ve genellikle gözlemlenmemektedir. Nitrülenmiş yüzeydeki ϵ ve γ' fazları aynı zamanda karbon da içerebilmektedir. Nitrürlenme esnasında karbon atomlarının ϵ nitrürü içerisindeki azot atomları ile yer değiştirmesi ve karbonitrürleri oluşturması mümkündür. ϵ nitrür kafesi içerisinde çözünen karbon atomu, kafes parametrelerinde değişikliğe sebebiyet vermektedir. Kafes parametrelerinden biri olan 'a', yüksek oranda değişerek artmakta ve aynı zamanda 'c/a' oranını azalmaktadır. Artan karbon oranı; ϵ , γ' ve α fazları içerisindeki atomik azotun difüzyon hızını azaltmaktadır [35]. Artan karbon atomunun difüzyon katsayılarına ve aktivasyon enerjisine etkisi Şekil 3.45'te gösterilmiştir.



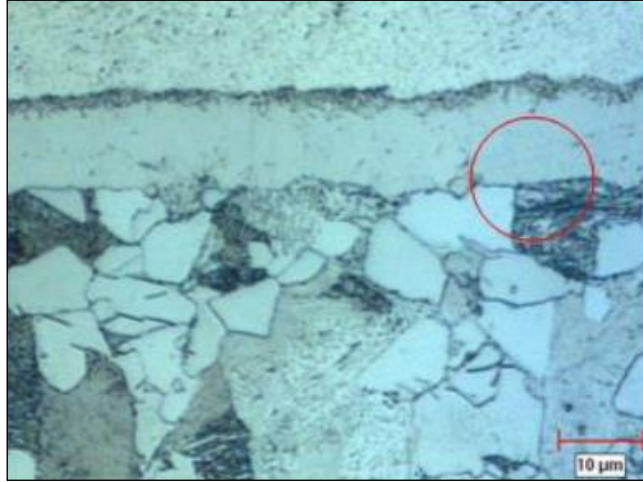
Şekil 3.45. Artan karbon oranının azotun difüzyon katsayısına ve aktivasyon enerjisine etkisi [35]
 (a) karbon oranının ϵ ve α fazları içerisindeki azotun difüzyon katsayısına etkisi
 (b) karbon oranının azotun ϵ fazındaki aktivasyon enerjisine etkisi

Şekil 3.46'da görüldüğü üzere, aynı nitrüleme işlemine tabi tutulan ve aynı karbon içeriğine sahip AISI 1045 ve AISI 4140 çeliklerinde beyaz tabaka kalınlığı aynı oluşmamıştır. Bunun nedeni AISI 4140 çeliğinde nitrür oluşturuca alaşım elementlerinin varlığıdır. 1045 çeliğinin 1020 çeliğine göre daha kalın beyaz tabakaya sahip olması ise yukarıda bahsedilen etkiler ile ilgilidir [16].



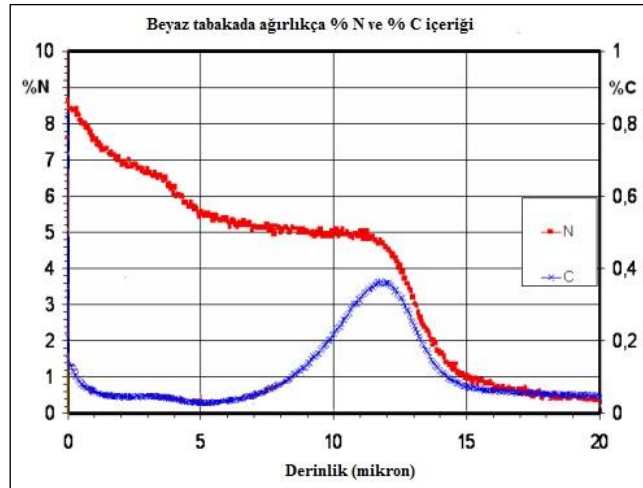
Şekil 3.46. Aynı şartlarda nitrülenmiş AISI 1020, AISI 1045 ve AISI 4140 çeliklerinde oluşan farklı beyaz tabaka kalınlıklarını gösteren mikroyapı görüntüleri [16]

Ferritik-perlitik yapıda olan çeliklerde, perlit bünyesinde bulunan Fe_3C sementitler aynı zamanda azotun varlığından etkilenerek ' $\text{Fe}_{2-3}(\text{NC})$ ' karbonitrürlere dönüşmektedir. Bu dönüşüm Şekil 3.47'de gösterilmiştir [24].



Şekil 3.47. AISI 1045 çeliğinde perlitik yapı içerisindeki sementitlerin $Fe_{2-3}(NC)$ karbonitürlere dönüşümü gösteren mikroyapı gösüntüsü [24]

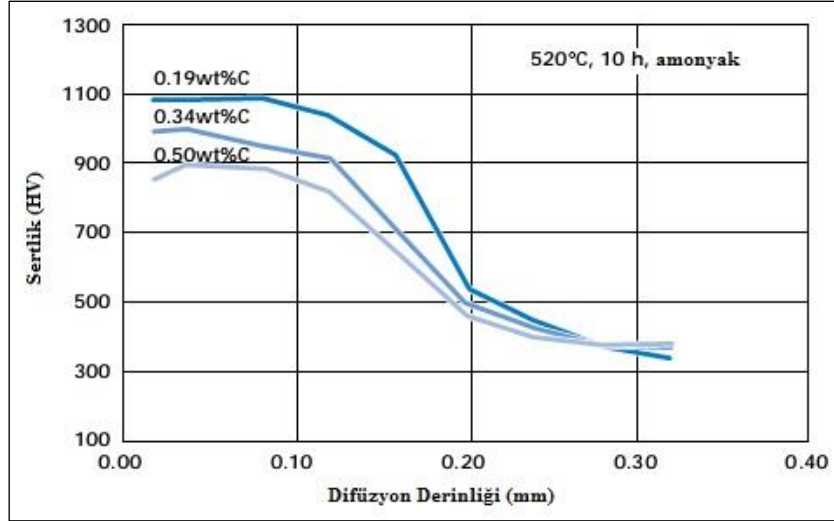
Nitrülenmiş düşük karbonlu çeliğin beyaz tabakadaki azot ve karbon konsantrasyonu Şekil 3.48’de gösterilmiştir.



Şekil 3.48. Nitrülenmiş AISI 1015 çeliğinde beyaz tabakada bulunan ağırlıkça % C ve % N içeriğini gösteren GDOES analizi [24]

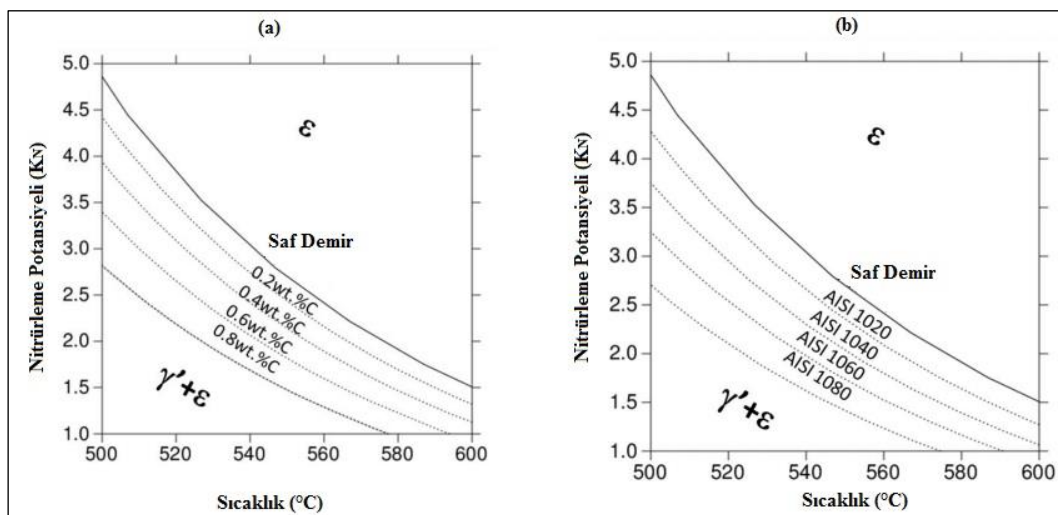
Şekil 3.48’de gösterilen analizde, beyaz tabaka kalınlığı 12 mikron olan gaz nitrülenmiş 1015 çeliğinin beyaz tabaka bitiş bölgesinde karbon oranının pik yaptığı gözükmektedir. Bu pik, karbonitürlerin oluşumundan kaynaklanmaktadır. Artan derinlik ile difüzyon bölgesinin 10 mikronluk kısmında ise dekarbürizasyon görülmektedir. Devam eden derinlik ile çeliğin içerdiği normal karbon değerine ulaşılmaktadır fakat bu, analiz sonucunda gösterilememiştir.

Şekil 3.49’da aynı Cr oranı ve farklı karbon içeriğine sahip üç çeliğin 520 °C’de 10 saat nitrülenmesi sonucunda difüzyon bölgelerinde elde edilen mikrosertlik eğrileri gösterilmiştir. Karbon oranı az olan çeliğin, nitrüleme derinliği ve sertliği daha yüksektir.



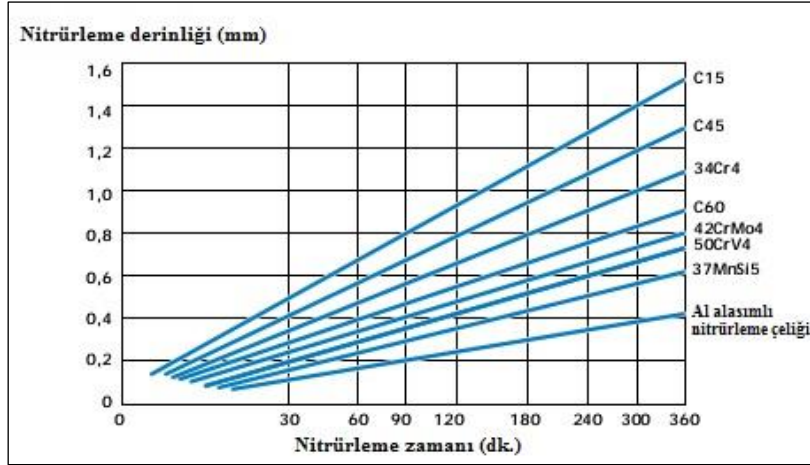
Şekil 3.49. Cr alaşımlı çelikte farklı karbon içeriğinin mikrosertlik gradyanına etkisi [45]

Saf demir için geçerli olan Lehrer diyagramındaki $(\gamma'+\epsilon)/\epsilon$ faz sınırı, farklı karbon oranları ve farklı karbon içeriğindeki çelikler için tekrar hesaplanmış ve Şekil 3.50’de gösterilmiştir.



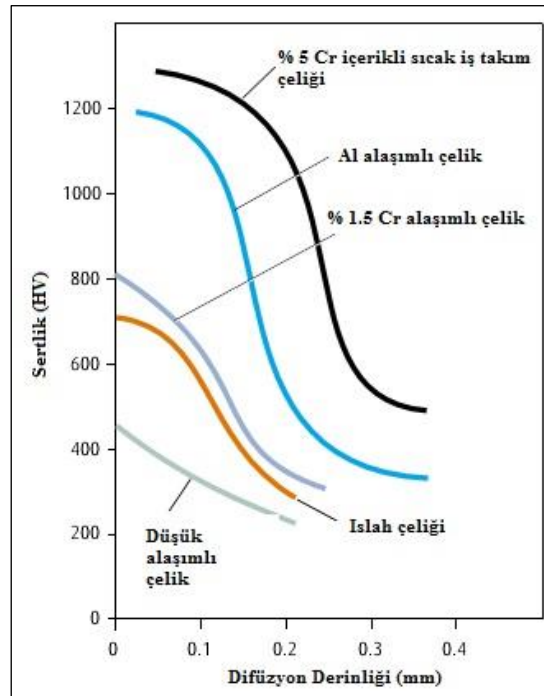
Şekil 3.50. 500 °C ila 600 °C sıcaklık aralığında farklı karbon oranları için hesaplanmış $(\gamma'+\epsilon)/\epsilon$ faz sınırlarını gösteren Lehrer diyagramının bir bölümü [32]

Karşılaştırmalar: Şekil 3.51’de farklı çelik tiplerinin süreye bağlı nitrürleme derinlikleri gösterilmiştir. Çeliğin içerdiği toplam alaşım elementi miktarının artışına bağlı nitrürleme derinliğinde düşme meydana gelmektedir.



Şekil 3.51. Farklı oranlarda alaşım elementi içeren farklı normdaki çeliklerin süreye bağlı sahip oldukları nitürleme derinlikleri ve karşılaştırması [45]

Şekil 3.52’de farklı alaşım içeriğine sahip farklı normdaki çeliklerin 510 °C’de 24 saat nitürlenmesi sonucunda elde edilen tipik sertlik eğrileri gösterilmiştir.



Şekil 3.52. 510 °C’de 24 saat nitürleme işleminden sonra farklı çeliklerde elde edilen tipik sertlik eğrileri [33]

3.5. Gaz Nitrürleme ile Geliştirilen Özellikler ve İşlem Parametrelerinin Etkisi

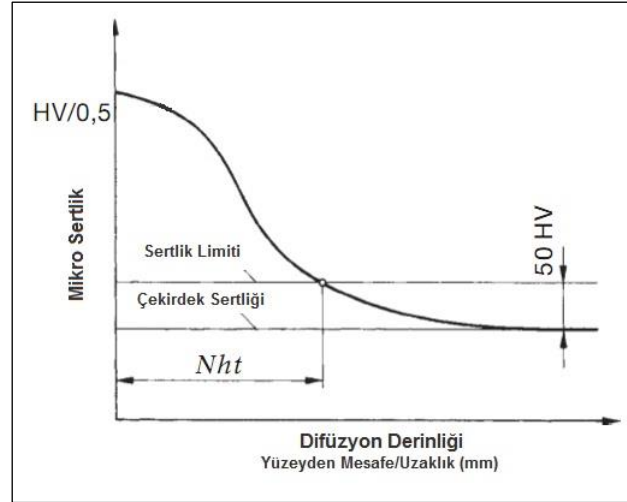
3.5.1. Nitrürlenmiş tabaka özelliklerinin tanımlanması

Herhangi bir nitrürleme yöntemi ile işlem görmüş parçalarda geliştirilen özellikler, ölçüm ve analizlerin sonucu olarak numerik ya da görsel olarak tanımlanmaktadır. Nitrürlenmiş bir tabakanın özelliklerinden bahsederken aşağıdaki tanımlamalar kapsamında değerlendirmeler ve karşılaştırmalar yapılmaktadır.

Çekirdek sertliği: Malzeme için tanımlanan çekirdek sertlik değeri, malzemenin nitrürlenmeden önce sahip olduğu sertlik değeri ya da nitrürlemeden sonra difüzyonun gerçekleşmediği bölgede ölçülen sertlik değeri olarak ifade edilmektedir. Çekirdek sertliği, malzemenin nitrürlemeden önceki son görmüş olduğu ısıl işlem ile elde edilmektedir. Çelik nitrürleme öncesi normalizasyon, ıslah vb. bir ısıl işlem ile son mekanik özelliklerine sahip olmaktadır. Ölçümler çoğunlukla analizi yapılan numune üzerinde mikrosertlik cihazı kullanılarak yapılmakta ve sertlikler 'HV' sertlik birimi ile ifade edilmektedir. Kullanılan yük genellikle 0,1 kg ila 1 kg arasında seçilmektedir.

Görsel difüzyon derinliği: Görsel difüzyon derinliği ya da görsel nitrürleme derinliği, nitrürlenmiş numune üzerinde yapılan metalografik ve metal ışık mikroskobu incelemesi neticesinde tayin edilen difüzyon derinliği olarak tanımlanmaktadır. Nitrürlenmiş numune kesiti üzerinde yapılan dağlama neticesinde, azot difüzyonunun gerçekleştiği bölge ile çekirdek bölge arasında renk farklılığı oluşmaktadır. Dağlamadan farklı etkilenen bölge üzerinde yüzeyden itibaren yapılan kalınlık ölçümü ile görsel difüzyon derinliği tayin edilmektedir.

Difüzyon derinliği: Nitrürlenmiş çeliklerde difüzyon derinliği, artan derinlikle azalan azot konsantrasyonuna bağlı azotun difüzyonun etkili olduğu en son nokta olarak tanımlanmaktadır. Difüzyon derinliğinin tespiti sertlik ölçümü ile yapılmaktadır. Çekirdek sertliğinin % 10'u ya da 50 HV üzerindeki sertlik değerinin ölçüldüğü derinlik, difüzyon derinliği olarak belirtilmektedir. Difüzyon derinliği DIN 50190-3'e göre 'Nht' birimi ile ifade edilmektedir [3, 46, 47] (Şekil 3.53).



Şekil 3.53. Nitrürlenmiş tabakada difüzyon derinliği tespitinin şematik olarak gösterimi [3, 46]

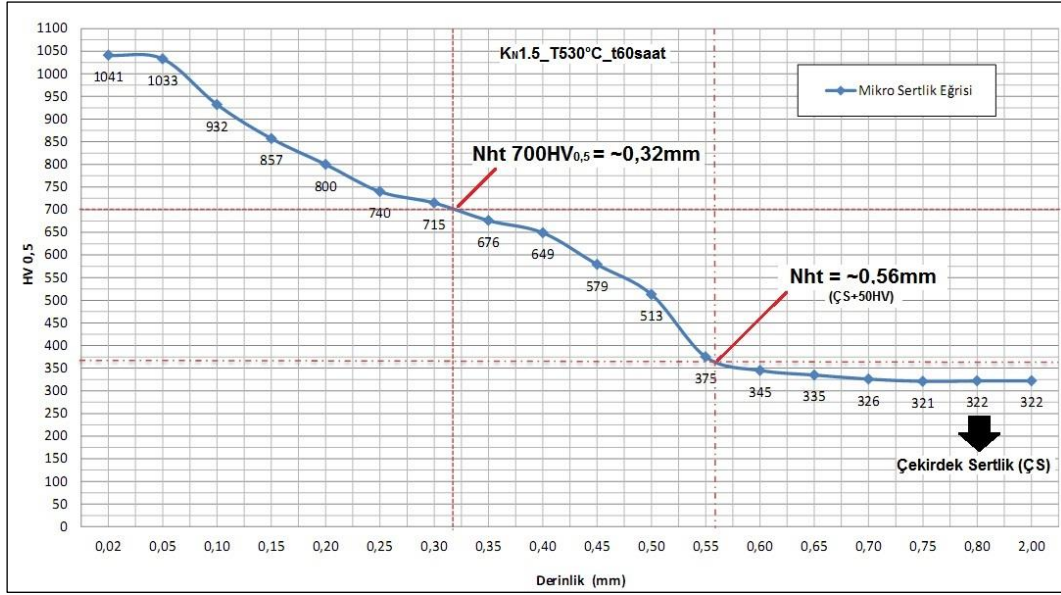
Difüzyon bölgesindeki sertliklerin tespiti mikrosertlik cihazı kullanılarak yapılmakta ve sertlikler HV birimi ile ifade edilmektedir. Kullanılan yük aralığı DIN 50190-3'e göre 0,3 kg ila 1 kg arasında değişmekte fakat nitrürlenmiş bölgede daha hassas ve birbirine yakın bölgelerde ölçümler yapılacak ise kullanılacak yükler 0,3 kg'dan az seçilebilmektedir. Bulunan sertlikler kullanılan yük ile bağlantılı olarak $HV_{0,2}$, $HV_{0,3}$, HV_1 vb. şekilde tanımlanmaktadır [3, 46, 47].

Efektif sertlik derinliği: Tanımlanan bir sertlik değerinin ölçüldüğü difüzyon derinliği olarak tanımlanmaktadır. Dişli, krank mili vb. komponentler için difüzyon derinliğinin dışında talep edilen bir minimum sertlik değerinin belirli bir derinlikte elde edilmesi gerekebilmektedir. Bu gereksinime istinaden istenilen minimum sertlik ve bu sertliğe ulaşılması gereken minimum derinliğe göre nitrürlenme işlemi yapılmaktadır. Efektif sertlik derinliği tanımlaması, DIN 50190-3'e göre aşağıdaki gibi ifade edilmektedir.

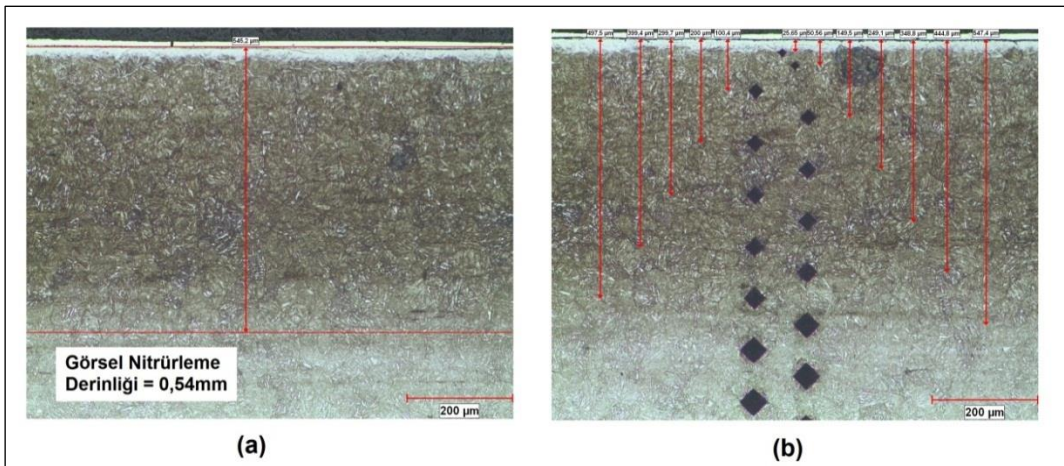
($N_{ht} 500 HV_{0,3} = 0,25 \text{ mm}$) ya da kısaltılmış şekilde ' $0,25 N_{ht} 500 HV_{0,3}$ '

Yukarıdaki tanımlamaya göre, nitrürlenme işlemi uygulanacak malzemede $500 HV_{0,3}$ limit sertliğin minimum $0,25 \text{ mm}$ difüzyon derinliğinde elde edilmesi gerekmektedir. AMS 2759-10A standardına göre, efektif sertlik derinliği için tolerans $\pm 25,4 \mu\text{m}$ olarak kabul edilmektedir [3, 46, 47].

Şekil 3.54 ve Şekil 3.55'te mikrosertlik eğrisi ve mikroyapı görüntüleri verilen gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliği için, özelliklerin tanımlamaları örnek olarak verilmiştir.



Şekil 3.54. Difüzyon derinliği ölçümlerinin gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin mikrosertlik eğrisi üzerinde gösterimi [7]



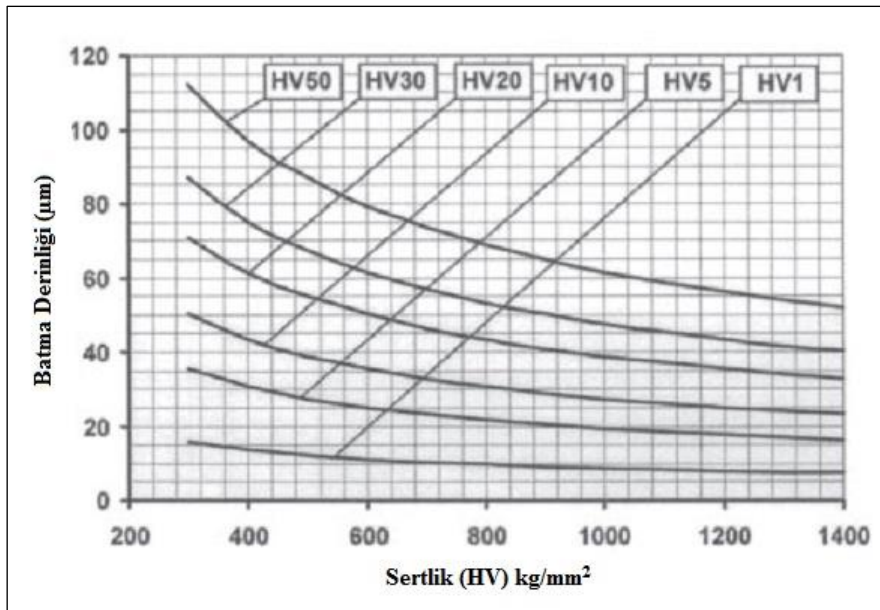
Şekil 3.55. Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde görsel nitrüleme derinliğini ve mikrosertlik izlerini gösteren mikroyapı görüntüleri (100x) [7]

Bazı literatür çalışmalarında nitrüleme derinliği 'Nhd', efektif sertlik derinliği ise 'Ehd' birimleri ile ifade edilebilmektedir.

Yüzey sertliği ve ölçümü: Nitrülenmiş bir yüzeyin sertliğini ölçmek için seçilecek sertlik yöntemi ve seçilen yönteme göre uygulama için gereken yüklerin doğru tespit edilmesi önemlidir. Seçilen yükün artması ile birlikte uç batma derinliğinin arttığı, difüzyon bölgesinde de artan derinlikle sertliğin azaldığı düşünüldüğünde, HRC sertlik ölçüm yöntemindeki gibi yüksek yüklerle yapılan ölçümler doğru yüzey sertliğini vermemektedir. Dolayısıyla nitrülenmiş yüzeylerin ölçümünde genellikle düşük yükler tercih edilmektedir.

Nitrülenmiş yüzeylerden alınan ölçümler için genellikle Vickers, Knoop ya da HRN ölçüm yöntemleri tercih edilmektedir. Vickers ve Knoop yöntemlerinde seçilen yükler 1 kg ile 30 kg arasında değişmektedir. HRN yöntemi ile yapılan yüzeysel ölçümler için HR15N (15 kg) ve HR30N (30 kg) yükleri seçilmektedir [8, 9].

Nitrüleme derinliği 0,13 mm'den az olan nitrülenmiş çeliklerde yüzey sertliği ölçümleri mikrosertlik ölçüm yöntemi ile yapılmalıdır. HRN ya da Vickers yöntemi ile alınan ölçüm değerleri ASTM E140 standardına göre HRC sertliğe ya da birbirlerine çevrilmektedir. Şekil 3.56'da vickers sertlik metodunda kullanılan yüklerin batma derinliğine etkisi gösterilmiştir.

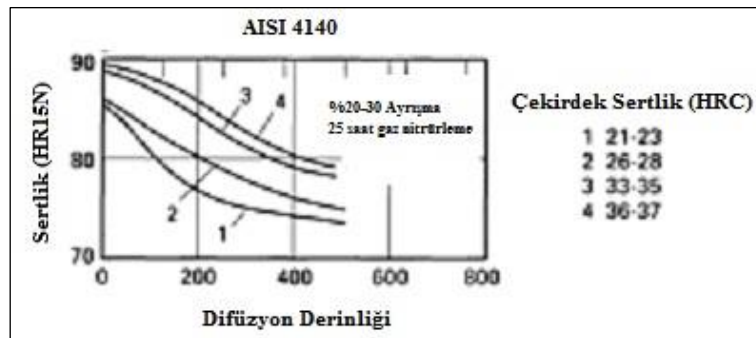


Şekil 3.56. Vickers sertlik ölçüm metodunda batma derinliği-yük ilişkisinin gösterimi [8, 9]

3.5.2. Nitrüleme öncesi yapılan ön işlemler ve mekanik özelliklere etkisi

Ön ısıl işlemler: Tüm sertleşebilir çelikler, gaz nitrüleme öncesi sertleştirilmeli ve temperlenmelidir. Ön sertleştirilmenin amacı, nitrülenmiş tabaka altında yeterli mukavemette, destek görevi gören, tokluğu yüksek ve darbeleri yeterince sönümleyebilen sünek bir yapı oluşturmaktır. Ayrıca uygulama şartlarında yüzeye gelen bası kuvvetlerinin çekirdek bölgesinin dayanım değerlerini geçmesi durumunda yüzeyde deformasyon ve ezilme meydana gelebilmektedir. Dolayısıyla nitrüleme öncesi tercih edilen mikroyapı, çoğunlukla ince taneli temperlenmiş martenzit yapısıdır. Temperleme işleminin sıcaklığı nitrüleme sıcaklığının en az 30 °C üzerinde seçilmektedir. Böylelikle yapılan temperleme işlemi ile nitrüleme öncesi malzemenin son çekirdek dayanım değerleri elde edilmekte ve nitrüleme sonrası bu dayanım değerleri korunmaktadır. Temperleme sıcaklığına çok yakın ya da üzerinde seçilen bir nitrüleme sıcaklığı, çekirdek bölgenin yeniden temperlenmesine ve mekanik özelliklerin değişimine neden olmaktadır [8].

AISI 4100 ve AISI 4300 serisi düşük alaşımli ıslah çelikleri vb. çeliklerde gaz nitrüleme sonrasında yüzey ve difüzyon bölgesinde elde edilen sertlikler, malzemenin çekirdek sertliği ile direkt olarak ilgilidir. Çekirdek sertliğindeki düşüş, aynı zamanda nitrülenmiş bölgedeki sertliklerin düşmesine neden olmaktadır. Dolayısıyla yüksek sertliklere sahip bir nitrülenmiş tabaka elde etmek için çeliğin, izin verilen minimum temperleme sıcaklığında temperlenip maksimum çekirdek sertliğine getirilmesi gerekmektedir [8]. Şekil 3.57’de çekirdek sertliğinin AISI 4140 çeliğinin nitrüleme karakteristiğine etkisi gösterilmiştir.



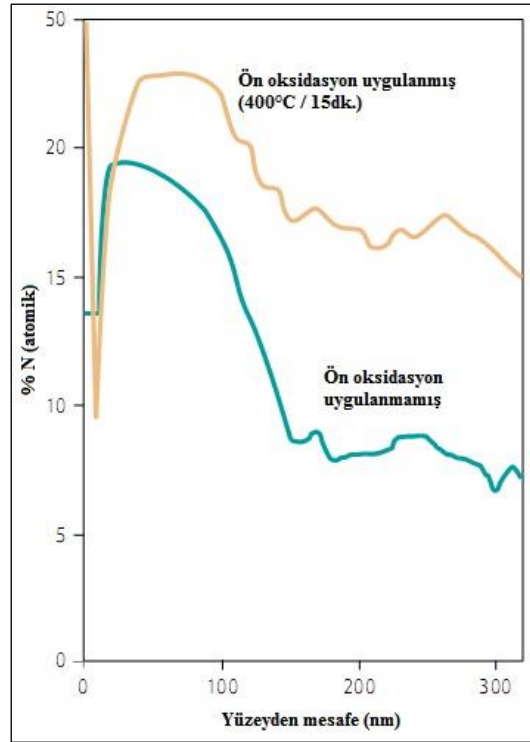
Şekil 3.57. Çekirdek sertliğinin gaz nitrülenmiş AISI 4140 çeliğinin mikrosertlik eğrisine etkisi [8]

Yüzey temizliği: Gaz nitrüleme işlemi öncesinde işlem görecektir parçaların yüzey temizliği yüksek önem arz etmektedir. Parça yüzeyinde kalan yüzey atıkları temizlenmediği takdirde azot difüzyonu için bariyer görevi görüp, işlemin başarısızlığına neden olmaktadır. Özellikle gaz nitrüleme öncesi parçaların işlenmesi ya da ön ısıtma işlemleri sonrası kesme yağları, soğutma sıvısı vb. kimyasalların yüzeyde bırakmış olduğu artık ve oluşan film tabakaları, gaz nitrüleme öncesi mutlak temizlenmeli ve giderilmelidir [9, 33].

Ön oksidasyon işlemi: Gaz nitrüleme işleminde tavsiye edilen ve sıklıkla uygulanan ön işlemlerden biri de ön oksidasyon işlemidir. Ön oksidasyon işlemi, nitrülenecek parçaların ısıtma fırını içerisinde ve hava atmosferinde 350 °C ila 450 °C sıcaklıklar arasında belirlenmiş bir sıcaklığa ısıtılıp, 30-60 dk. aralığında bekletilmesi ile gerçekleştirilmektedir. İşlem, alaşımsız ya da düşük alaşımlı çelikler için 300 °C ila 400 °C arasında, alaşımlı çelikler için 400 °C'den yüksek sıcaklıklarda uygulanmaktadır. Bu işlemin yapılması ile elde edilen avantajlar aşağıdaki gibidir [3, 33].

- 1) Nitrülenecek malzemelerin yüzeyleri termal olarak temizlenir ve azot difüzyonuna açık hale gelir. Parça yüzeyinde kalan artık partiküller aynı zamanda oksitlenir ve buharlaşarak yüzeyden ayrılır.
- 2) Ön oksidasyon işlemi ile yüzey aktifleştirilir ve azot absorpsiyonu kolaylaştırılır. Hava atmosferinde yapılan ısıtma neticesinde yüzeyde oluşan oksitler beyaz tabaka oluşumunu hızlandırır. Nitrülemenin ilk aşamalarında meydana gelen atomik azotun tekrar birleşerek parça yüzeyinden ayrılışı oksit tabakasının varlığı ile engellenip, azot alımı arttırılmakta ve çekirdeklenme hızlanmaktadır.

Şekil 3.58'de, ön oksidasyon işlemi uygulanmış ve uygulanmamış şartlar için kısa süreli nitrüleme sonucundaki yüzey azot konsantrasyonu gösterilmiştir. Şekil 3.59'da, 550 °C'de 30 dk gaz nitrülenmiş DIN C10 çeliğinin ön oksidasyon uygulanmış ve uygulanmamış durumdaki beyaz tabaka kalınlıkları ve faz içeriklerinin yüzdeleri gösterilmiştir.



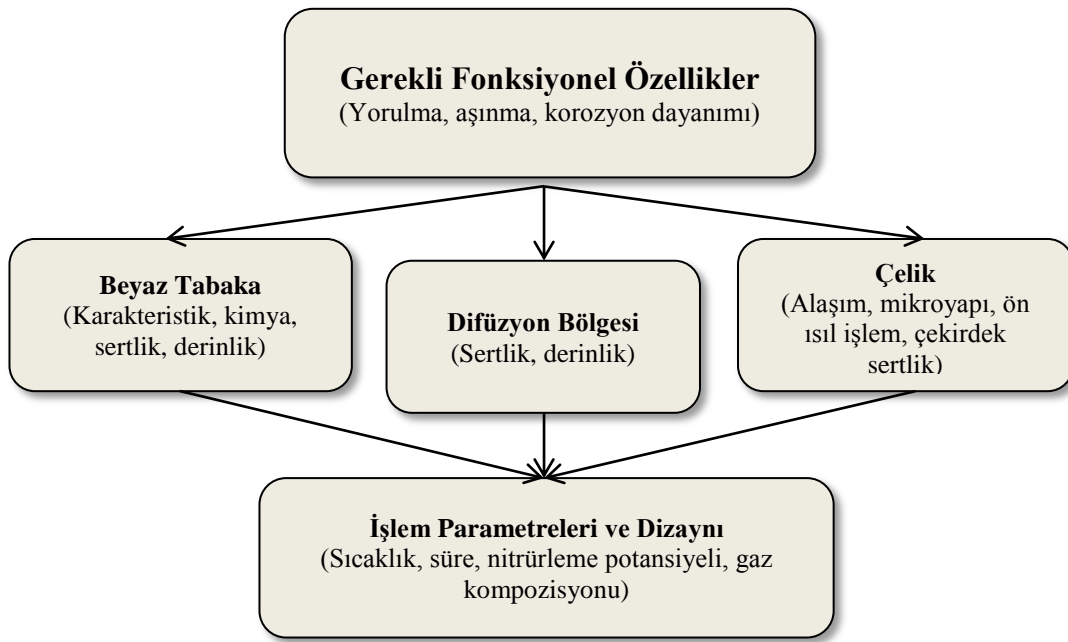
Şekil 3.58. Ön oksidasyon işleminin kısa süreli nitrürlenmiş X155CrVMo12-1 çeliğindeki yüzey azot konsantrasyonuna etkisi [33]

Nitrüleme Atmosferi	Beyaz Tabaka Kalınlığı (μm)	Faz Bileşimi (%)	
		ϵ	γ
Ön oksidasyon işlemi uygulanmamış	1.5-2.0	34	47
Ön oksidasyon işlemi uygulanmış	2.9-3.5	67	25

Şekil 3.59. Ön oksidasyon işleminin gaz nitrürlenmiş DIN C10 çeliğinin beyaz tabaka kalınlığına ve % faz bileşimine etkisi [33]

3.5.3. Gaz nitrüleme ile geliştirilen mekanik özellikler

Gaz nitrüleme işlemi ile özellikleri geliştirilecek olan parçanın; yorulma dayanımı, statik dayanımı, aşınma ve korozyon dayanımı gibi fonksiyonel özellikleri, gereksinimlere istinaden iyi tasarlanmış bir proses ve uygun malzeme seçiminin bir fonksiyonudur. Bu fonksiyonun şematik gösterimi Şekil 3.60'da verilmiştir.



Şekil 3.60. Gaz nitrüleme işlem parametreleri ile çelik ve nitrülenmiş tabaka özellikleri arasındaki ilişkinin şematik gösterimi [33]

3.5.3.1. Yorulma dayanımı ve artık gerilimler

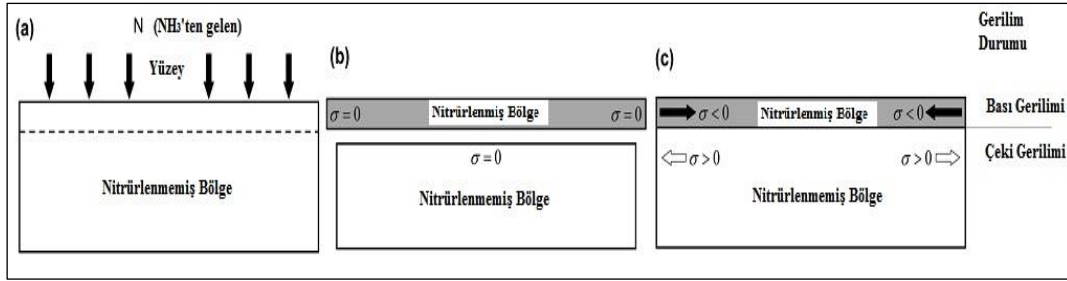
Gaz nitrüleme işlemi, temel bir yaklaşım olarak parça yüzey sertliğini arttırmakta ve sertleştirilen bölgede bası gerilimleri oluşturarak yorulma dayanımını iyileştirmektedir [45]. Nitrüleme ile difüzyon bölgesinde oluşan artık gerilimler makro gerilim olarak adlandırılmakta ve birinci sınıf artık gerilim tanımına girmektedir.

Artık gerilimler, malzemenin mekanik davranışı için faydalı ya da faydasız olabilmektedir. Gaz nitrüleme ile difüzyon bölgesinde oluşturulan belirgin iç gerilimler, yorulma dayanım değerinin artmasında önemli ve faydalı bir etki oluşturmaktadır. Yorulmaya karşı artan dayanım aşağıdaki temel mekanizma ve oluşumlar neticesinde gerçekleşmektedir [22, 48].

- 1) Difüzyon bölgesindeki hacim değişikliği
- 2) Yüzeyde ve difüzyon bölgesine doğru demir nitrürlerin oluşumu
- 3) Ferrit matrisi içerisinde çözülmüş azot
- 4) Difüzyon bölgesinde demirin ve alaşım elementlerinin oluşturduğu nitrürlerin çökmesi ve ferrit matrisini genişletme isteği

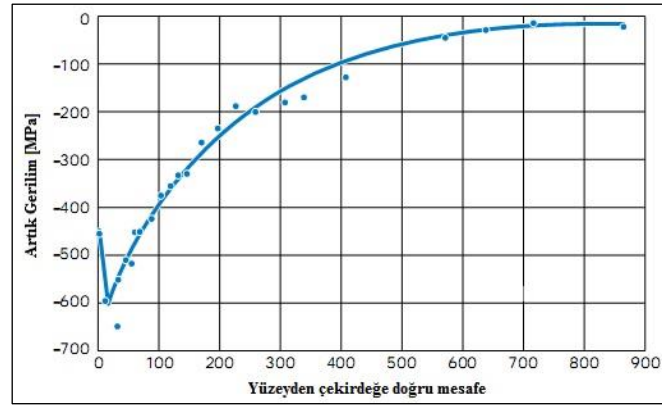
- 5) Difüzyon bölgesinde gerçekleşen dekarbürizasyon
- 6) Difüzyon bölgesinde bulunan nitrürlerin soğuma esnasında termal büzülme özelliklerinden kaynaklı oluşan gerilimler
- 7) Nitrürlenmiş tabakada termal genişleme ve büzülme farklılıkları

Yukarıdaki oluşumlar dikkate alındığında, yüzeye yakın bölgede yüzeye paralel oluşan bası gerilimleri, çatlak başlangıcını ve çatlak ilerlemesini engellemekte ya da geciktirmektedir [22]. Difüzyon bölgesinde bası gerilimlerinin gelişimi, Şekil 3.61’de şematik olarak gösterilmiştir.

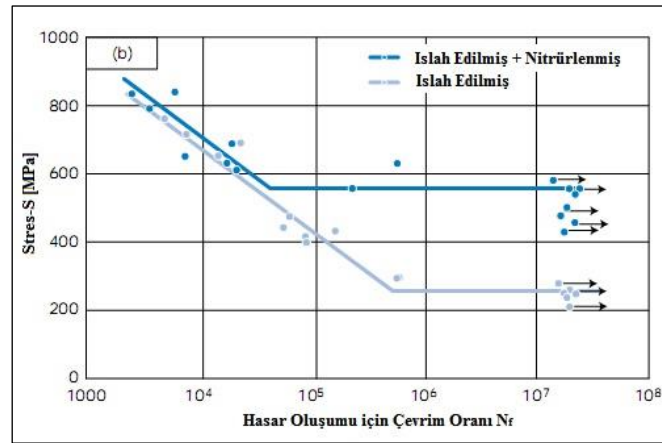


Şekil 3.61. Gaz nitürleme sırasında gelişen bası ve çeki gerilimlerinin şematik gösterimi [22]

Şekil 3.61’e göre; (a) şematüğinde, gaz nitürleme öncesi yüzeyin durumu gösterilmiştir. Atomik azotun difüzyonu ile birlikte katı çözelti oluşumu ve Cr, Al gibi nitürü yapıcı elementlerin oluşturduğu kompleks nitürlerin çökmesi ile difüzyon bölgesinde hacimsel bir genişleme meydana gelmektedir. (b) şematüğinde nitürlenmiş tabakanın ayrı olarak oluştuğu varsayılmıştır. Fakat (c) şematüğünde gösterildiği gibi gerçekte çekirdek ile nitürlenmiş bölge birbirlerine bağlıdır ve bölgeler arasında gerilim dengesi oluşmak zorundadır. Dolayısıyla nitürlenmiş bölgedeki bası karakteristiğindeki makro gerilim durumuna karşılık, çekirdek bölgede çeki karakteristiğine sahip makro gerilim durumu oluşmakta ve denge sağlanmaktadır [22]. Şekil 3.62 ve Şekil 3.63’te; 480 °C’de 24 saat nitürlenmiş, 873 MPa çekme dayanımı için sertleştirilmiş ve temperlenmiş ıslah çeliğinin, artık gerilim dağılımı ve nitürlemeden önceki-sonraki durumu için gerçekleştirilen yorulma testinin sonuçları gösterilmiştir.



Şekil 3.62. Nitrürlenmiş yüzeyde artık gerilimin artan derinliğe göre değişimi [45]



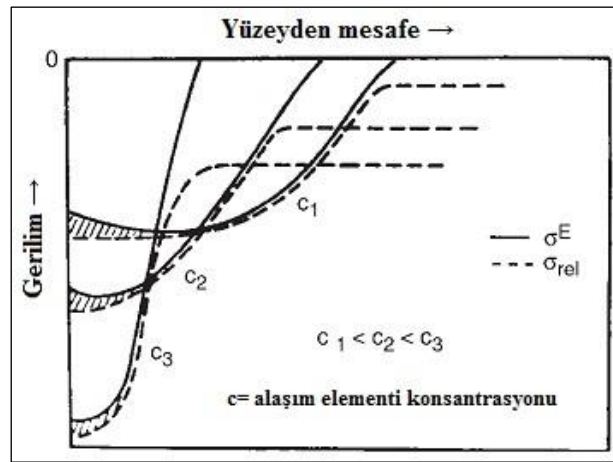
Şekil 3.63. Nitrürlenmiş ve nitrülenmemiş çentikli test numunelerinin yorulma testi sonuçları [45]

Nitrürlenmiş bölgede artan azot miktarı ve artan nitrür yapıcı alaşım elementi miktarı, artık gerilim değerlerinin yükselmesine neden olmaktadır. Azotun ferrit içerisinde maksimum çözünürlüğünün kütlece % 0,1 olduğu düşünüldüğünde, artık gerilim değeri -250 MPa'dan daha fazla olmamaktadır [48]. Tablo 3.10'da; bazı alaşım elementlerinin oluşturduğu nitrürlerin, artık gerilme değerleri üzerine etkisi gösterilmiştir.

Tablo 3.10. Nitrür yapıcı alaşım elementlerinin artık gerilim üzerine etkisi [48]

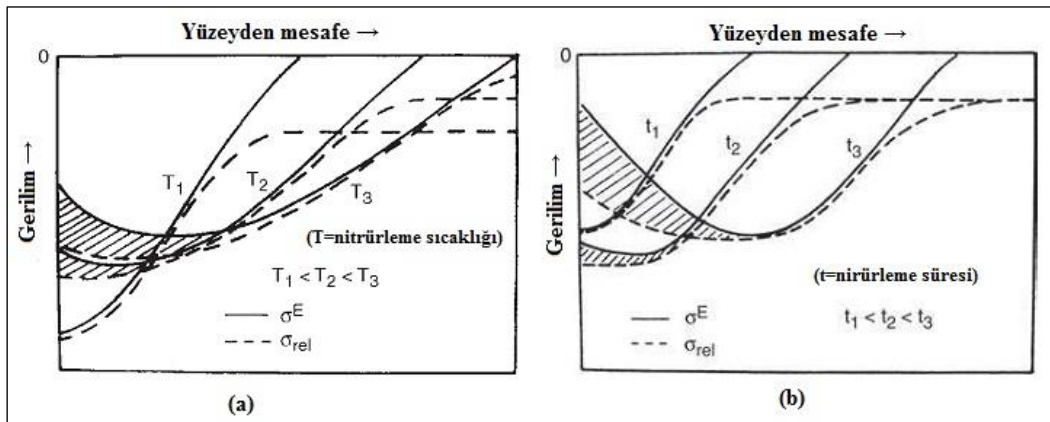
Alaşım Elementi ve Oluşturduğu Nitrür	Artık Gerilim [MPa]
AlN	-820
CrN	-440
Cr ₂ N	-210

Çelik içerisindeki Al, Cr ve Ti gibi alaşım elementlerinin oluşturduğu kompleks nitürler, difüzyon bölgesinde yüksek sertliklerin elde edilmesine ve aynı zamanda artık gerilim değerlerinin yükselmesine neden olmaktadır. Difüzyon bölgesinde tespit edilen sertlikler ile artık gerilim miktarı arasında bir bağıntı söz konusudur. Artan sertlik değerleri, bölgede artan artık gerilim miktarı olarak kabul edilebilmektedir. Çelik içerisinde artan karbon miktarı da artık gerilimlerin artmasına neden olmaktadır [48]. Şekil 3.64'te artan alaşım elementi konsantrasyonunun artık gerilim üzerinde etkisi gösterilmiştir.



Şekil 3.64. Nitrürlenmiş çelikte artan alaşım elementinin konsantrasyonunun artık gerilim üzerindeki etkisi [45]

Şekil 3.65'te nitrüleme süresinin ve sıcaklığının artık gerilim dağılımına etkisi gösterilmiştir.



Şekil 3.65. a. Nitrüleme sıcaklığındaki artışın artık gerilim dağılımına etkisi
b. Nitrüleme süresindeki artışın artık gerilim dağılımına etkisi [48]

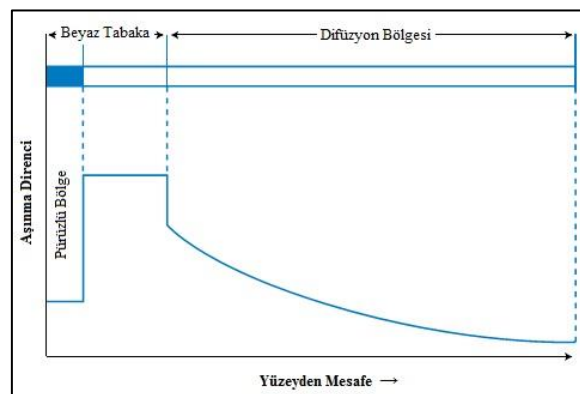
Şekil 3.66'ya göre, nitrüleme sıcaklığın artık gerilim dağılımı üzerinde etkisi yüksektir. Artan sıcaklık ile difüzyon hızının artması ve artan nitrür tane boyutları, gerilim dağılımının daha geniş alana daha düşük değerler ile yayılmasına neden olmaktadır. Aynı şekilde artan süre ile daha derin bir bası gerilimi eğrisi oluşmakta fakat yüzeye yakın bölgelerde maksimum gerilim değerlerinde düşme meydana gelmektedir [48]. Şekil 3.66'da gaz nitrüleme ile artırılan eğme yorulma dayanımı değerleri gösterilmiştir.

Çelik Tipi	Eğme Yorulma Dayanımındaki Artış (%)	
	Çentiksiz Numune	Çentikli Numune
Nitrüleme Çelikleri	Cr-Mo-Al	
	Cr-V	28-41
	Cr-Mo-V	64-130
Yağda sertleşebilen çelikler	Cr-Mo-Mn	
	C-Çeliği	43-55
	Cr-Mo	7-96

Şekil 3.66. Gaz nitrüleme işlemi ile farklı tip çeliklerde eğme yorulma dayanımındaki % artışın gösterimi [33]

3.5.3.2. Tribolojik özelliklerin geliştirilmesi

Literatürde yapılan çalışmalara bakıldığında, aşınma problemlerinin nitrüleme yöntemi ile çözümü üzerine birçok makale ve yayın bulunmaktadır. Fakat bu makalelerin birçoğu; nitrüleme parametrelerinin, beyaz tabaka kalınlığı ve faz içeriğinin, difüzyon bölgesi ve mikroyapı özelliklerinin aşınmaya etkisini tam anlamıyla açıklamamaktadır [49]. Gaz nitrülenmiş yüzeylerin tribolojik özelliklerinin gelişiminde en önemli etken beyaz tabaka karakteristiğidir.



Şekil 3.67. Nitrülenmiş tabakadaki aşınma direncinin yüzeyden mesafeye bağlı değişiminin şematik olarak gösterimi [45, 49].

Şekil 3.67'ye göre, nitrürlenmiş bir tabakanın aşınma direnci, yüzeyden çekirdeğe doğru artan derinlikle azalmaktadır. Aşınma direnci, beyaz tabaka yüzeyinde bulunan pürüzlü bölgede azalmaktadır. Bunun nedeni, pürüzlü bölgenin yorulma dayanımının ve yoğunluğunun düşük olması, homojen bir yapıya sahip olmaması ve poroziteli yapının var olmasına bağlı, tabakada oluşan çentik etkisidir. Beyaz tabakanın pürüzsüz bölgesindeki aşınma dayanımı, difüzyon bölgesinin ve çekirdeğin aşınma dayanımından daha fazladır. Eğer beyaz tabaka homojen bir yapıya sahip ise, aşınma direnci tabaka kalınlığı boyunca sabit kalmaktadır. Difüzyon bölgesinde aşınma direnci, çekirdek bölgeye doğru azalan sertlik ile doğru orantılı olarak azalmaktadır [49].

Abrazif aşınma direnci: Beyaz tabaka, abrazif aşınmaya karşı oldukça dirençlidir ve tabakanın sertliği abrazif aşınma direncini belirlemektedir. Artan tabaka sertliği, aşınma direncini arttıracaktır. Beyaz tabaka karakteristiğine bakıldığında, fazların plastik şekil değişimine çok az ölçüde izin vermesi, abrazif aşınma direncinin yüksek oluşunun diğer bir açıklamasıdır. Abrazif aşınma dayanımı, aşındırıcı sert partiküllerin beyaz tabaka sertliğinden daha az olduğu durumlarda çok iyidir. Nitrülenmemiş bir yapıyla karşılaştırıldığında, difüzyon bölgesinin abrazif aşınma dayanımı daha yüksektir. Bunun nedeni, katı çözeltiler ve çökelti sertleştirilmesi ile artan yorulma mukavemeti ve bölgesel sertliklerdir [45, 49].

Adhezif aşınma direnci: Nitrülenmiş tabakaların adhezif aşınma direnci oldukça iyidir. Dış yüzeyde oluşan seramik yapıya beyaz tabaka, düşük sürtünme katsayısına sahip olup, karşısında çalışan çelik yüzeyi ile mikro kaynak bölgelerini oluşturma eğilimi düşüktür. Bunun nedeni, koruyucu görevi gören azot ile modifiye edilmiş kafes yapısı ve elektron dizilimindeki değişikliklerdir. Aynı zamanda dış yüzeyde oluşan pürüzlü bölge, sinterlenmiş rulman malzemelerinde olduğu gibi yağ tutucu özellik gösterecek ve adhezyon direncinde önemli ölçüde arttıracaktır [45, 49].

Yorulma aşınması direnci: Nitrülenmiş yüzeylerin, yorulma etkisi ile meydana gelen aşınma mekanizmasına karşı dirençleri çok yüksektir. Bunun nedeni, beyaz tabaka ve difüzyon bölgesindeki basınç gerilmeleri niteliğinde olan kalıntı gerilmeler ve yorulma dayanımındaki artıştır.

3.5.3.3. Korozyon dayanımı özelliklerinin geliştirilmesi

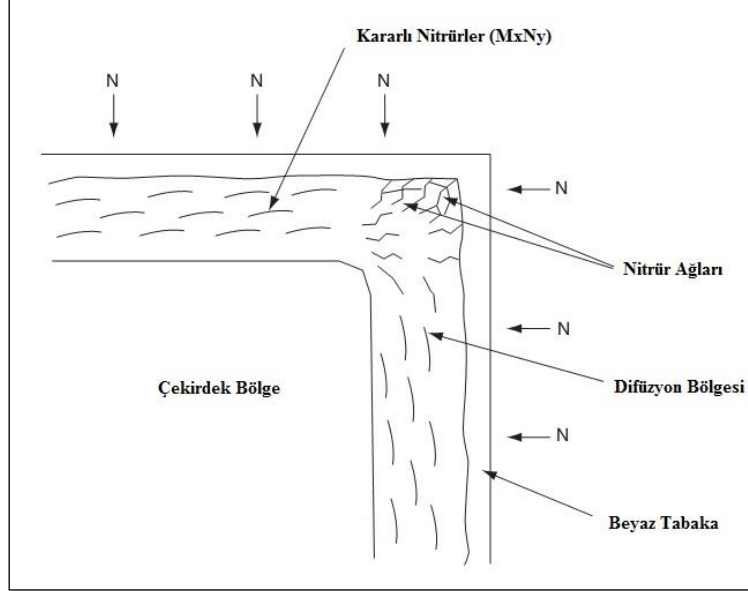
Gaz nitrüleme işlemi, diğer termokimyasal yüzey sertleştirme işlemleri ile karşılaştırıldığında, korozyon dayanımının iyileştirilmesinde benzersiz bir yöntem olarak bilinmektedir. Korozyon direncindeki artışın nedeni, gaz nitrüleme sonrasında seramik yapıda olan beyaz tabakanın üstün elektrokimyasal özelliklere sahip olması ve bünyesinde barındırmış olduğu ϵ , γ' nitrürlerin ve karbonitrürlerin varlığıdır [33].

Nitrür tabakalarının korozyon dirençleri; öncelikli olarak yapılarına, özel karakteristiklerine, morfolojilerine ve faz bileşimlerine bağlıdır. Korozyon direnci, nitrülenmiş yüzeye ek bir işlem uygulanarak arttırılabilmektedir. Genellikle devamında uygulanan oksidasyon başta olmak üzere, emdirme ya da parlatma bu işlemlere örnek olarak verilmektedir. Bu işlemler, oluşturulan tabakalar pürüzlü ise gereklidir. Fakat pürüzlü bölgeler çoğu kez anti-korozif tabakaların içerisinde meydana gelmektedir. Genellikle bu kusur, emdirme ve oksidasyon ile giderilebilmekte ama ek işlemler, işlem maliyetini arttırmaktadır. Daha az maliyetli bir koruyucu katman oluşturulması, yeterince iyi bir korozyon dayanımına sahip, ek bir oksidasyon ve emdirme işlemine gerek duymayan, pürüzlü bir ürün yüzeyi vermeyen, ince ve sıkı tek faz γ' -Fe₄N tipi bir nitrür tabakasının oluşturulmasına bağlıdır [50].

3.5.3.4. Köşe azot yığılmasının ve tokluğun iyileştirilmesi

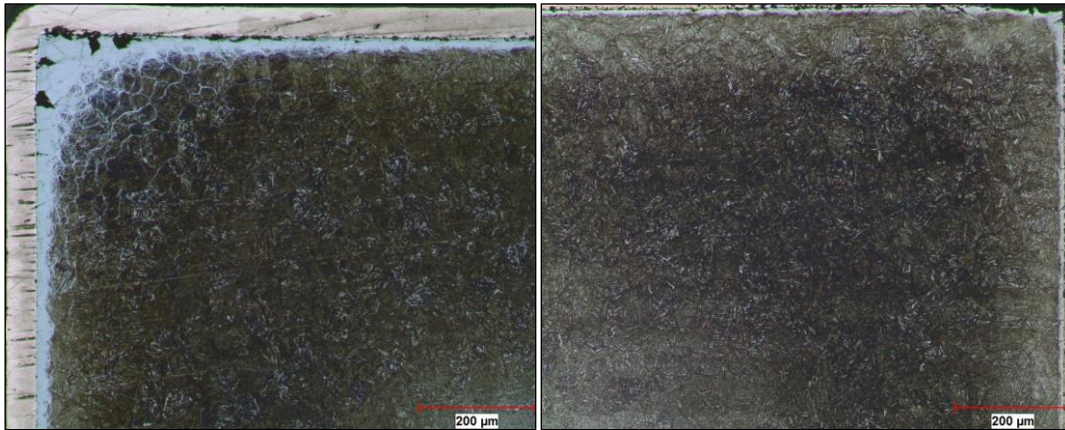
Şekil 3.69'da gösterildiği gibi, gaz nitrüleme ile sertleştirilecek parçalar, farklı iki yönden ortak noktada kesişen keskin köşelere sahip olabilmektedir. Bu bölgelerde azotun eş zamanlı olarak her iki yüzeyden de difüzyonunun gerçekleştiği düşünüldüğünde, bölgeler azotça aşırı doymuş hale gelmektedir. Aşırı doymuş bölgelerin tane sınırlarında oluşan nitrür ağları ve aşırı doymuş taneler, bölgenin lokal olarak mukavemetinin azalmasına, bölgenin gevrekleşmesine ve nitrülenmiş yüzeyden kolayca kopup ayrılmasına sebep olmaktadır. Hassas olan bölgelerde oluşan azot yığılmasının kontrolü, doğru nitrüleme potansiyeli ve sıcaklığın

seçilmesi ile mümkündür. Sıcaklığın ve nitrüleme potansiyelinin düşürülmesi, köşe azot yığılmasının oluşmamasını sağlamaktadır [1, 2, 9].



Şekil 3.69. Nitrürlenmiş parçaların keskin köşelerinde meydana gelen azot yığılmasının şematik olarak gösterimi [2]

Şekil 3.70'te aynı nitrüleme derinliği ve yüzey sertliği için gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin, doğru potansiyel seçimi sonrasında köşe bölgesinde yapılan iyileştirme gösterilmiştir.



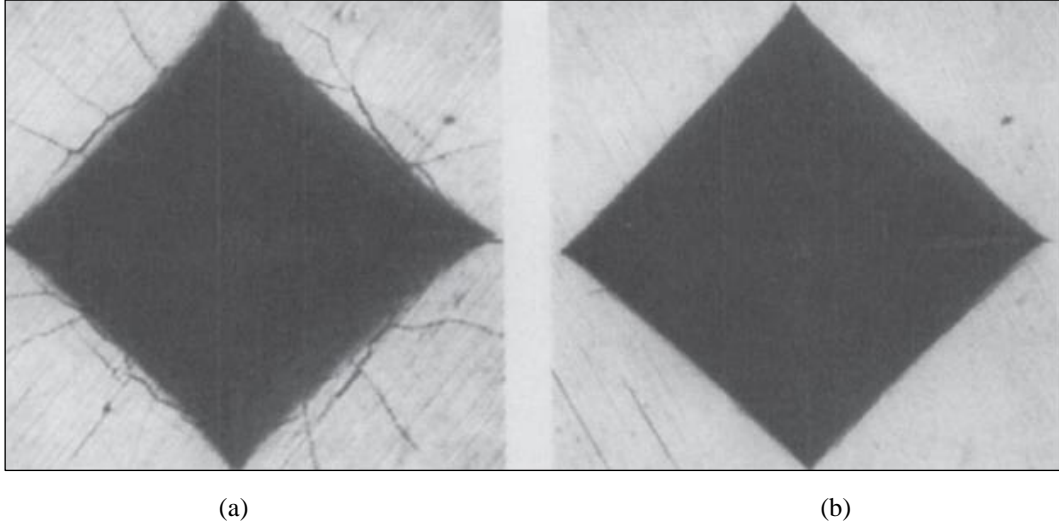
(a)

(b)

Şekil 3.70. Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin köşe yığılmasına etkisini gösteren mikroyapı fotoğrafları (100x), (% 3 Nital) [7]

- ikinci aşama nitrüleme potansiyeli $K_N: 1,2 \text{ atm}^{-1/2}$
- ikinci aşama nitrüleme potansiyeli $K_N: 0,50 \text{ atm}^{-1/2}$

Şekil 3.71’de, aynı yüzey sertliği için gaz nitrülenmiş AISI 4340 çeliğinin, kontrollü gaz nitrüleme yöntemi ile nitrülenmesi sonucunda yüzey tokluğunun arttığını gösteren mikroyapı fotoğrafları gösterilmiştir.



Şekil 3.71. Geleneksel ve kontrollü gaz nitrüleme yöntemleri ile nitrülenmiş aynı yüzey sertliğine sahip AISI 4340 çeliğinde, yüzeyden alınan HV₃₀ sertlik izlerinin metal ışık mikroskobu görüntüleri ve karşılaştırılması [9]
 a. geleneksel gaz nitrüleme
 b. K_N potansiyel kontrollü gaz nitrüleme

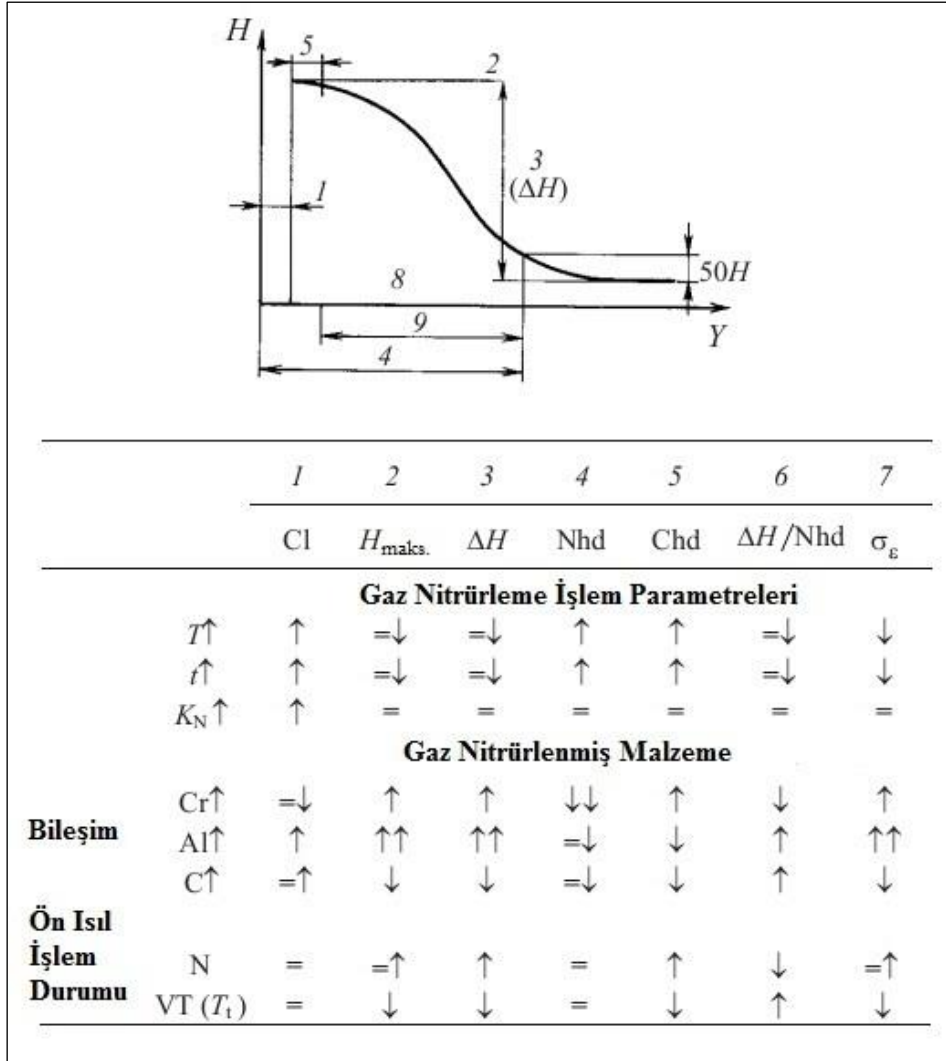
3.5.4. İşlem parametrelerinin etkisi

Gaz nitrüleme işleminin temel kontrol parametreleri; ayrışma oranı, nitrüleme potansiyeli, sıcaklık ve süre olarak ifade edilmektedir. Modern gaz nitrüleme yönteminde, termodinamik kontrol parametresi olarak bilinen K_N'nin amonyak ayrışma kontrolü yerine kullanılması, işlemten sonra elde edilen sonuçların tekrarlanabilirliği ve istenilen özelliklerin elde edilmesinde çok önemlidir. Dolayısıyla işlemin temel kontrol parametreleri aşağıdaki gibi ifade edilmektedir.

T : Sıcaklık

t : Süre

K_N : Nitrüleme potansiyeli

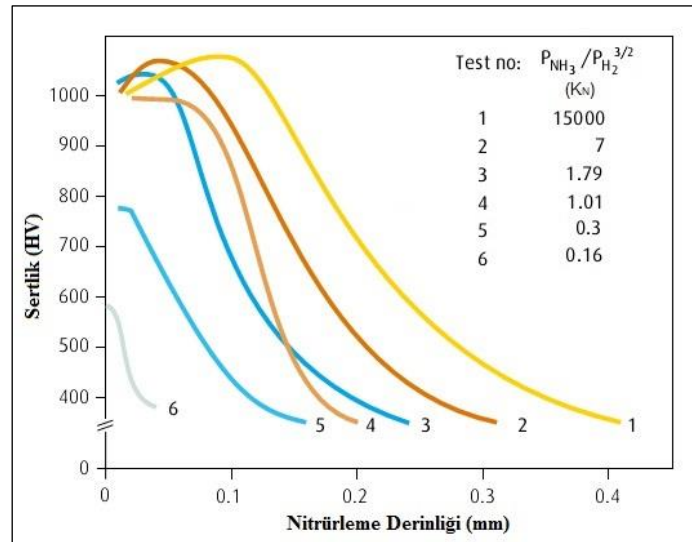


Şekil 3.72. Gaz nitrüleme parametrelerinin, işlem sonuçlarına etkisinin şematik olarak gösterimi [51]
H: sertlik, Y: yüzeyden mesafe, 1) Cl: beyaz tabaka kalınlığı, 2) $H_{maks.}$: maksimum yüzey sertliği, 3) ΔH : nitrüleme sonrası sertlikteki büyüme, 4) Nhd: difüzyon bölgesinin kalınlığı, 5) Chd: nitrür bileşiklerinin oluşturduğu tabaka kalınlığı, 6) $\Delta H/Nhd$: kalıntı gerilme, 7) σ_{ϵ} : kalıntı gerilme, 8) çekirdek sertliği, 9) difüzyon bölgesinin sertliği, N: normalize edilmiş, VT: sertleştirilmiş ve temperlenmiş, T_i : temperleme sıcaklığı

Şekil 3.72'de gaz nitrüleme işlem parametrelerinin, mekanik özelliklere ve işlem sonuçlarına etkisi gösterilmiştir. İşlem parametre değerlerinin artışına bağlı olarak oluşan değişimleri gösteren şekil, genel ve tutarlı bir yaklaşımdır fakat gaz nitrülenecek çeliğin normuna ve özelliklerine göre, parametrelerin değişimi farklı sonuçların elde edilmesine neden olmaktadır. Şekil 3.72'deki genel yaklaşıma istinaden, parametrelerin değişimi sonucunda elde edilecek temel sonuçlar ve farklılıklar aşağıdaki gibi sıralanmaktadır.

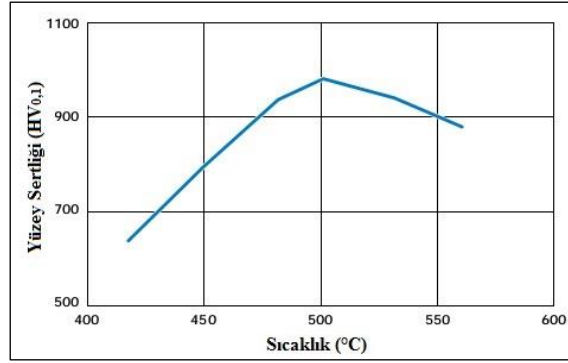
- 1) Nitrürleme potansiyelinin artışı ile beyaz tabaka kalınlığı artmaktadır. Diğer özelliklerin aynı kalacağı ifade edilmiş olsa bile artan K_N değerleri, difüzyon bölgesinde elde edilen maksimum mikrosertlik değerini, yüzey sertliğini, difüzyon derinliğini ve artan sertliğe bağlı olarak kalıntı gerilmelerin artmasına neden olmaktadır.
- 2) Yüzey sertliği, maksimum kalıntı gerilim değeri, difüzyon bölgesinde elde edilen mikrosertlik değerleri artan sıcaklık ile düşmekte, mikrosertlik eğrisi (-) y eksenini yönünde kaymakta, difüzyon derinliği, çekirdeğe doğru kalıntı gerilim dağılımı ve belirli bir sıcaklığa kadar beyaz tabaka kalınlığı artmaktadır.
- 3) Artan süre ile beyaz tabaka kalınlığı ve difüzyon derinliği artmakta, kalıntı gerilim dağılımı çekirdek bölgesine doğru yayılmakta ve maksimum kalıntı gerilim değeri düşmektedir.

İşlem parametrelerinin etkileri ve nedenleri, literatürde yapılmış deneysel çalışmalara bağlı olarak aşağıdaki şekillerde açıklanmıştır.



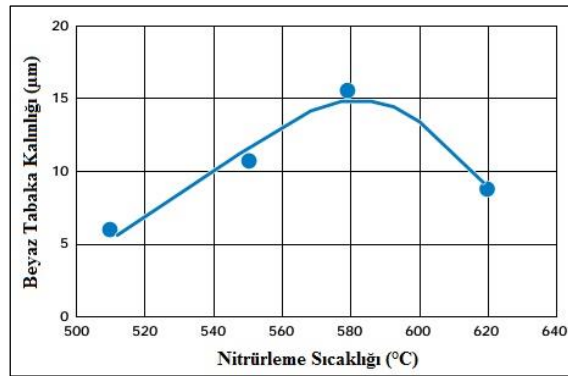
Şekil 3.73. Nitrürleme potansiyelinin 510 °C'de 24 saat gaz nitrürlenmiş Al alaşımındaki difüzyon bölgesi sertlik eğrisine etkisi [33]

Şekil 3.73'te artan nitrürleme potansiyelinin difüzyon bölgesindeki sertleşmeye etkisi gösterilmiştir. Artan nitrürleme potansiyeli ile difüzyon derinliği artmaktadır. Bunun nedeni, yüksek nitrürleme potansiyellerinde yüzeyde azot denge konsantrasyonunun yüksek olması ve azot alımının artmasıdır.



Şekil 3.74. Cr ve Mo alaşımlı En40B çeliğinin 10 saat gaz nitrüleme sonucunda elde edilen yüzey sertliklerinin seçilen nitrüleme sıcaklığına göre değişimi [45]

Şekil 3.74'te artan nitrüleme sıcaklığının yüzey sertliğine etkisi gösterilmiştir. Maksimum yüzey sertliği yaklaşık olarak 500 °C'de elde edilmiştir. 500 °C'den düşük sıcaklıklarda yüzey sertliğinin düşük olması, azot alımının difüzyon katsayısına bağlı olarak düşük oluşu ve oluşan nitrür yoğunluğundaki azlıktır. 500 °C'den yüksek sıcaklıklarda gözlemlenen yüzey sertliğindeki düşüşün nedeni, oluşan nitrürlerinin büyümesi ve artan difüzyon katsayısı ile difüzyon bölgesindeki azot konsantrasyonunun çekirdeğe doğru yayılımıdır [45].



Şekil 3.75. Nitrüleme sıcaklığının fonksiyonu olarak beyaz tabaka kalınlığının değişimi [45]

Şekil 3.75'te gösterildiği üzere artan sıcaklıkla birlikte beyaz tabaka kalınlığı artmaktadır. Fakat sıcaklık, belirli bir limit değerini aştığı andan itibaren tabaka kalınlığı düşmektedir [45]. Bunun nedeni, artan sıcaklıkla birlikte amonyakın ayrışma oranındaki artış ve nitrüleme potansiyelindeki düşüştür. Sıcaklığın etkisi ile azotun difüzyon katsayısının artması ve gaz atmosferi ile çelik yüzeyi arasındaki azot aktifliğinin düşmesi, yüzeyde demir nitrür oluşum hızını düşürücü yönde etki yapmaktadır.

BÖLÜM 4. DENEYSEL ÇALIŞMA

4.1. Giriş

Bu çalışmada, 34CrAlNi7 çeliği için tek aşamalı ve çift aşamalı gaz nitrüleme deneyleri yapılmış ve yöntem olarak K_N kontrollü gaz nitrüleme yöntemi seçilmiştir. Deneysel çalışmalar kapsamında seçilen işlem parametrelerinin, çeliğin mekanik özelliklerine ve çeliğin nitrülenme karakteristiğine etkisi incelenmiştir.

Deneysel çalışma iki bölümden oluşmaktadır. Birinci bölümde, farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde yapılan tek aşamalı nitrüleme deneyleri sonucunda 34CrAlNi7 çeliğinde azotun difüzyonu için gerekli olan aktivasyon enerjisi hesabı yapılmış ve her sıcaklık için difüzyon katsayısı hesaplanmıştır. Birinci bölümde yapılan nitrüleme deneyleri kapsamında çeliğin nitrülenme karakteristiği ve nitrülenmiş tabaka özelliklerindeki değişimler incelenmiştir.

İkinci bölümde tek aşamalı ve çift aşamalı gaz nitrüleme deneyleri yapılmıştır. Yapılan deneysel çalışmalar kapsamında toplam aktif nitrüleme süreleri sabit tutularak, işlem sıcaklığı ve nitrüleme potansiyelindeki değişimin nitrülenmiş tabaka özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir. İkinci bölümde yapılan her deneysel çalışma için aşınma testleri yapılmış olup, işlem parametrelerinin aşınma hacmi, sürtünme katsayısı ve aşınma hızı üzerindeki etkisi incelenmiştir.

Bu çalışmada, gaz nitrüleme parametrelerinin etkisinin dışında, seçilen nitrüleme yönteminin etkisi de incelenmiştir. Tek aşamalı ve çift aşamalı nitrüleme yöntemleri ile gaz nitrüleme işlemine tabi tutulan 34CrAlNi7 çeliğinde, seçilen nitrüleme yönteminin nitrülenmiş tabaka üzerindeki etkisi incelenmiş, yöntemler ve sonuçlar üzerinde karşılaştırmalar yapılmıştır.

Çalışmanın amacı: Yapılan deneysel çalışmaların amacı, gaz nitrüleme işleminde seçilecek yöntem ve işlem parametrelerinin 34CrAlNi7 çeliğinin gaz nitrülenme karakteristiği üzerindeki etkisinin anlaşılmasını ve yorumlanmasını sağlamaktır. Çelikten çalışma ortamında beklenen özelliklerin yeterli bir şekilde tanımlanması ve tanımlanan gereksinimlere bağlı olarak doğru yöntem ve doğru işlem parametrelerinin seçimi, optimum özelliklerin elde edilmesi için çok önemlidir. Dolayısıyla ulaşılmak istenen optimum özelliklerin en uygun maliyetle elde edilmesi için değişkenlerin etkisi iyi anlaşılmalı ve doğru işlem parametreleri seçilmelidir. Bu kapsamda, yapılan deneysel çalışmalar ve çalışmalar neticesinde elde edilen sonuçların, ısıtma işlem uygulayıcısı ile uygulayıcıya talep oluşturan arasında karşılıklı katma değer oluşumu için kullanılacak veri niteliği taşıması hedeflenmiştir. İstenilen mekanik özelliklere uygun işlem maliyeti ve doğru parametreler ile ulaşan ısıtma işlem uygulayıcısı, aynı zamanda uygun maliyette ve kaliteli hizmet alan bir endüstri oluşturacak ve bu şekilde karşılıklı katma değer oluşumu mümkün kılacaktır.

4.2. Deneyselerde Kullanılan Çelik ve Özellikleri

Deneyselerde kullanılan çelik, TS EN 10085 standardına göre üretilen ve nitrülenebilen çelikler grubunda olan 34CrAlNi7-10 isimli ve 1.8550 numaralı nitrüleme çeliğidir. Nitrüleme çelikleri, üretildikten sonra ön sertleştirilme işlemine tabi tutulmaktadır. Diğer bir ifade ile ıslah edilmiş olarak üretilmekte ve teslimatı yapılmaktadır.

Deneysel çalışmalarda kullanılan numunelerin imalatı, TS EN 10085 standardına göre Deutsche Edelstahlwerke (DEW, Almanya) firmasında üretilmiş olan Ø 35mm x 6000 mm ölçülerinde çelik çubuktan yapılmıştır. Üretici firmadan alınan kalite kontrol ve analiz sertifikalarına bağlı olarak çeliğin kimyasal bileşimi, ön ısıtma işlem parametreleri ve mekanik özellikleri, Tablo 4.1 ve Tablo 4.2’de gösterilmiştir.

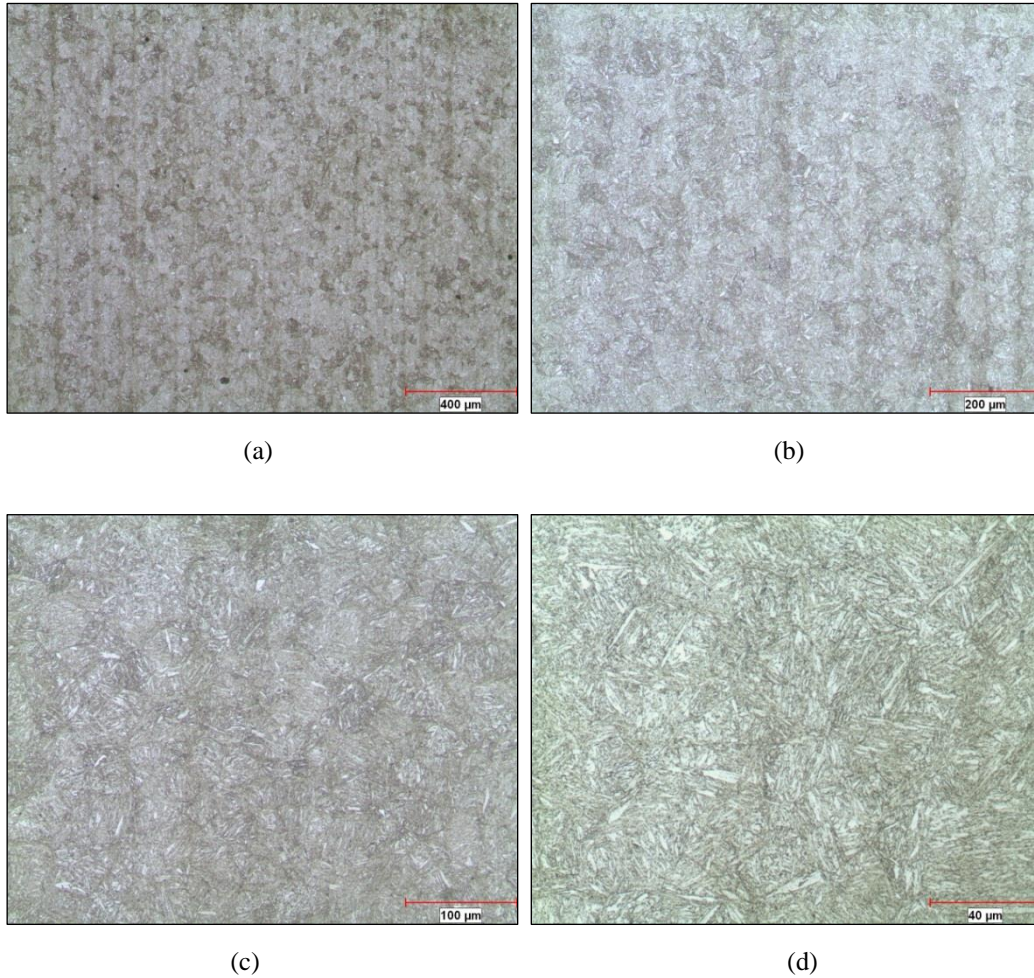
Tablo 4.1. 34CrAlNi7 çeliğinin kimyasal bileşimi (% ağırlıkça)

Kimyasal Bileşim	% C	% Si	% Mn	% P	% S	% Cr	% Mo	% Ni	% Al
	0,33	0,26	0,69	0,011	0,018	1,63	0,16	0,93	1,01

Tablo 4.2. 34CrAlNi7 çeliğinin ön ısıtım işlem parametreleri ve mekanik özellikleri

Çelik	DIN 1.8550 (34CrAlNi7)
Ostenitleme Sıcaklığı [°C]	870-930
Temperleme Sıcaklığı [°C]	630
Çekme Dayanımı (Rm) [N/mm ²]	966
Akma Dayanımı (Rp _{0.2}) [N/mm ²]	823
Sertlik [HRC]	30-31

Tablo 4.1’de kimyasal bileşimi ve Tablo 4.2’de mukavemet değerleri verilen çeliğin, ön sertleştirmeden sonra sahip olduğu mikroyapı temperlenmiş martenzittir. Deney numunelerinin imalatında kullanılan çeliğin mikroyapı görüntüleri Şekil 4.1’de gösterilmiştir. Gaz nitrürleme öncesi çeliğin sahip olduğu mikroyapı optik mikroskop ile incelenmiş ve dağlama işlemi % 3’lük nital çözeltisi ile yapılmıştır.



Şekil 4.1. Gaz nitrürleme öncesi sertleştirilmiş ve temperlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin (a) 50x, (b) 100x, (c) 200x, (d) 500x büyütmelerde elde edilmiş mikroyapı görüntüleri

4.3. Gaz Nitrürleme Deneyleri

Giriş bölümünde bahsedildiği gibi gaz nitrürleme deneyleri iki bölümden oluşmaktadır. Birinci bölüm tek aşamalı nitrürleme yöntemi ile tasarlanan deneysel çalışmalardan, ikinci bölüm ise hem tek aşamalı hem de çift aşamalı nitrürleme yöntemleri kullanılarak tasarlanan deneysel çalışmalardan oluşmaktadır. Tüm deneysel çalışmalar, Şekil 4.2’de gösterilen Mikrosan Makina ve Kalıp San. A.Ş. firması Isıl İşlem Departmanı’nda bulunan Nitrex marka NX-412 model otomatik K_N kontrollü gaz nitrürleme fırınında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.2. Gaz nitrürleme deneylerinin gerçekleştirildiği K_N -nitrürleme potansiyeli kontrollü gaz nitrürleme fırını

Şekil 4.2’de gösterilen K_N kontrollü gaz nitrürleme fırını, yazılım yardımı ile tamamen otomatik işlem kontrolü sağlayan bir sisteme sahiptir. (Bkz. Şekil 3.13) Gaz nitrürleme deneylerinde tasarlanan nitrürleme potansiyellerinin atmosfer içerisinde elde edilebilmesi için bilgisayar destekli kontrol sağlanıp, fırın içerisine beslenen amonyak ve ayrılmış amonyak oranları ve debileri, otomatik olarak değiştirilmiş ve sistem tarafından kontrol edilmiştir. Sistemde bulunan amonyak ayrıştırıcısı ve ayrıştırıcının bilgisayar ile otomatik olarak kontrolü, istenilen K_N potansiyellerine ulaşabilmek için uygun atmosferi oluşturacak ayrışmanın kısa sürede elde edilmesini ve işlemin kontrollü ve sapmasız bir şekilde devam etmesini sağlamaktadır. Sistem ayrışmayı ve nitrürleme potansiyelini, H_2 analizörü yardımı ile

tespit etmektedir. Atmosferden otomatik olarak sürekli alınan ve analiz edilen gaz örneğine bağlı olarak nitrürleyici ortamdaki hidrojenin kısmi basıncı hesaplanmış, amonyak ve ayrılmış amonyak debilerinde bilgisayar kontrollü değişiklik yapılarak istenilen nitrürleme potansiyellerine kısa sürede ulaşılmıştır. Tüm deneyler atmosferik basınçta gerçekleştirilmiştir. Deneysel çalışmalarda ifade edilen nitrürleme potansiyelleri 1 atm basınç için geçerli olup, $K_N (\text{atm}^{-1/2})=K_N$ değeri olarak alınmıştır. Deneysel çalışmalardaki parametreler, Lehrer diyagramına göre seçilmiştir. Saf demir için geçerli olan Lehrer diyagramı, yüksek nikel ya da karbon içeriğine sahip olan çelikler dışında alaşımlı çelikler için de pratikte kullanılabilir. Çünkü faz sınırlarında çok az oranda bir kayma mevcuttur [19, 20].

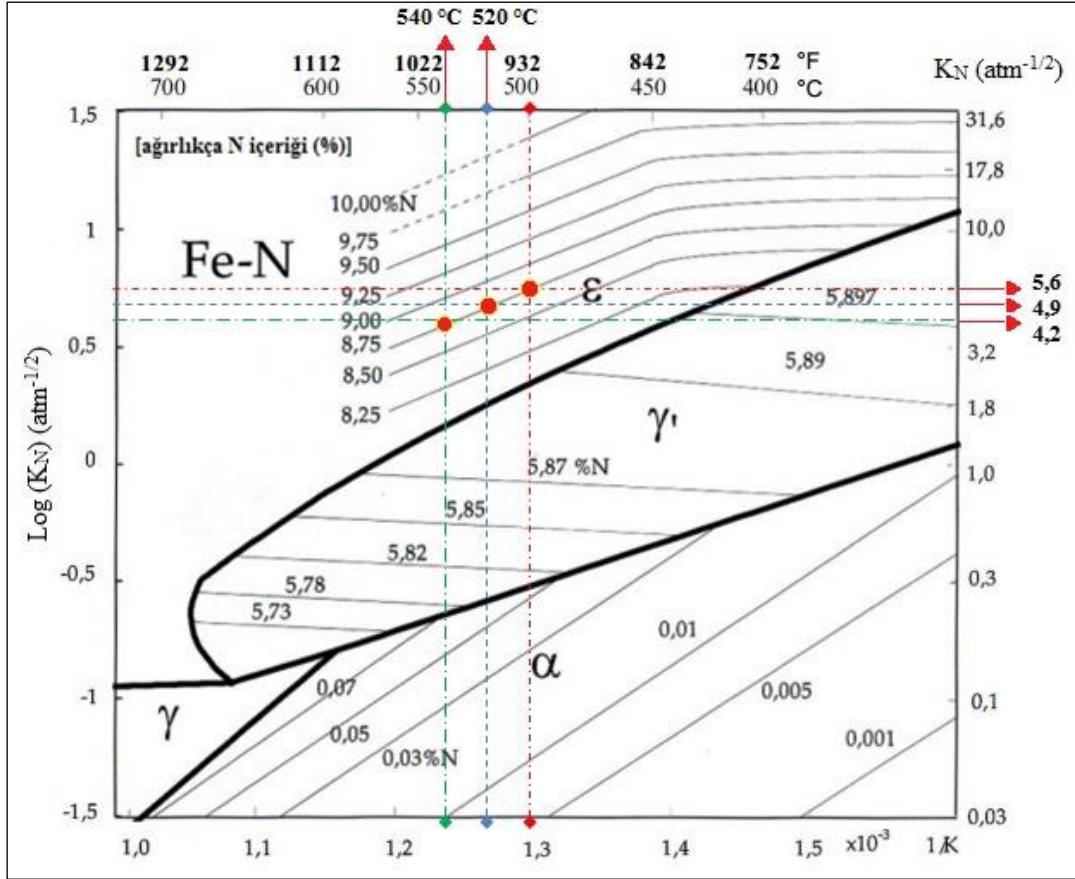
4.3.1. Birinci bölüm deneysel çalışmalar

Birinci bölümde yapılan deneysel çalışmaların temel amacı, aktivasyon enerjisinin hesaplanmasıdır. Aktivasyon enerjisi hesabı için minimum üç sıcaklıkta ve her sıcaklık için minimum 3 farklı sürede toplam 9 deney yapılmıştır. Yapılan deneyler kapsamında aynı zamanda gaz nitrürleme işlem sıcaklığının, süresinin ve nitrürleme potansiyelinin nitrürlenmiş tabaka özelliklerindeki değişime etkisi incelenmiştir. Deney planlaması ve işlem parametreleri Tablo 4.3'te gösterilmiştir.

Tablo 4.3. Birinci bölüm gaz nitrürleme deneyleri işlem parametreleri

Deney No.	Nitrürleme Sıcaklığı T [°C]	Nitrürleme Potansiyeli (K_N)	Amonyak Ayrışma Oranı [%]	Aktif Nitrürleme Süresi [saat]
1.1	500	5,6	32,71	10
1.2				20
1.3				30
1.4	520	4,9	34,87	10
1.5				20
1.6				30
1.7	540	4,2	36,88	10
1.8				20
1.9				30

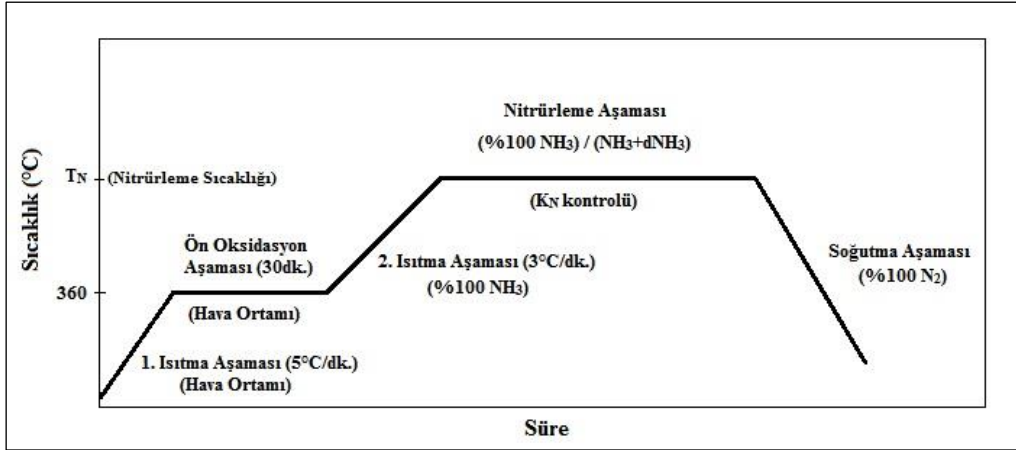
Tablo 4.3'te belirtilen deney parametrelerinin L. Maldnzinski tarafından tekrar düzenlenen Lehrer diyagramı üzerindeki gösterimi Şekil 4.2'deki gibidir.



Şekil 4.3. Birinci bölüm gaz nitrüleme deney parametrelerinin Lehrer diyagramı üzerinde gösterilmesi

Tablo 4.3'e ve Şekil 4.3'e göre üç sıcaklık için seçilen nitrüleme potansiyelleri, faz diyagramı üzerinde epsilon fazı bölgesinde yer almaktadır. Sıcaklık ve nitrüleme potansiyelinin kesiştiği noktalar dikkate alındığında, her sıcaklık için yüzeyde oluşacak ϵ nitrürünün ağırlıkça içerdiği % azot miktarı aynı tutulmuş ve bu değer yaklaşık % 8,75 olarak seçilmiştir. Nitrüleme potansiyellerinin artan sıcaklığa bağlı olarak düşük seçilmesinin nedeni, tüm deney için yüzeyde eşit azot konsantrasyonunun oluşturulmasıdır. Böylelikle aktivasyon enerjisi hesaplanırken nitrürleyici ortamın azot aktifliği sabit tutularak, değişkenler sadece süre ve sıcaklık olmaktadır.

Tablo 4.3'te belirtilen her bir deney için genel işlem aşamalarını ifade eden grafik, Şekil 4.4'te gösterilmiştir.



Şekil 4.4. Birinci bölüm gaz nitrürleme deneylerinin işlem aşamalarını gösteren proses akış grafiği

Şekil 4.4'te gösterildiği gibi her bir deney için, numuneler 360 °C sıcaklığa kadar 5 °C/dk ısıtma rampası ile ısıtma ortamı hava olan ısıl işlem fırını içerisinde ön oksidasyon işlemi için ısıtılmıştır. Yarım saat tutma süresi ile ön oksidasyon aşaması gerçekleştirildikten sonra fırın, % 100 oranında amonyak gazı ile doldurulmuştur. Saf amonyak atmosferinde 3 °C/dk ısıtma rampası ile nitrürleme sıcaklığına çıkılmıştır. 500 °C'de ve 520 °C'de gerçekleştirilen deneylerde, sıcaklığın düşük olması nedeni ile istenilen ayrışma oranlarına ulaşılabilmek için, nitrürleme aşaması başlangıcında harici bir amonyak ayrıştırıcısı kullanılarak sisteme ayrılmış amonyak beslenmiş ve istenilen nitrürleme potansiyellerine ulaşılmıştır. 540 °C'de gerçekleştirilen deneyler, sıcaklığın yüksek olması nedeni ile amonyak ayrışma kabiliyetindeki artışa bağlı olarak saf amonyak atmosferinde yapılmıştır. Tüm deneylerde nitrürleme aşamasının ilk 1 saatlik süresinde, hedeflenen nitrürleme potansiyeline ulaşılmış ve işleme K_N kontrollü olarak devam edilmiştir. Nitrürleme aşaması bittikten sonra 100 °C sıcaklığa kadar N₂ gazı ile soğutma yapılmıştır.

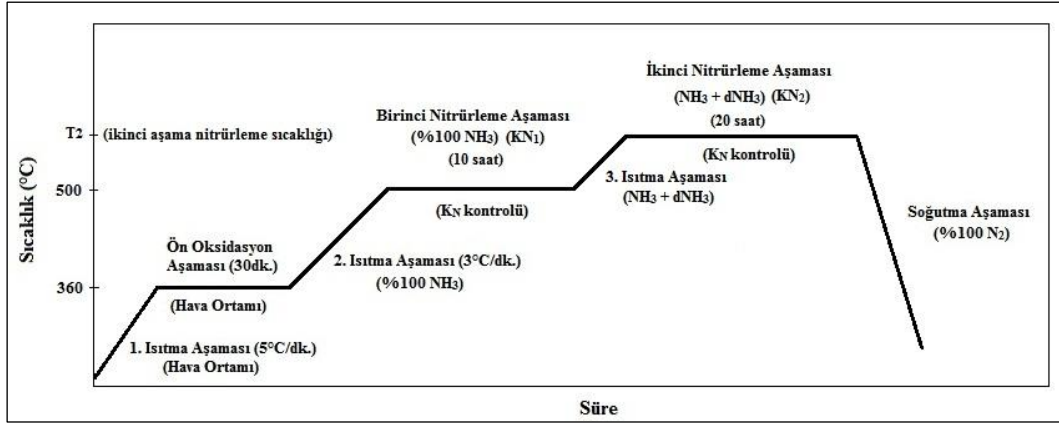
4.3.2. İkinci bölüm deneysel çalışmalar

İkinci bölümdeki deneysel çalışmalar tek aşamalı ve çift aşamalı gaz nitrürleme yöntemleri kullanılarak yapılmıştır. İlk deney haricinde tüm deneylerin toplam aktif nitrürleme zamanları eşit tutulmuştur. Toplam aktif nitrürleme zamanı 30 saat olarak tasarlanan deneylerde, tek aşamalı ve çift aşamalı nitrürleme yöntemleri kullanılmıştır. Yapılan deneysel çalışmalar ile ilgili planlama ve işlem parametreleri Tablo 4.4'te gösterilmiştir.

Tablo 4.4. İkinci bölüm gaz nitürleme deneyleri işlem parametreleri

Deney No.	T ₁ [°C]	K _{N1}	Ayrışma [%]	T ₁ [saat]	T ₂ [°C]	K _{N2}	Ayrışma [%]	T ₂ [saat]	T _t [saat]	Yöntem
2.1	500	10	23,94	10					10	Tek Aşamalı Nitürleme
2.2	500	10	23,94	30					30	
2.3	530	3,2	42,48	30	-	-	-	-		
2.4	530	1	65,56	30						
2.5	530	0,2	89,12	30						
2.6	500	10	23,94	10	530	3,2	42,48	20	30	Çift Aşamalı Nitürleme
2.7					530	1	65,56			
2.8					530	0,2	89,12			
2.9					540	3,2	42,48			
2.10					540	1	65,56			
2.11					540	0,2	89,12			
2.12					550	3,2	42,48			
2.13					550	1	65,56			
2.14					550	0,2	89,12			

Tablo 4.4'e göre 2.1'den 2.5'e kadar numaralandırılmış çalışmalar tek aşamalı nitürleme deneyleridir ve işlem aşamaları birinci deneysel çalışmada uygulanan işlem aşamaları ile aynıdır (Bkz. Şekil 4.3). 2.6'dan 2.14'e kadar numaralandırılmış çalışmalar, çift aşamalı nitürleme deneyleridir ve işlem aşamaları Şekil 4.5'te gösterilmiştir.



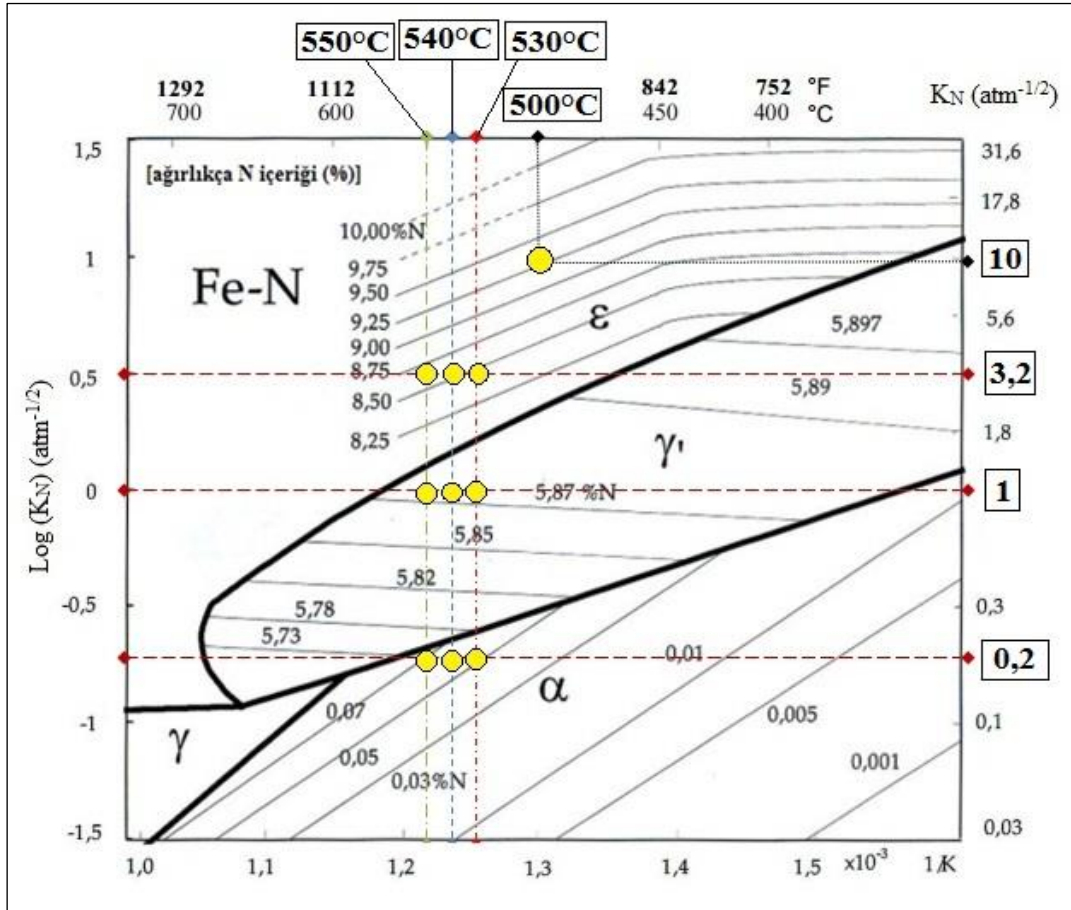
Şekil 4.5. İkinci bölüm çift aşamalı gaz nitrüleme deneylerinin işlem aşamalarını gösteren proses akış grafiği

Tablo 4.4 ve Şekil 4.5'e göre işlem parametreleri için belirtilen simgelerin tanımları aşağıdaki gibidir.

- 1) T_1 [°C] : Birinci nitrüleme aşama sıcaklığı
- 2) T_2 [°C] : İkinci nitrüleme aşama sıcaklığı
- 3) t_1 [saat] : Birinci nitrüleme aşaması tutma süresi
- 4) t_2 [saat] : İkinci nitrüleme aşaması tutma süresi
- 5) K_{N1} : Birinci nitrüleme aşaması nitrüleme potansiyeli
- 6) K_{N2} : İkinci nitrüleme aşaması nitrüleme potansiyeli
- 7) dNH_3 : Ayrışmış amonyak (N_2+3H_2)
- 8) Ayrışma [%] : Seçilen nitrüleme potansiyeline karşılık gelen amonyağın ayrışma oranı
- 9) t_t [saat] : Toplam aktif nitrüleme zamanı

Toplam aktif nitrüleme zamanı toplam işlem zamanından bağımsız, sadece nitrüleme aşamaları için seçilen tutma sürelerinin toplamıdır. Toplam aktif nitrüleme süresi 30 saat olarak tasarlanan deneysel çalışmalarda, aktif nitrüleme süresi sabit tutularak, gaz nitrüleme yönteminde ve parametrelerinde değişiklikler yapılarak değişkenlerin 34CrAlNi7 çeliğinin nitrülenme karakteristiği üzerine olan etkisi incelenmiştir. Çift aşamalı nitrüleme çalışmaları, C. Floe'nun bulmuş olduğu ve 'Floe Prosesi' olarak bilinen çift kademeli nitrüleme yönteminden ve mantığından faydalanılarak tasarlanmıştır. (Bkz. Şekil 3.14, Şekil 3.15) Tüm çift aşamalı gaz nitrüleme deneyleri için, birinci gaz nitrüleme aşaması düşük sıcaklıkta

ve yüksek nitrüleme potansiyelinde 10 saat süre ile gerçekleştirilmiş olup, ikinci nitrüleme aşamasında nitrüleme potansiyeli düşürülerek daha yüksek seçilen bir sıcaklıkta 20 saat nitrüleme yapılarak işlemler gerçekleştirilmiştir. İkinci bölüm deneysel çalışmalarda kullanılan parametrelerin gösterildiği Lehrer diagramı Şekil 4.6'daki gibidir.



Şekil 4.6. İkinci bölüm gaz nitrüleme deney parametrelerinin Lehrer diyagramı üzerinde gösterilmesi

Şekil 4.6'da gösterildiği üzere tek aşamalı nitrüleme deneyleri yorumlandığında, 530 °C için seçilen nitrüleme potansiyelleri olan K_N : 3,2 epsilon faz bölgesinde, K_N : 1 gama faz bölgesinde ve K_N : 0,2 alfa faz bölgesinde bulunmaktadır. Tek aşamalı nitrüleme deneylerine bağlı olarak 34CrAlNi7 çeliği yüzeyinde 2.3 numaralı deney ile ϵ - γ' nitrürlerinin oluşturduğu beyaz tabaka, 2.4 numaralı deney ile tek fazlı γ' nitrüründen oluşan bir beyaz tabaka, 2.5 numaralı deneyde de beyaz tabakasız nitrürlenmiş bir yüzey oluşturulması hedeflenmiştir. 500 °C'de 30 saat süre ve 500 °C'de 10 saat süre ile yüksek nitrüleme potansiyelinde gerçekleştirilen ilk iki

deneysel çalışma ise, tek aşamalı ve çift aşamalı nitrürleme karşılaştırmalarında kullanılacak veri oluşturuvcu işlem niteliği taşımaktadır.

Şekil 4.6'ya göre çift aşamalı nitrürleme deneyleri yorumlandığında, tüm çift aşamalı nitrürleme işlemlerinin ilk nitrürleme aşamasında yüksek nitrürleme potansiyeli K_N : 10 ile başlamaktadır. Aynı zamanda düşük amonyak ayrışması anlamını taşıyan nitrürleme potansiyeli, % 23,94 ayrışma oranına denk gelmektedir. Bu aynı zamanda atmosferde ayrışmamış olan, diğerc bir ifade ile nitrürleme kabiliyetini tanımlayan % 76,06 oranında ayrışacak amonyak gazının varolduđu anlamına gelmektedir. İlk aşamada yoğun ve azot aktifliđi yüksek olan nitrürleme ortamı, yüzeyde azot konsantrasyonu yüksek bir beyaz tabaka ve yüzeye yakın aşırı doymuş bir difüzyon bölgesi oluşturmaktadır. Devamında seçilen ikinci aşama sıcaklıkları, difüzyon hızını arttırıcı yönde etkide bulunmaktadır. İkinci aşama nitrürleme potansiyelleri, seçilen her ikinci nitrürleme aşama sıcaklığında ϵ , γ' ve α bölgesinde işleme devam edilebilmesi için, Lehrer diyagramı dikkate alınarak seçilmiştir.

Tek ve çift aşamalı gaz nitrürleme deneylerinde, yüksek ayrışma oranı-düşük nitrürleme potansiyeli elde etmek için birinci ve ikinci aşamalarda sisteme ayrışmış amonyak beslenmiştir. Tüm deneylerde tasarlanan nitrürleme potansiyellerine, nitrürleme aşamasının ilk bir saati içerisinde ulaşılmış ve işleme devam edilmiştir. İkinci bölüm deneysel çalışmalarda ilk nitrürleme aşamasına kadar olan proses aşamaları, ilk bölümdeki deneysel çalışmalarda belirtilen proses aşamaları ile aynıdır. (Bkz. Şekil 4.3)

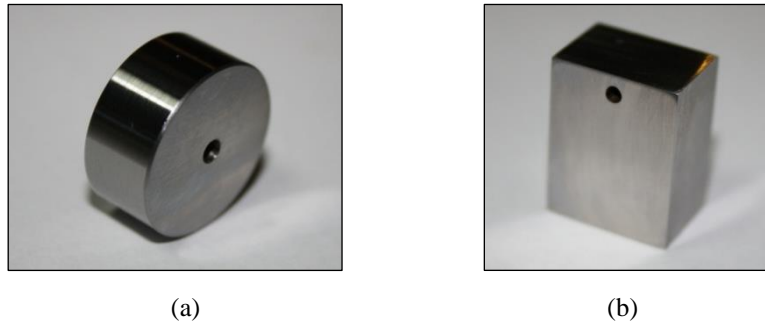
4.4. Deneysel Çalışmalar Kapsamında Yapılan Testler ve Analizler ile İlgili Bilgiler

Birinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamında 3 farklı sıcaklıkta ve 3 farklı sürede gerçekleştirilen tek aşama gaz nitrürleme işlemleri ile elde edilen nitrürlenmiş tabakalarda, difüzyon bölgesi mikrosertlik değerleri üzerinden difüzyon derinliđi tayin edilmiş ve kinetik çalışmalar yapılmıştır. Elde edilen nitrürleme sonuçlarına bađlı olarak, sürenin ve sıcaklığın 34CrAlNi7 çeliğinin gaz nitrürleme sonrasında sahip olduđu beyaz tabaka ve difüzyon bölgesi özelliklerine etkisi incelenmiştir.

İkinci bölümde yapılan 14 deneysel çalışma kapsamında, birinci ve ikinci aşama nitrüleme sıcaklığı ve nitrüleme potansiyelinin beyaz tabaka büyümesine, beyaz tabakada oluşan faz tiplerine, efektif sertlik derinliklerine, yüzey sertliklerine, difüzyon bölgesinde elde edilen mikrosertliklere, mikrosertlik eğrilerinin karakteristiklerine, köşe bölge azot etkisine, nitrülenmiş tabaka kırılma tokluğuna ve difüzyon bölgesi mikroyapısına etkileri incelenmiştir. Tüm deneylerde elde edilen nitrülenmiş tabakalar üzerinde aşınma testi gerçekleştirilmiş olup, sürtünme katsayısı ölçülmüş, aşınma hacmi ve aşınma hızları hesaplanmıştır. Beyaz tabakada oluşan fazların tespiti x-ışınları difraksiyon analizi yöntemi ile yapılmıştır.

4.4.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan numuneler ve ön hazırlık işlemleri

Deneysel çalışmalarda dikdörtgen ve silindirik olmak üzere iki farklı ölçüde numune imalatı yapılmıştır. Kullanılan numuneler Şekil 4.7’de gösterilmiştir.



Şekil 4.7. Gaz nitrüleme deneylerinde kullanılan numuneler (a) aşınma test numunesi, (b) nitrüleme analiz numunesi

Şekil 4.7’de gösterildiği üzere dikdörtgen numuneler 10 mm x 15 mm x 25 mm ölçülerinde olup, nitüleme sonrası metalografik inceleme, XRD analizleri ve sertlik testleri için kullanılmıştır. Silindirik numuneler \varnothing 20 mm x 10 mm ölçülerinde olup, aşınma testleri için kullanılmıştır.

Gaz nitrüleme deneylerinde kullanılan tüm numunelerin yüzeyleri işlem öncesinde 800 grid’lik zımpara ile işlem görmüş ve yüzey pürüzlülükleri Ra: 0,05-0,1 μ m değerine getirilmiştir. Gaz nitrüleme işleminde yüzey temizliği büyük önem arz ettiğinden dolayı numuneler işlem öncesinde yağ alıcı solvent ve son olarak saf alkol ile temizlenmiş ve Şekil 4.8’de gösterildiği gibi numune sepetine dizilmiştir.

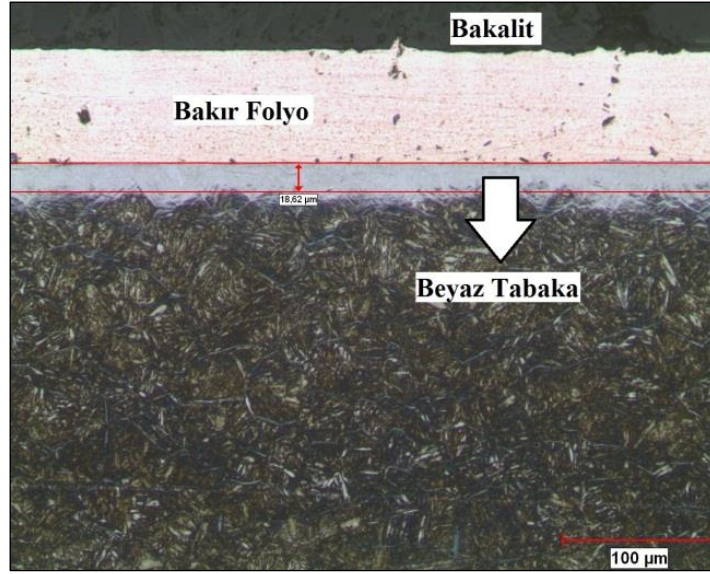


Şekil 4.8. Gaz nitrürleme deneylerinde kullanılan numunelerin işlem öncesinde numune sepetindeki dizilimi

4.4.2. Metalografik analizler ve kalınlık ölçümleri

Gaz nitrürlenmiş numuneler, kesitten inceleme yapılabilmesi için nitrürlenmiş yüzeye dik olarak Buehler marka kesme cihazı ile kesilmiş ve bakalite alınmıştır. Kesim işlemi yapıldıktan sonra nitrürlenmiş yüzeyler, 100 μm kalınlığında bakır folyo ile kaplanmış ve bakalite alınmıştır. Bunun nedeni, beyaz tabaka incelemesi yapılırken bakalit ile beyaz tabaka arasında mukavemet oluşturucu ve bakalitin beyaz tabakaya zarar vermesini ya da üzerini kaplamasını engelleyen bir ara yüzey elde etmektir. Bakalite alınan numuneler sırasıyla 240, 320, 400, 600, 800 ve 1000 grid'lik zımpara kademelerinden geçirilmiştir. Son olarak sırasıyla 3 μm ve 0,05 μm 'lik elmas pasta ile parlatma kademeleri tamamlanmıştır.

Difüzyon bölgesi ve beyaz tabaka metalografi incelemeleri, Nikon MA-100 marka ters metal ışık mikroskobunda yapılmıştır. Nitrürlenmiş tabakadan alınan difüzyon bölgesi ve beyaz tabaka görüntüleri 50x, 100x, 200x, 500x ve 1000x büyültmelerde mikroskop ile entegre çalışan Clemex marka yazılım ve kamera ile alınmıştır. Difüzyon bölgesi ve beyaz tabaka kalınlık ölçümleri, belirtilen yazılım yardımı ile alınan görüntüler üzerinden yapılmıştır. Bakır folyo kaplandıktan sonra bakalite alınmış kesitten alınan örnek görüntü Şekil 4.9'da gösterilmiştir.

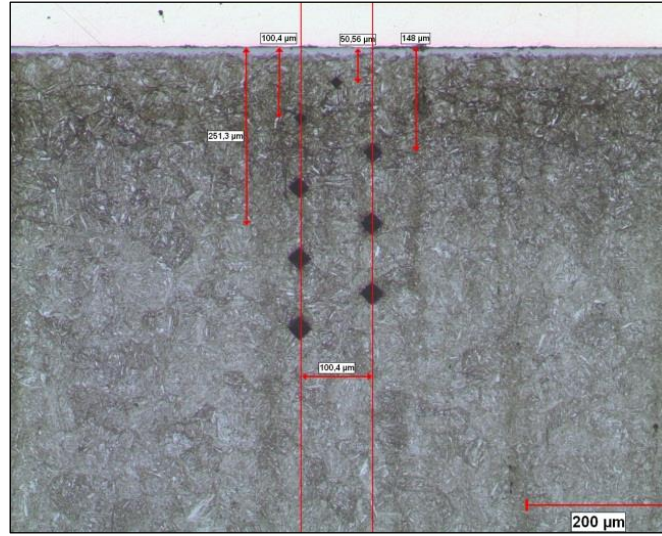


Şekil 4.9. Metalografik inceleme için hazırlanmış olan gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinden alınan örnek mikroyapı görüntüsü (200x)

Metalografik incelemelerde dağlayıcı olarak % 3'lük nital çözeltisi kullanılmış ve dağlama işlemleri 5-10 saniye süre ile gerçekleştirilmiştir.

4.4.3. Mikrosertlik ölçümleri ve efektif sertlik derinliği tayini

Gaz nitrüleme sonrası difüzyon bölgesi mikrosertlik ölçümleri, Mitutoyo HM-112 marka mikrosertlik test cihazında yapılmıştır. Tüm ölçümler 12 saniye batma süresinde ve 200 g ($HV_{0.2}$) yük kullanılarak yapılmıştır. Ölçümlere, mikrosertlik analizi yapılan her numune için, bakalite alınmış ve parlatılmış kesitler üzerinde yüzeyden içeriye 50 mikron derinlikte başlanmıştır. Ölçümler, (-) x eksenine doğru 50 mikron aralıklarla yapılmıştır. İlk ölçümden sonraki her ölçüm izinin birbirleri arasındaki mesafe, y ekseninde 100 mikron'dur (Şekil 4.10). Her numune için iki farklı bölgeden difüzyon bölgesi sertlikleri alınmış ve bu ölçümlerin ortalamaları alınmıştır.



Şekil 4.10. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde mikrosertlik ölçüm presibini gösteren mikroyapı görüntüsü (100x)

Mikrosertlik analizi yapılan her numunenin, ölçüm yapılacağı yüzeyden 0,8 mm derinlikte 3 adet ölçüm alınmış ve ölçümlerin ortalaması alınarak çekirdek sertliği tayin edilmiştir. 50 mikron aralık ile alınan sertlik ölçümleri, çekirdek sertliğinin ölçüldüğü derinlikte sonlandırılmıştır.

Efektif sertlik derinliği tayini, alınan mikrosertlikler ile oluşturulan mikrosertlik gradyanı üzerinden, efektif sertliğin bulunduğu derinliğin grafik üzerinden ölçülmesi ile tespit edilmiştir. (Bkz. 3.54) Görsel difüzyon derinliği tayini, dağlama sonrası optik mikroskopta alınan görüntüler yardımı ile yapılmıştır. (Bkz. 3.55)

4.4.4. Yüzey sertlik ölçümleri

Gaz nitrülenmiş numunelerde yüzey sertlikleri, HRN ve HV sertlik ölçüm yöntemleri kullanılarak tespit edilmiştir. HV yöntemi kullanılan ölçümlerde, ölçüm yükü 1 kg (HV_1) ve batma süresi 12 saniye seçilmiştir. Yüzeysel Rockwell ölçüm yöntemi olarak da bilinen HRN yöntemi kullanılan ölçümlerde, ölçüm yükleri 15 kg (HR15N), 30 kg (HR30N) ve 45 kg (HR45N) olarak seçilmiş ve sertlik değerleri tespit edilmiştir. HRN ölçümlerde ön yükleme yükü 3 kg'dır. Devamında uygulanan yük için 5 saniye batma süresi seçilmiştir.

İki farklı ölçüm yönteminin kullanılmasının nedeni, nitrülenmiş tabakalarda artan derinlik ile sertliğin düşmesi neticesinde bulunan sertlik değerlerinin, tanımlanan sertlik ölçüm yöntemine bağlı olarak değişimidir. Dolayısıyla deneysel çalışmalarda elde edilen sertlik değerleri, tanımlanan sertlik yöntemi ve yüküne göre farklılık göstermektedir. Bu farklılık, gaz nitrüleme sonrası malzeme yüzey sertlik gereksiniminin, sertlik yöntemi ve yöntemde kullanılması gereken yük ile ifade edilmesi açısından önemlidir. Deneysel çalışmalar kapsamında yapılan karşılaştırmalar ile bu farklılık vurgulanmak istenmiştir.

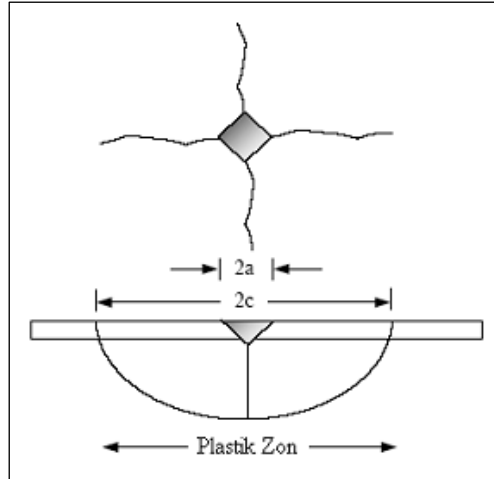
Yüzey sertlik ölçümleri kapsamında, gaz nitrülenmiş numune yüzeyinin farklı bölgelerinden toplam 5 adet ölçüm yapılmış ve ölçümlerin ortalamaları, ortalama yüzey sertliği olarak ifade edilmiştir.

4.4.5. Kırılma tokluğu ölçümleri

Gaz nitrülenmiş numunelerde nitrülenmiş tabakanın kırılma tokluğu, seramik malzemelerin kırılma tokluğunun belirlenmesinde kullanılan ‘vickers indentasyon yöntemi’ ile tayin edilmiştir. Seramik vb. gevrek malzemelerin tokluk ölçümlerinde ve kıyaslamalarında kullanılan bu yöntemde, elmas piramit ucun belirli yükte ve sürede tokluğun tayin edileceği yüzeye batırılması sonucunda, sertlik izinin etrafında oluşan radyal çatlakların uzunluklarının ölçülmesi ve ölçülen çatlak uzunluğuna bağlı bir formülün kullanılması ile hesaplamalar yapılmaktadır. Sertlik ölçüm yöntemi yardımı ile kırılma tokluğunun hesaplanması, birçok araştırmacı tarafından ele alınmış ve benzer formüller elde edilmiştir. En yaygın olarak kullanılan formüllerden biri olan ‘Antis’in kırılma tokluğu formülü’ Eşitlik 4.1’de gösterilmiş olup, hesaplamalar bu formül üzerinden yapılmıştır [52, 53, 54].

$$K_C = 0,016 \left[\frac{E}{H_V} \right]^{1/2} \left[\frac{P}{c^{3/2}} \right] \quad (4.1)$$

K_C	: Kırılma tokluğu [MPa·m ^{1/2} x 10 ⁻⁶]	E	: Elastise modülü [GPa]
H_V	: Vickers sertlik [GPa]	P	: Ölçüm yükü [N]
c	: Çatlak yarı boyu [m]		



Şekil 4.11. Vickers indantasyon tekniği ile nitürlenmiş yüzeyde oluşturulan sertlik izinin ve radyal çatlakların şematik gösterimi [64]

Ölçüm sonrası meydana gelen sertlik izi ve radyal çatlaklar, Şekil 4.11’de şematik olarak gösterilmiştir. Kırılma tokluğu ölçümlerinde, Mitutoyo-HM112 marka mikrosertlik test cihazı kullanılmıştır. Ölçüm yükü olarak 1 kg (9,8 N) seçilmiş ve yük altında 25 saniye bekleyerek sertlik izi oluşturulmuştur. Sertlik izleri oluşturulmadan önce numune yüzeyleri 3 mikron’luk elmas pasta ile parlatılmıştır. Gaz nitürlenmiş numuneler yüzeyinden alınan vickers sertlik izi ve örnek ölçümü Şekil 4.12’de gösterilmiştir.



Şekil 4.12. Gaz nitürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde vickers indantasyon tekniği ile oluşturulan sertlik izi, sertlik izi çevresinde oluşan radyal çatlaklar ve çatlak boyunun ölçümünü gösteren optik mikroskop görüntüsü (1000x)

4.4.6. Yüzey pürüzlülük ölçümleri

Yüzey pürüzlülükleri, gaz nitrüleme deneyleri öncesinde ve sonrasında ölçülmüştür. Tüm numuneler gaz nitrüleme öncesi Ra: 0,05 μm -0,10 μm yüzey pürüzlülüğüne sahiptir. Gaz nitrüleme sonrası işlem parametrelerinin etkisini incelemek için tekrar ölçüm alınmıştır.

Yüzey pürüzlülük ölçümleri, Mitutoyo SJ-201 marka pürüzlülük ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Ölçülen yüzey pürüzlülük değeri, ölçülen yüzeydeki merkez çizginin altında ve üstünde kalan pürüzlülüklerin aritmetik ortalaması olarak ifade edilen 'Ra' birimidir. Ölçümler 4 mm ölçüm uzunluğu içerisinde (0,8 mm x 5) tekrarlar yapılmıştır. Gaz nitrülenmiş numune yüzeyinin 3 farklı bölgesinden ölçüm alınmış ve değerler ortalama yüzey pürüzlülüğü olarak kabul edilmiştir.

4.4.7. Aşınma testleri

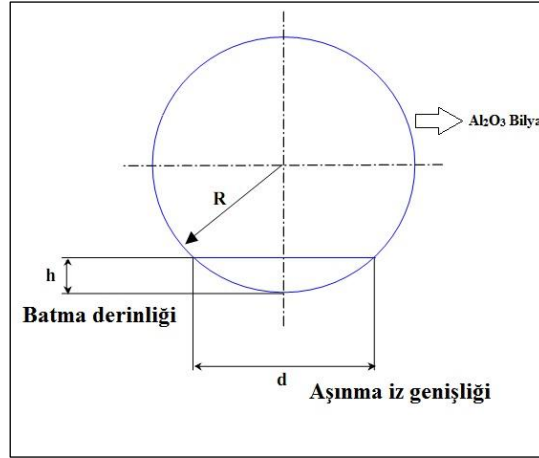
İkinci bölüm gaz nitrüleme deneyleri kapsamında nitrülenmiş numuneler üzerinde yapılan aşınma testleri, CSM marka aşınma test cihazında gerçekleştirilmiştir. Aşınma test yöntemi olarak küre-disk yöntemi seçilmiştir. Testler oda sıcaklığında ve kuru ortamda gerçekleştirilmiştir. Aşınma testi ile ilgili işlem parametreleri Tablo 4.5'te sunulmuştur.

Tablo 4.5. Aşınma testi işlem parametreleri

Aşındırıcı Bilye	Al ₂ O ₃ (Sertlik: 1610±101 HV _{0,2})
Bilye Çapı [mm]	10
Uygulanan Kuvvet [N]	2
Aşındırma Hızı [m/sn]	0,04
Kat Edilen Mesafe [m]	200

Aşınma testlerinde dairesel numuneler kullanılmıştır. (Bkz. Şekil 4.7) Aşınma testlerinde sürtünme katsayısı, aşınma hacmi ve aşınma hızı hesaplanmıştır. Sürtünme katsayıları, cihaza ait yazılım yardımı ile ölçülmüş ve kaydedilmiştir.

Aşınma hacmi, CSM marka test cihazına ait teknik dokümanda belirtilen yöntem ve formül ile hesaplanmıştır. Yöntem ve hesaplamalar, Şekil 4.13 ve Eşitlik 4.2-4'te gösterilmiştir [56].



Şekil 4.13. Aşınma testi sonrasında numune yüzeyinde oluşan aşınma derinliği ve aşınma iz genişliğinin şematik gösterimi

$$h = R - \sqrt{R^2 - \left(\frac{d^2}{4}\right)} \quad (4.2)$$

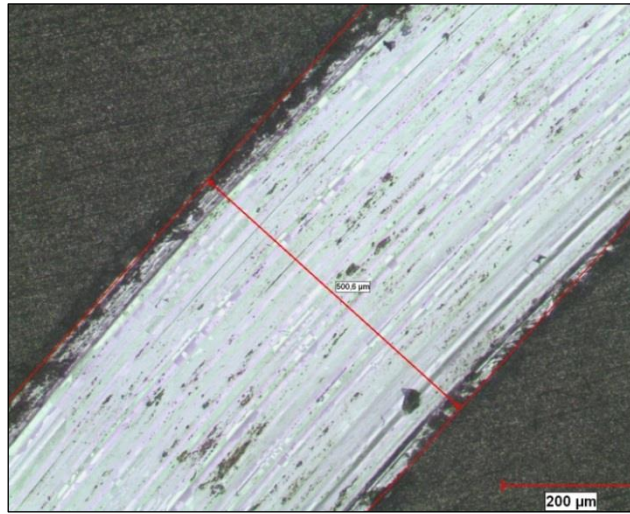
$$v = \frac{1}{3} \pi h^2 [(3R) - h] \quad (4.3)$$

$$W_R = \frac{v}{D.F_n} \quad (4.4)$$

Eşitlik 4.2-4'e göre;

- h : Aşınma testi sonunda bilyanın yüzeye battığı derinlik [μm]
- R : Bilya yarıçapı [μm]
- d : Aşınma iz genişliği (aşınma yüzeyinden ölçülen) [μm]
- v : Bilyanın aşındırdığı hacim [μm^3]
- F_n : Aşınma test yükü [N]
- D : Aşınma yolu [m]
- W_R : Aşınma hızı [$\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$]

Gaz nitrürlenmiş numuneler üzerinde yapılan aşınma testleri sonrasında, aşınmış yüzeylerden optik mikroskop yardımı ile alınan aşınma izi görüntüleri üzerinden aşınma genişliği ölçülmüş ve Eşitlik 4.2'deki formül kullanılarak batma derinliği hesaplanmıştır. Hesaplanan batma derinliği, Eşitlik 4.3'teki formülde yerine koyularak aşınma hacmi hesaplanmış ve Eşitlik 4.4'teki formül yardımı ile aşınma hızları tayin edilmiştir. Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliği üzerinde aşınma testi sonrasında aşınma izinin görünümü ve ölçümü Şekil 4.14'te gösterilmiştir.

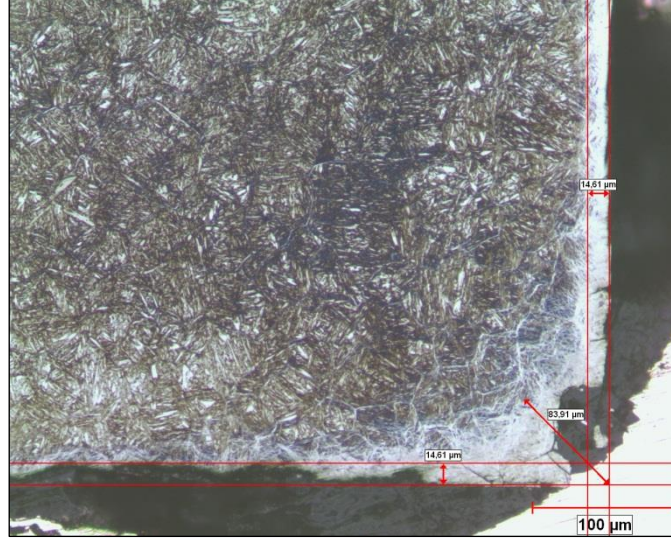


Şekil 4.14. 530 °C'de, K_N : 3,2 nitrüleme potansiyelinde 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin aşınma testi sonrasında yüzeyden alınan optik mikroskop görüntüsü ve iz ölçümünün gösterilmesi (100x)

Şekil 4.14'te gösterildiği gibi, gaz nitrürlenmiş ve aşınma testi yapılmış numunelerin yüzeyinde oluşan aşınma izlerinin ölçümü aynı şekilde 3 farklı bölgeden yapılmış, ölçümlerin ortalamaları aşınma iz genişliği olarak kabul edilmiştir.

4.4.8. Azot köşe yığılmasının incelenmesi ve ölçümleri

İkinci bölüm gaz nitrüleme deneylerinde, işlem parametrelerindeki değişimin köşe azot yığılmasına etkisi incelenmiştir. Dikdörtgenler prizması şeklindeki deney numunelerinin imalat işlemleri sırasında özellikle köşe ve kenar bölgelerinde, pah kırma işlemi gerçekleştirilmemiş ve köşeler 90° açığa sahip olacak şekilde keskin olarak bırakılmıştır. Gaz nitrüleme deneyleri sonrasında numunelerin keskin köşelerinde oluşan azot yığılmasının görünümü ve ölçümü Şekil 4.15'te gösterilmiştir.



Şekil 4.15. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin köşe bölgesinde oluşan azot yığılmasının mikroyapı görüntüsü ve ölçümü (200x)

4.4.9. X-ışınları difraksiyon analizi

İkinci bölüm gaz nitrüleme deneylerinde kullanılan numunelerin yüzeyinde oluşan beyaz tabakaların içerdiği fazların tespiti, Rigaku marka x-ışınları difraktometrisinde $2,28973 \text{ \AA}$ dalga boyuna sahip Cr-K α radyasyonu kullanılarak 2θ açısı, 20° ile 90° arasında seçilerek gerçekleştirilmiştir. Gaz nitrülenmiş numune yüzeylerinde oluşan fazlar, 2θ açısı 54° ila 80° aralığında tespit edilmiştir. Grafikselleştirme ve karşılaştırmalar belirtilen açı aralığında yapılmıştır.

BÖLÜM 5. DENEYSEL SONUÇLAR ve İRDELEMELER

5.1. Birinci Bölüm Gaz Nitrüleme Deney Sonuçları

Birinci bölüm gaz nitrüleme deneylerinin tümü tek aşamalı gaz nitrüleme çalışmalarından oluşmaktadır. Bu bölüm kapsamında kinetik çalışmalar yapılmış olup, tek aşamalı nitrüleme işlemleri neticesinde elde edilen sonuçlar üzerinden değerlendirmeler ve karşılaştırmalar yapılmıştır.

5.1.1. Aktivasyon enerjisinin hesaplanması

34CrAlNi7 çeliğinde azot difüzyonunun gerçekleşmesi için gerekli aktivasyon enerjisi, farklı üç sıcaklık ve üç süre şartlarını sağlayan tek aşamalı nitrüleme deneyleri ile hesaplanmıştır. Sırasıyla 500 °C, 520 °C ve 540 °C sıcaklıklarda; 10, 20 ve 30 saat süre ile gerçekleştirilen gaz nitrüleme işlemleri sonucunda 34CrAlNi7 çeliğinde difüzyon bölgesinde elde edilen sertlik değerleri Tablo 5.1’de gösterilmiştir.

Tablo 5.1. Birinci bölüm gaz nitrüleme deneylerine ait difüzyon bölgesi mikrosertlik ölçümleri

Yüzeyden İçeriye Doğru Derinlik [mm]	Deney Numaraları								
	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8	1.9
	Mikrosertlikler [HV _{0,2}]								
0,05	1105	1101	1114	1061	1089	1050	1022	993	1030
0,10	946	1033	1058	942	970	973	903	890	903
0,15	490	907	1006	656	865	890	808	803	797
0,20	399	513	740	447	680	787	594	717	740
0,25	357	432	483	382	501	663	470	609	694
0,30	323	369	426	328	422	521	351	515	615
0,35		331	389	315	345	441	324	427	555
0,40		311	325		328	351	320	333	434
0,45			325		319	333		327	339
0,50						328		309	337
0,55						329		309	329
0,60						322			315
0,80 (ÇS)	311	313	317	314	316	317	320	310	319

Tablo 5.1’de gösterilen mikrosertlik ölçümlerine bağlı olarak difüzyon derinlikleri, her numunede 0,8 mm’de bulunan çekirdek sertlik ortalamalarına 50 HV eklenerek tayin edilen sınır sertliğin bulunduğu derinlik olarak alınmıştır. Bulunan difüzyon derinlikleri, Tablo 5.2’de verilmiştir. Difüzyon derinlikleri aynı zamanda nitrürleme derinliği olarak kabul edilmektedir.

Tablo 5.2. Birinci bölüm gaz nitrürleme deneylerine ait difüzyon-nitrürleme derinlikleri

Deney No.	Gaz Nitrürleme Süresi (saat)	Gaz Nitrürleme Sıcaklığı [°C]		
		500	520	540
		Difüzyon Derinliği (Nht _{CS+50HV}) [µm]		
1.1	10	247	264	290
1.4				
1.6				
1.2	20	308	334	382
1.5				
1.8				
1.3	30	368	388	430
1.6				
1.9				

Hesaplanan difüzyon derinlikleri, Eşitlik 5.1’de verilen parabolik difüzyon katsayısı eşitliğinde kullanılarak her sıcaklık için difüzyon katsayısı hesaplanmıştır.

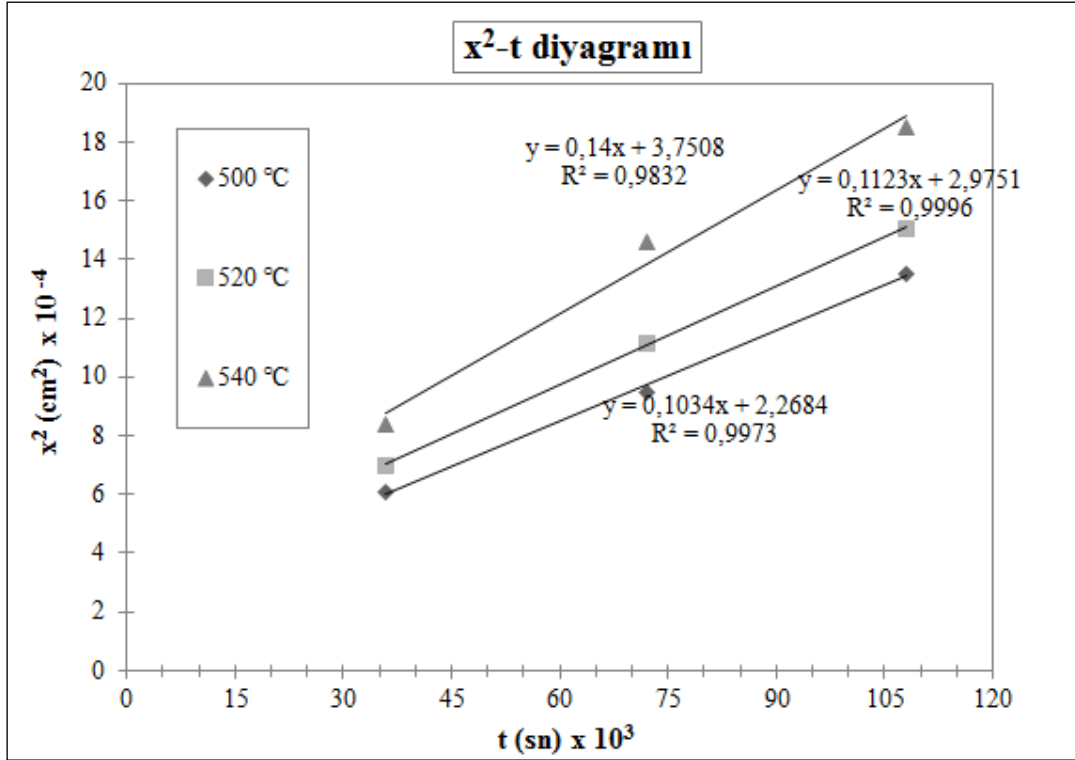
$$x^2 = Dt \quad (5.1)$$

x : Nitrürleme derinliği [cm]

D : Difüzyon katsayısı [cm²/sn]

t : Nitrürleme süresi [sn]

Eşitlik 5.1’de kullanılmak üzere difüzyon derinlikleri cm, nitrürleme süreleri de saniye olarak alınarak (x²-t) diyagramı çizilmiş ve diyagramın eğiminden difüzyon katsayıları hesaplanmıştır.



Şekil 5.1. 34CrAlNi7 çeliğinin x²-t diyagramı

Şekil 5.1'e göre; 500 °C, 520 °C ve 540 °C için doğruların eğiminden hesaplanan difüzyon katsayıları Tablo 5.3'te verilmiştir.

Tablo 5.3. 34CrAlNi7 çeliğinde 500 °C, 520 °C ve 540 °C sıcaklıklar için hesaplanan difüzyon katsayıları

Sıcaklık [°C]	Difüzyon Katsayısı [cm ² /sn]
500	1,03 x 10 ⁻⁸
520	1,11 x 10 ⁻⁸
540	1,40 x 10 ⁻⁸

Aktivasyon enerjisi hesaplamaları, Eşitlik 5.2'de verilen 'Arrhenius denklemi' yardımı ile hesaplanmıştır.

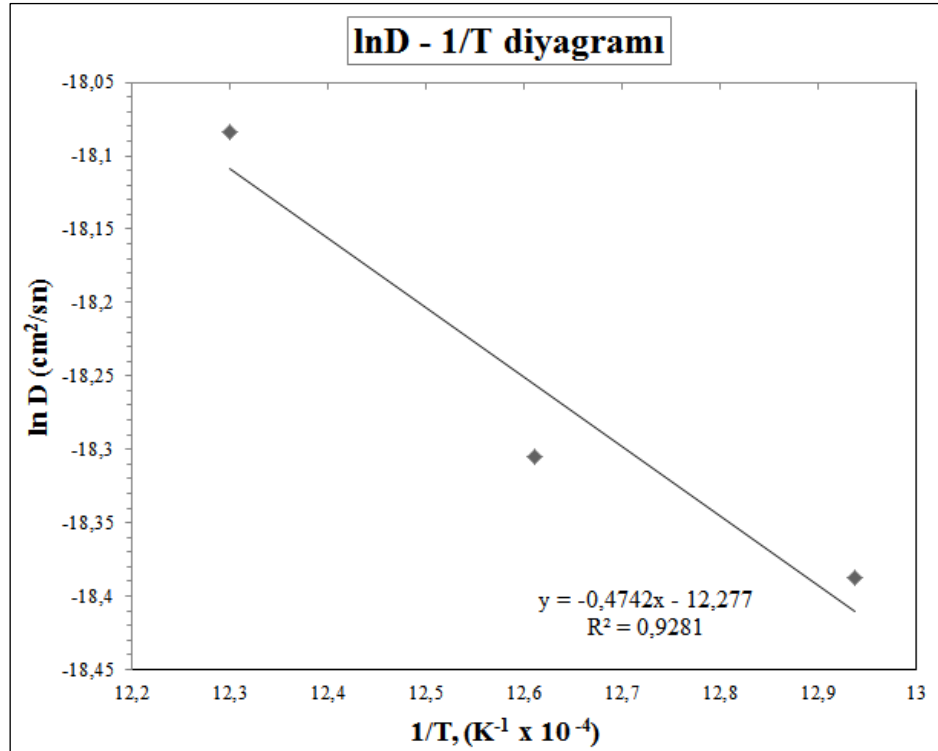
$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (5.2)$$

- D_0 : Difüzyon sabiti [cm^2/sn]
 Q : Aktivasyon enerjisi [J/mol]
 T : Sıcaklık [K]
 R : Gaz sabiti ($8,314 \text{ J/mol}\cdot\text{K}$)

Eşitlik 5.2'deki denklemin e tabanında logaritması alındığında, denklem Eşitlik 5.3'teki gibi ifade edilmektedir.

$$\ln D = \ln D_0 - \frac{Q}{R} \frac{1}{T} \quad (5.3)$$

Eşitlik 5.3'teki denkleme bağlı olarak $\ln D$ ile $1/T$ arasında çizilen diyagram ile üç farklı sıcaklık için elde edilen difüzyon katsayılarının oluşturduğu doğrunun eğimi hesaplanmıştır (Şekil 5.2). Doğrunun eğimi ile gaz sabitinin çarpımı sonucunda aktivasyon enerjisi hesaplanmıştır.



Şekil 5.2. 34CrAlNi7 çeliğinin lnD-1/T diyagramı

Şekil 5.2’de gösterilen diyagramdaki doğrunun eğiminden, azotun 34CrAlNi7 çeliğinde difüzyonu için gerekli olan aktivasyon enerjisi Q: 39.425 J/mol, difüzyon sabiti ise D_0 : $4,66 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{sn}$ olarak hesaplanmıştır. 34CrAlNi7 çeliği için yapılan hesaplamalar sonucunda Arrhenius denklemi Eşitlik 5.4’teki gibi yazılmaktadır.

$$D = 4,66 \times 10^{-6} \exp\left(\frac{-39.425}{RT}\right) \quad (5.4)$$

Literatürde yapılan kinetik çalışmalar neticesinde atomik azotun saf α demiri için aktivasyon enerjisi yaklaşık 77.900 J/mol’dür. (Bkz. Tablo 3.7) 34CrAlNi7 çeliğinde ise aktivasyon enerjisinin bu değerin yaklaşık yarısı kadar olduğu tespit edilmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan 34CrAlNi7 çeliği ıslah edilmiş bir çeliktir ve HMT kafes yapılı temperlenmiş martenzit mikroyapısına sahiptir. Literatürde Fe-N sistemi üzerinde yapılan çalışmalar dikkate alındığında, martenzit fazı içerisinde atomik olarak % 9,5 oranına kadar azot çözünebilmektedir. Bu değer, ferrit fazının maksimum çözebileceği % 0,4 azot oranının yaklaşık 23 katıdır [55]. Alüminyum alaşımlı ticari çelikler üzerinde yapılan çalışmalarda, alüminyumun diğer alaşım elementlerine göre difüzyon bölgesindeki oluşumlar ve azot alımı üzerine farklı etkiler gösterdiği tespit edilmiştir. Alüminyum, beyaz tabaka oluşumu esnasında yüzeyde çekirdeklenen γ' -Fe₄N nitrürü içerisinde bulunmakta ve oluşan nitrürün ‘(Fe, Al)₄N’ şeklinde tane sınırlarına ve kayma düzlemleri doğrultusunda difüzyon bölgesine doğru nüfuz etmesine neden olmaktadır. Alüminyumun, çeliğin ostenitleme işlemi sırasında tane sınırlarına doğru yayılımı, azotun aynı zamanda tercihen alüminyumca zengin tane sınırlarına doğru difüzyonunu sağlamaktadır. Bu oluşumlar, difüzyon bölgesindeki azot konsantrasyonunu önemli ölçüde arttırmaktadır [43]. Ginter ve arkadaşlarının alüminyum alaşımlı çelikler üzerinde yapmış olduğu çalışmalarda ise, nitrürlemeden sonra yüzeyden 50 μm derinlikte ağırlıkça % 2,6 ve 125 μm derinlikte ağırlıkça % 1,8 azot konsantrasyonunun mevcut olduğu tespit edilmiştir. Bu oran, saf demirdeki maksimum ağırlıkça % 0,1 olan azot çözünlüğü dikkate alındığında bu değerin yaklaşık 18 ila 26 katıdır [41]. W.P. Tong ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmalarda, alüminyum alaşımlı çeliklerde azotun tane içi difüzyonundan önce tane sınırları boyunca nüfuz

edebileceği belirtilmiştir. Tane sınırları yüksek enerjili bölgeler olmasından dolayı, tane sınırında gerçekleşecek azot difüzyonu için gerekli aktivasyon enerjisi, tane içi difüzyonu için gereken aktivasyon enerjisinin yarısı kadar olacaktır [62]. Ayrıca düşük yüzey azot konsantrasyonu sağlayan düşük nitrürleme potansiyellerinde dahi 34CrAlNi7 çeliğinin tane sınırlarında nitrür ağlarının oluştuğu tespit edilmiştir. Deneysel çalışmalarda yapılan ön oksidasyon işleminin de yüzeydeki azot alımını artırıcı ve γ' nitrürün çekirdeklenmesini hızlandırıcı yönde etki ettiği bilinmektedir. (Bkz. Şekil 3.58) Tüm bu etkenler dikkate alındığında, alüminyumun difüzyon bölgesindeki azot konsantrasyonunu önemli ölçüde artırması ve azotun öncelikle tane sınırları boyunca difüzyonunu teşvik etmesi 34CrAlNi7 çeliği için hesaplanan aktivasyon enerjisi değerini ve bu değer saf demire göre düşük çıkmasını açıklamaktadır.

500 °C, 520°C ve 540 °C sıcaklıklar için, azotun saf demirdeki difüzyon sabiti ve difüzyon katsayıları ile (Bkz. Tablo 3.7) 34CrAlNi7 çeliği için kinetik çalışmalar sonucunda hesaplanan değerler, Tablo 5.4'te karşılaştırılmıştır.

Tablo 5.4. 34CrAlNi7 çeliği ve α -demirinde 500 °C, 520 °C ve 540 °C sıcaklıklar için hesaplanan difüzyon sabiti ve difüzyon katsayıları

Sıcaklık [°C]	Difüzyon Sabiti (D_0) [cm ² /sn]		Difüzyon Katsayısı (D) [cm ² /sn]	
	34CrAlNi7	α -Fe	34CrAlNi7	α -Fe
500	4,66 x 10 ⁻⁶	6,60 x 10 ⁻³	1,03 x 10 ⁻⁸	3,59 x 10 ⁻⁸
520			1,11 x 10 ⁻⁸	4,87 x 10 ⁻⁸
540			1,40 x 10 ⁻⁸	6,52 x 10 ⁻⁸

Tablo 5.4'e göre, her üç sıcaklık kademesinde de azotun saf demir içerisindeki difüzyon katsayısı ve difüzyon sabitinin, 34CrAlNi7 çeliği için hesaplanan değerlerden yüksek olduğu tespit edilmiştir. 34CrAlNi7 çeliği için hesaplanan aktivasyon enerjisinin düşük olmasına rağmen difüzyon katsayısının saf demire oranla yüksek çıkması D_0 sabiti ile ilgilidir. D_0 sabiti, kafes içerisindeki azot atomlarının difüzyon yönündeki yer değiştirme kabiliyetini tanımlamaktadır. Çelik içerisindeki karbon ve alaşım elementi varlığı, azot atomunun kafes içerisindeki

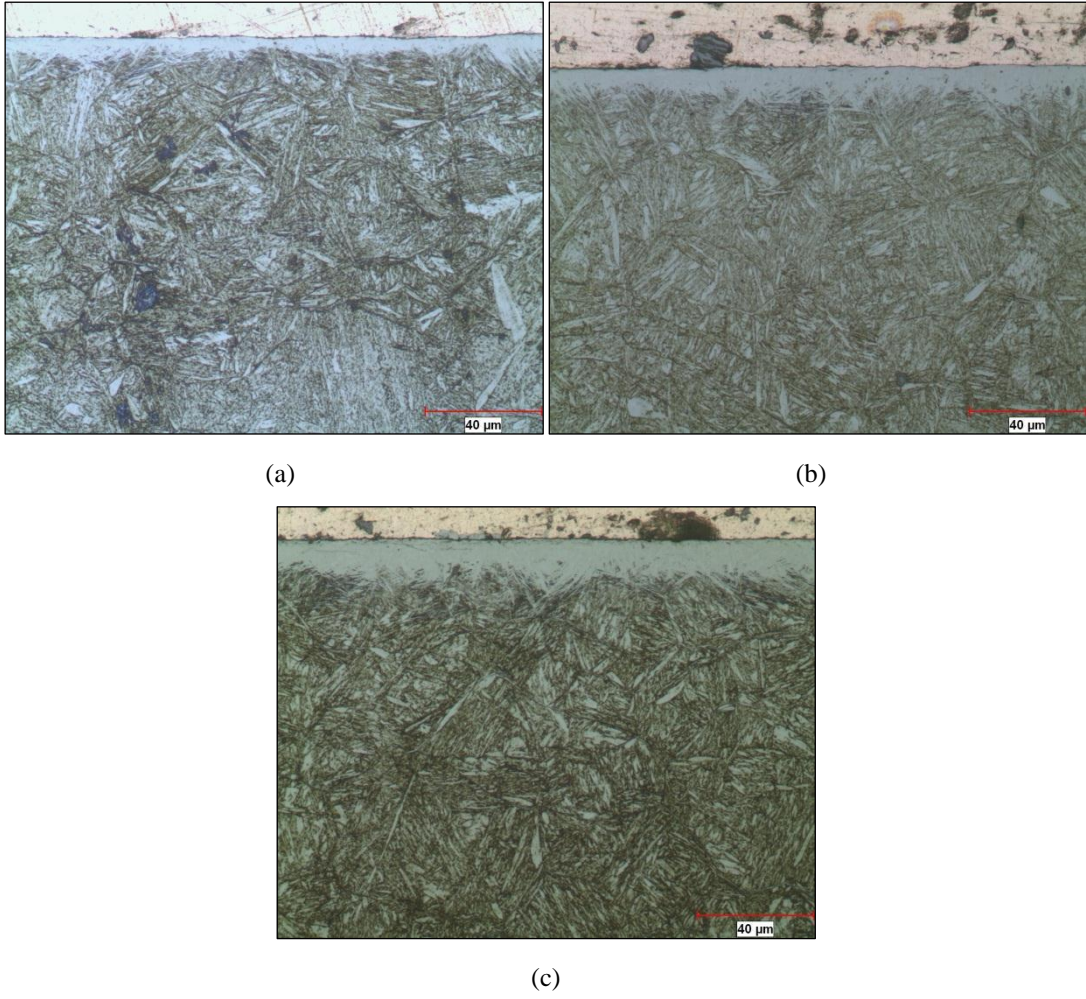
difüzyon hızını yavaşlatmaktadır [35]. Dolayısıyla, 34CrAlNi7 çeliği bünyesindeki karbon ve alaşım elementi, D_0 sabitinin azalmasına ve difüzyon katsayısının saf demire göre düşük çıkmasında sebep olmuştur. Aynı şekilde γ' -Fe₄N nitürü içerisinde azotun difüzyonu için hesaplanan Q : 39.080 joule/mol değeri (Bkz. Tablo 3.7) saf demirinkinden düşük olsa bile, saf demire göre daha düşük olan D_0 : $2,45 \times 10^{-7}$ sabiti, γ' nitürü için hesaplanan difüzyon katsayısının α -demire göre daha düşük çıkmasına neden olmaktadır [4].

5.1.2. Beyaz tabaka büyümesi

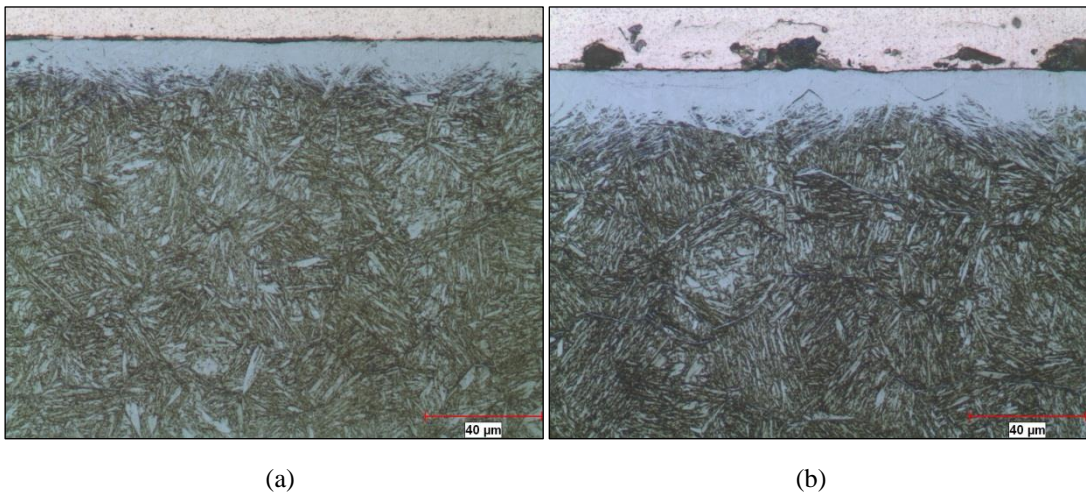
Birinci bölüm gaz nitürleme deneylerine ait beyaz tabaka kalınlık ölçümleri Tablo 5.5'te gösterilmiştir. Tek aşamalı gaz nitürleme deneyleri ile 34CrAlNi7 çeliği yüzeyinde oluşan beyaz tabakaların optik mikroskop görüntüleri, Şekil 5.3-5'te gösterilmiştir.

Tablo 5.5. Birinci bölüm tek aşamalı gaz nitürleme deneylerinde elde edilen beyaz tabaka kalınlıkları

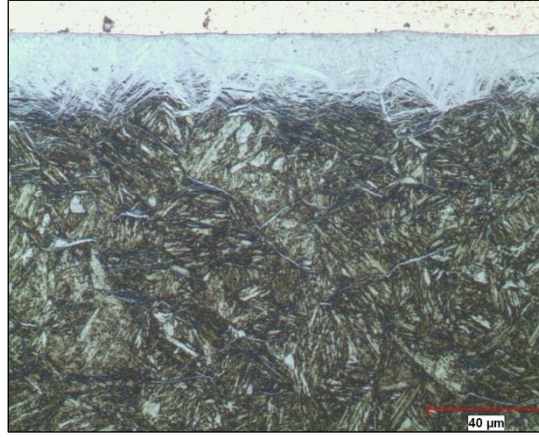
Deney No.	Gaz Nitürleme Süresi [saat]	Gaz Nitürleme Sıcaklığı [°C]		
		500	520	540
		Beyaz Tabaka Kalınlıkları [μ m] (Ortalama Değerler)		
1.1	10	4,38	9,61	15,10
1.4				
1.6				
1.2	20	8,25	13,90	21,60
1.5				
1.8				
1.3	30	10,90	18,70	28,80
1.6				
1.9				



Şekil 5.3. 500 °C’de, K_N : 5,6 nitrüleme potansiyelinde (a) 10 saat, (b) 20 saat, (c) 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinin optik mikroskopta alınan beyaz tabaka görüntüleri (500x)

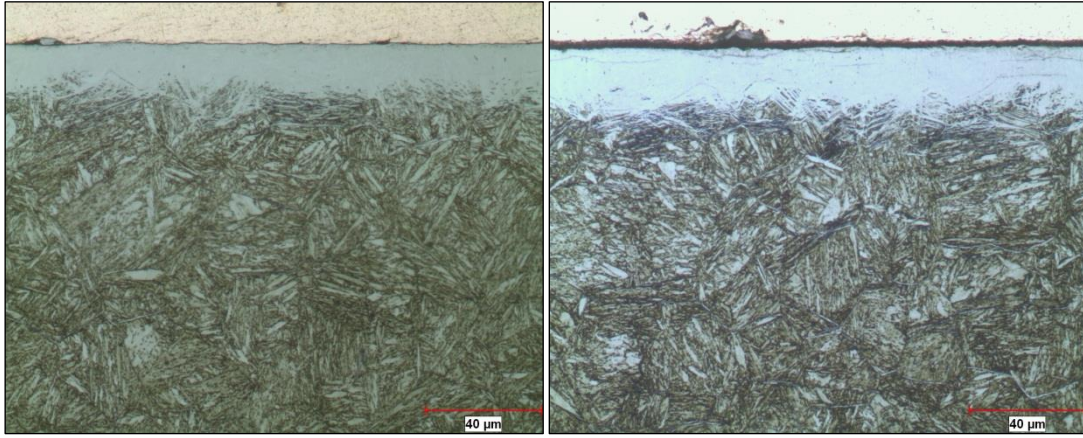


Şekil 5.4. 520 °C’de, K_N : 4,9 nitrüleme potansiyelinde (a) 10 saat, (b) 20 saat, (c) 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinin optik mikroskopta alınan beyaz tabaka görüntüleri (500x)



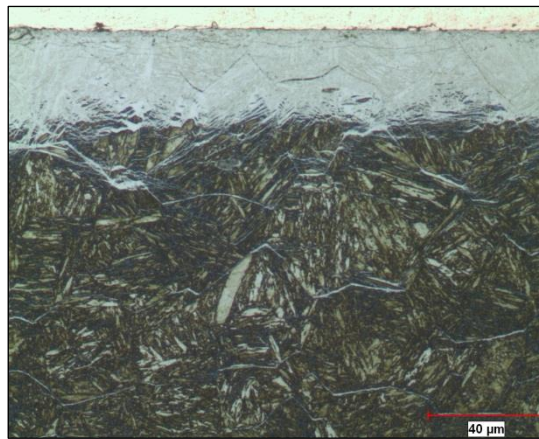
(c)

Şekil 5.4. 520 °C'de, K_N : 4,9 nitrüleme potansiyelinde (a) 10 saat, (b) 20 saat, (c) 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinin optik mikroskopta alınan beyaz tabaka görüntüleri (500x) (Devamı)



(a)

(b)



(c)

Şekil 5.5. 540 °C'de, K_N : 4,2 nitrüleme potansiyelinde (a) 10 saat, (b) 20 saat, (c) 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinin optik mikroskopta alınan beyaz tabaka görüntüleri (500x)

Şekil 5.3-6'da görüldüğü üzere, artan gaz nitrüleme sıcaklığı ve süresi, beyaz tabakanın büyümesine neden olmuştur. Eşitlik 5.5 ve Eşitlik 5.6'daki formüller kullanılarak çizilen diyagramlardaki doğruların eğimlerinden, beyaz tabaka büyüme hızları ve ivmeleri hesaplanmıştır.

$$G^{\circ} = d/t \quad (5.5)$$

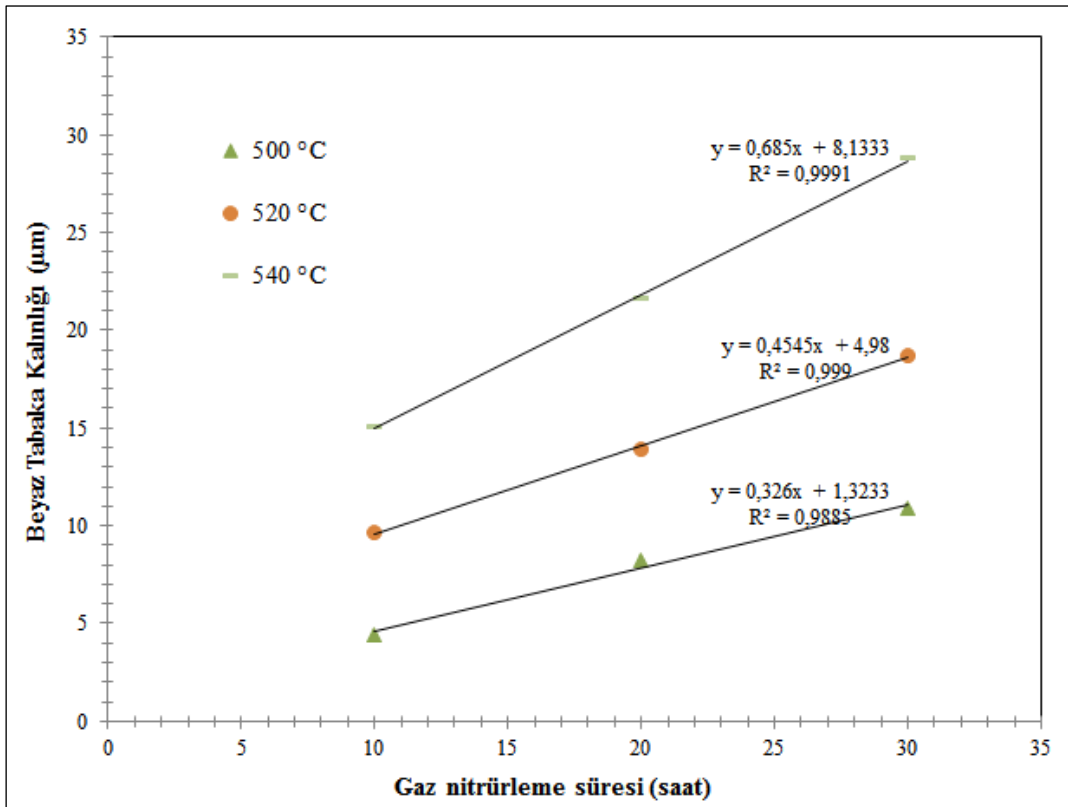
$$a = G^{\circ}/t \quad (5.6)$$

G° : Büyüme hızı [$\mu\text{m}/\text{saat}$]

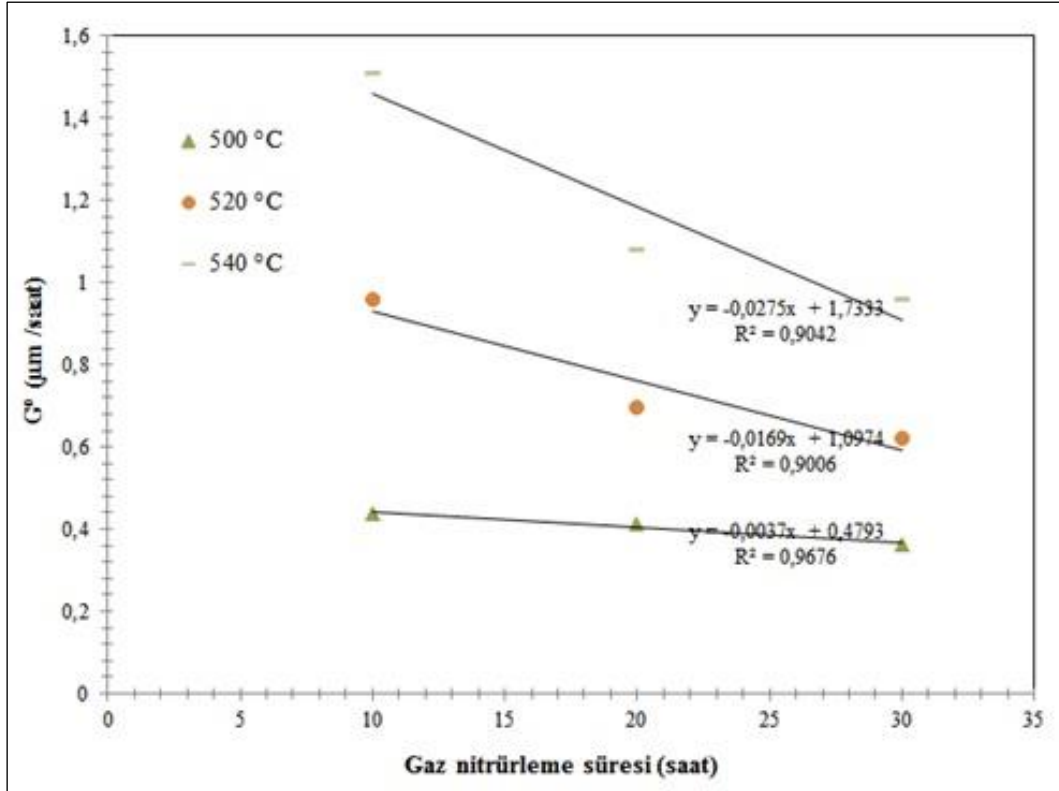
d : Beyaz tabaka kalınlığı [μm]

t : Gaz nitrüleme süresi [saat]

a : Beyaz tabaka büyüme ivmesi [$\mu\text{m}/\text{sa}^2$]



Şekil 5.6. Tek aşama gaz nitrüleme sıcaklığının 34CrAlNi7 çeliğinin beyaz tabaka büyüme hızına etkisi



Şekil 5.7. Tek aşama gaz nitrüleme sıcaklığının 34CrAlNi7 çeliğinin beyaz tabaka büyüme ivmesine etkisi

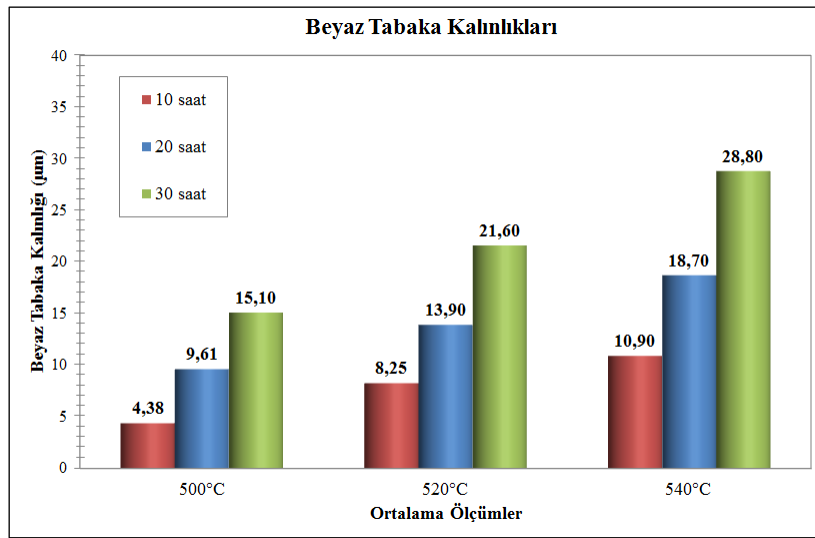
Şekil 5.6 ve 5.7'de çizilen diyagramlardaki doğruların eğiminden hesaplanan ortalama büyüme hızları ve ivmeleri Tablo 5.6'da gösterilmiştir.

Tablo 5.6. 34CrAlNi7 çeliğinin 500 °C, 520 °C ve 540 °C için hesaplanmış beyaz tabaka büyüme hızları ve büyüme ivmeleri

Sıcaklık [°C]	Hesaplanan Değerler	
	Ortalama Büyüme Hızı [µm/saat]	İvme [µm/sa ²]
500	0,326	0,0037
520	0,454	0,0169
540	0,685	0,0275

Ölçümler ve hesaplamalar neticesinde artan süre ve sıcaklığın seçilen nitrüleme potansiyelleri için beyaz tabaka kalınlığını arttırdığı tespit edilmiştir. Seçilen nitrüleme potansiyelleri, beyaz tabakanın gaz atmosferi ile oluşturduğu denge azot konsantrasyonunu her üç sıcaklık için de aynı tutmuştur. (Bkz. Şekil 4.3) Beyaz tabakanın içerdiği ve gaz atmosferi ile arayüzey oluşturduğu ϵ fazının, Lehrer diyagramına göre yaklaşık kütlece % 8,75 oranında azot içerdiği öngörüldüğünde, aynı azot aktifliğine sahip atmosferde artan gaz nitrüleme sıcaklığının, beyaz tabaka

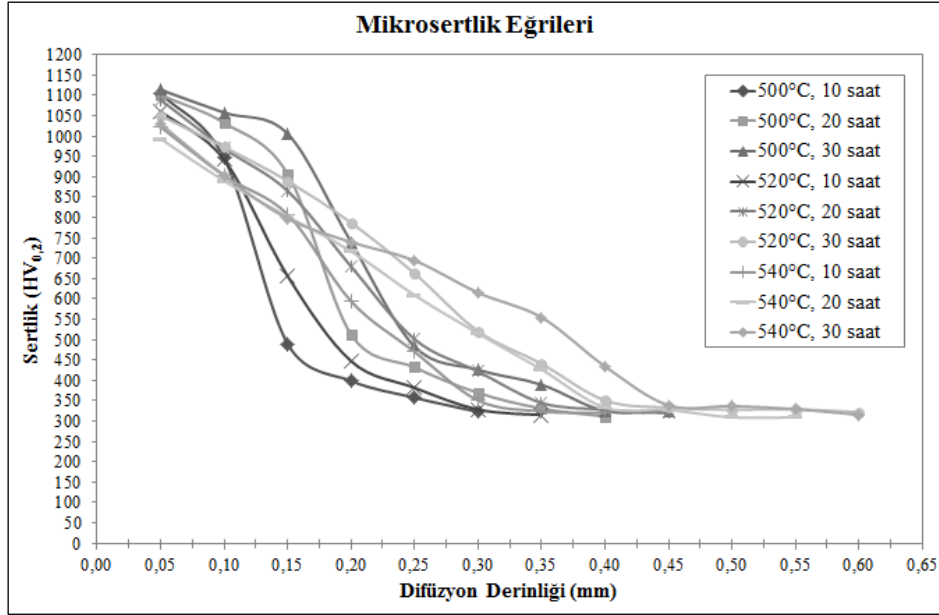
büyüme ivmesini ve büyüme hızını arttırdığı tespit edilmiştir. Her sıcaklık için artan sürenin beyaz tabaka kalınlığını arttırmasının nedeni, Lehrer diyagramına göre seçilen nitrürleme potansiyellerinin, epsilon faz bölgesinde olması ve γ' - ϵ çift fazlı beyaz tabakanın birlikte büyümesi için gerekli azot konsantrasyonunu yüzeyde oluşturmasıdır. İşlem sıcaklığının artışı ile beyaz tabakadaki kalınlık artışı, γ' - ϵ fazlarındaki azot difüzyon katsayısı artışına bağlı olarak çift fazlı tabaka büyümesinin hızlanmasıdır. Tüm sonuçlar grafiksel olarak karşılaştırılmış ve Şekil 5.8’de gösterilmiştir.



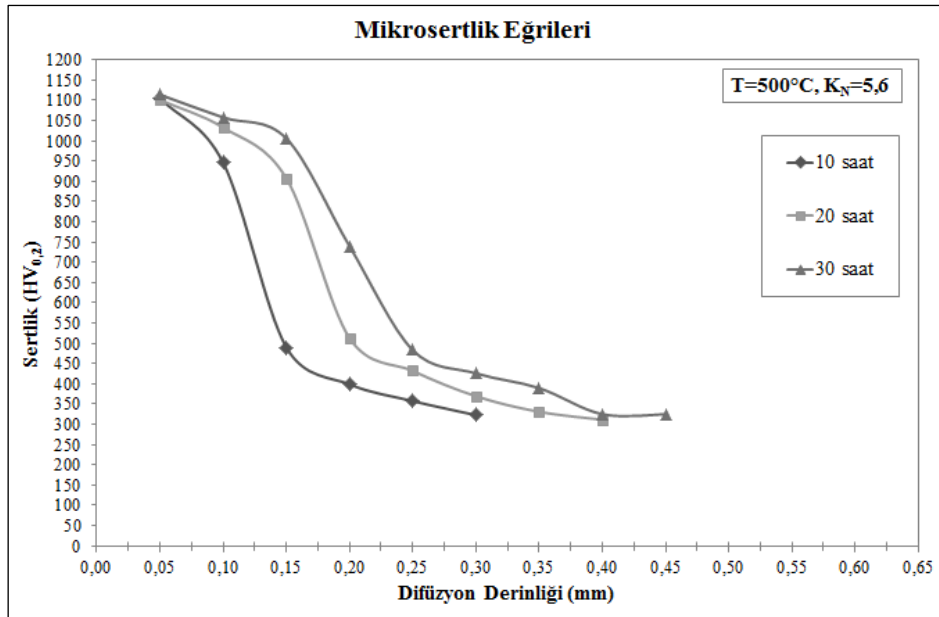
Şekil 5.8. Tek aşama gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ölçülen ortalama beyaz tabaka kalınlıkları ve sonuçların karşılaştırılması

5.1.3. Mikrosertlik eğrileri ve karşılaştırmalar

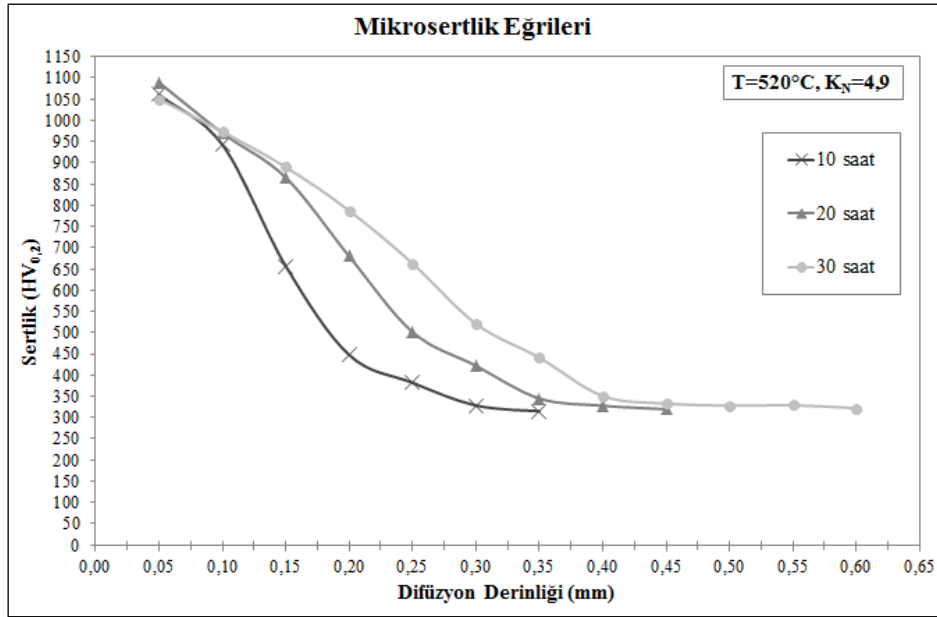
Difüzyon bölgesinde ölçülen mikrosertlikler sonucunda oluşturulan mikrosertlik eğrileri ve karşılaştırmaları Şekil 5.9’da verilmiştir. Sertlik ölçümleri, aktivasyon enerjisi hesaplamalarının olduğu bölümde belirtilmiştir. (Bkz. Tablo 5.1)



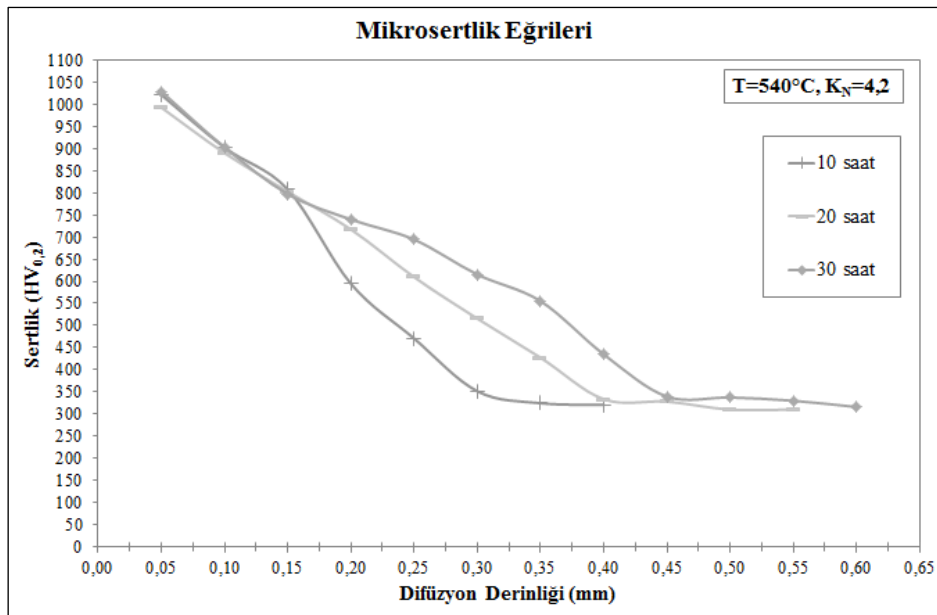
Şekil 5.9. Tek aşama gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde difüzyon bölgesindeki mikrosertlik eğrileri ve karşılaştırmaları



Şekil 5.10. 500 °C'de, K_N: 5,6 nitrüleme potansiyelinde gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme süresinin mikrosertlik eğrisine etkisi



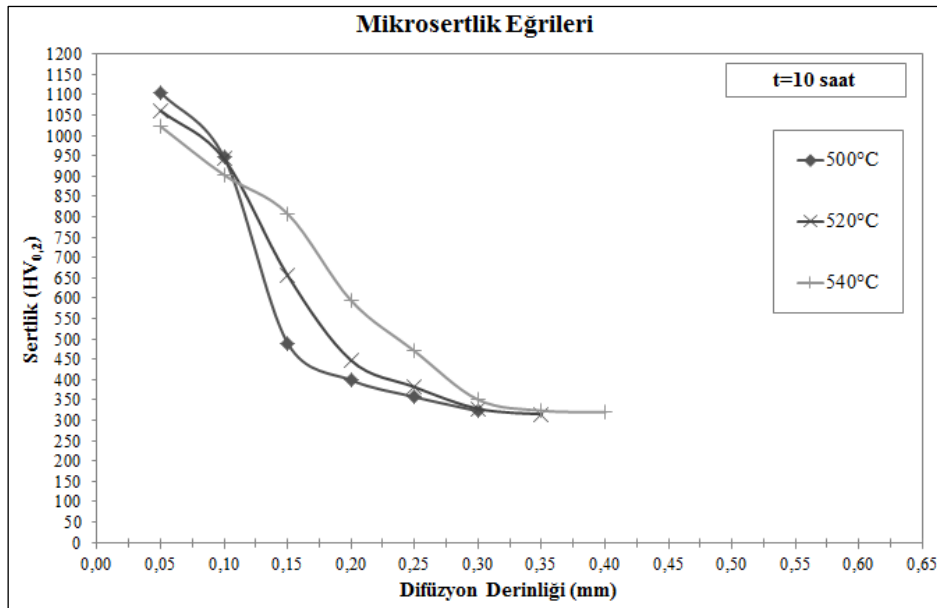
Şekil 5.11. 520 °C'de, K_N : 4,9 nitrüleme potansiyelinde gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme süresinin mikrosertlik eğrisine etkisi



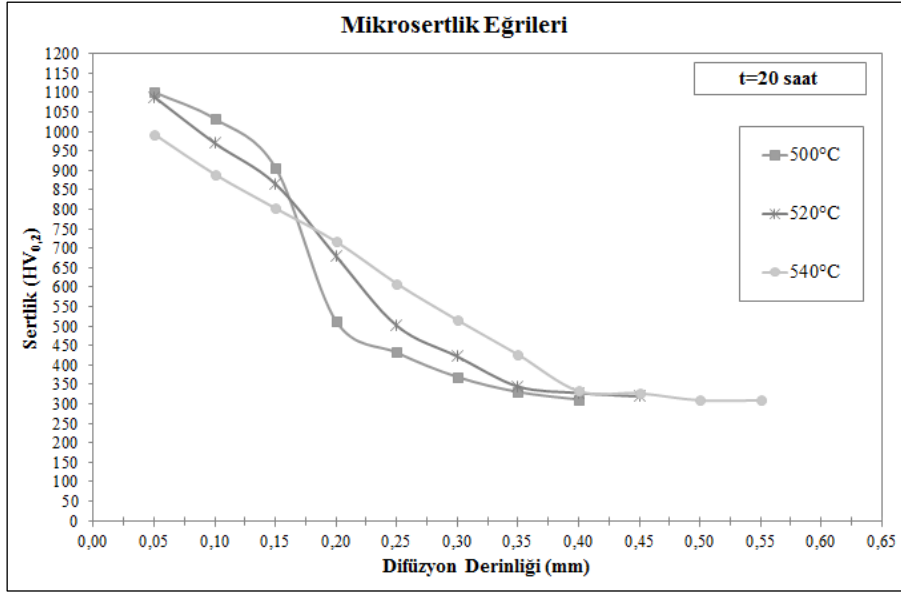
Şekil 5.12. 540 °C'de, K_N : 4,2 nitrüleme potansiyelinde gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme süresinin mikrosertlik eğrisine etkisi

Şekil 5.10-12'de görüldüğü üzere, artan gaz nitrüleme süresi her üç sıcaklık için difüzyon derinliklerinin artmasına ve elde edilen mikrosertlik eğrilerinin karakteristiklerinin değişmesine neden olmuştur. Elde edilen sertlik eğrilerinin karakteristikleri, yüzeyden içeriye difüzyonu gerçekleştiren azot miktarı, bölgedeki yayılımı ve bölgedeki konsantrasyona bağlı hakim olan sertleşme mekanizmasına bağlıdır.

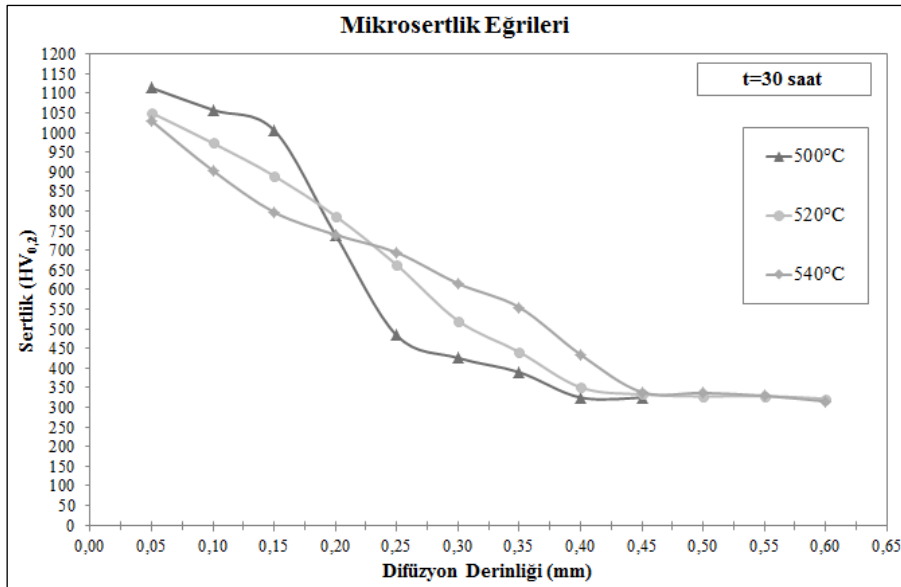
Artan işlem süresine bağlı difüzyon bölgesine alımı yapılan atomik azot miktarının arttığı düşünüldüğünde; gaz nitrüleme süresindeki artış, difüzyon derinliğini arttırmaktadır. Artan derinliğe bağlı artan azot konsantrasyonu, yeni kompleks nitrürlerin oluşumunu ve çökmesini mümkün kılmakta ve sertleşme derinliğinin artmasını sağlamaktadır [41]. Şekil 5.11 ve Şekil 5.12’de görüldüğü üzere, artan süreye bağlı yüzeye yakın bölgede sertlik düşüşü meydana gelmiştir. Kısa nitrüleme sürelerinde yüzeye yakın bölge azotça aşırı doymuş olup, nitrür oluşumları ve çökelmeleri yoğun olarak ilk bu bölgede gerçekleşmektedir. Artan süre ile birlikte, azotça zengin olan bölgeden çekirdeğe doğru devam eden difüzyon neticesinde yüzeye yakın bölgede bir miktar sertlik düşüşü meydana gelmiştir. Yüzeyden çekirdeğe doğru olan azot konsantrasyon gradyanının eğimi, artan süreye bağlı olarak azalmış ve yüzeye yakın bölgelerde sertlik düşüşüne sebebiyet vermiştir. 500 °C’de yapılan işlemde, artan süre ile yüzeye yakın bölgede sertlik düşüşünün gerçekleşmemesi, işlem sıcaklığına bağlı olarak difüzyon hızının düşük oluşudur.



Şekil 5.13. 10 saat süre ile gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi



Şekil 5.14. 20 saat süre ile gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi



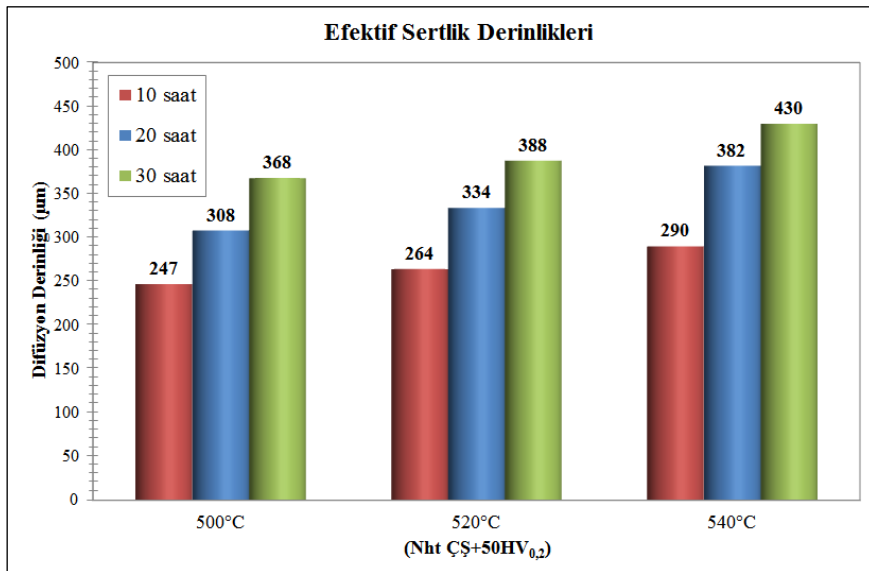
Şekil 5.15. 30 saat süre ile gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi

Şekil 5.13-15'te görüldüğü üzere aynı gaz nitrüleme süreleri için, artan gaz nitrüleme sıcaklığı ile birlikte difüzyon derinliği artmış fakat yüzeyden 200 μm derinliğe kadar olan bölgede elde edilen mikrosertliklerde önemli ölçüde düşüş gözlemlenmiştir. İşlem sıcaklığının difüzyon bölgesinde oluşan nitrür çökeltilerinin oluşum boyutlarında ve büyüme kinetiğinde etkisi mevcuttur. Düşük işlem sıcaklıkları, bölgede oluşan nitrürlerin boyutlarındaki büyümeyi kısıtlarken, matris üzerinde daha ince taneli oluşumunu ve dağılımını sağlamaktadır [62]. Dolayısıyla

düşük sıcaklıkta yapılan nitrüleme ile tüm sürelerde yüzeye yakın bölgelerde sertlikler en yüksek değerlerdedir. Artan nitrüleme sıcaklığı artan difüzyon hızına bağlı sertleşebilirlik sınırını arttırmış fakat difüzyon bölgesinde çökelen nitrürlerin daha kaba taneli oluşmasına neden olarak, mikrosertliklerin düşmesine sebebiyet vermiştir.

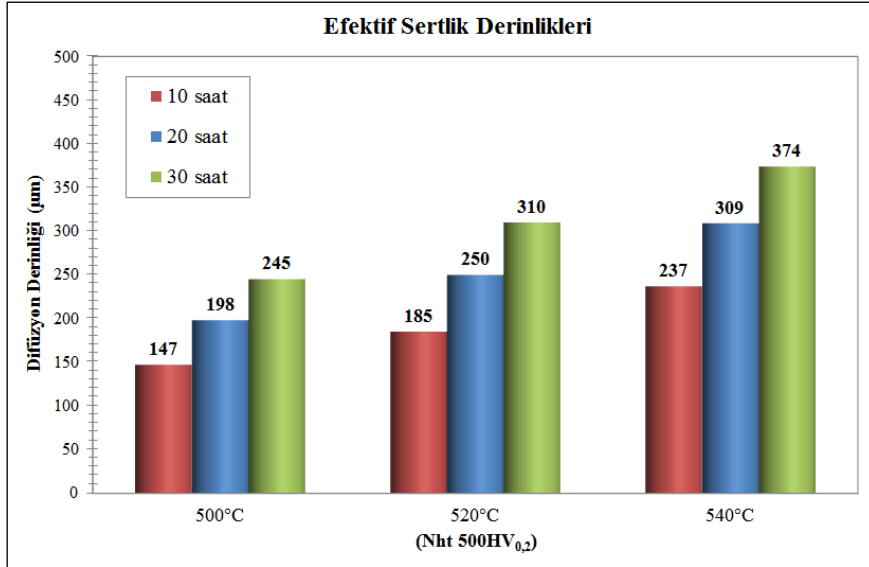
5.1.4. Efektif sertlik derinlikleri

Gaz nitrülenmiş numunelerde difüzyon bölgesinde ölçülen mikrosertlik değerleri ile oluşturulan mikrosertlik eğrileri üzerinden hesaplanan (Bkz. Şekil 3.54) efektif sertlik derinlikleri ve karşılaştırmaları, aşağıdaki şekillerle gösterilmiştir.

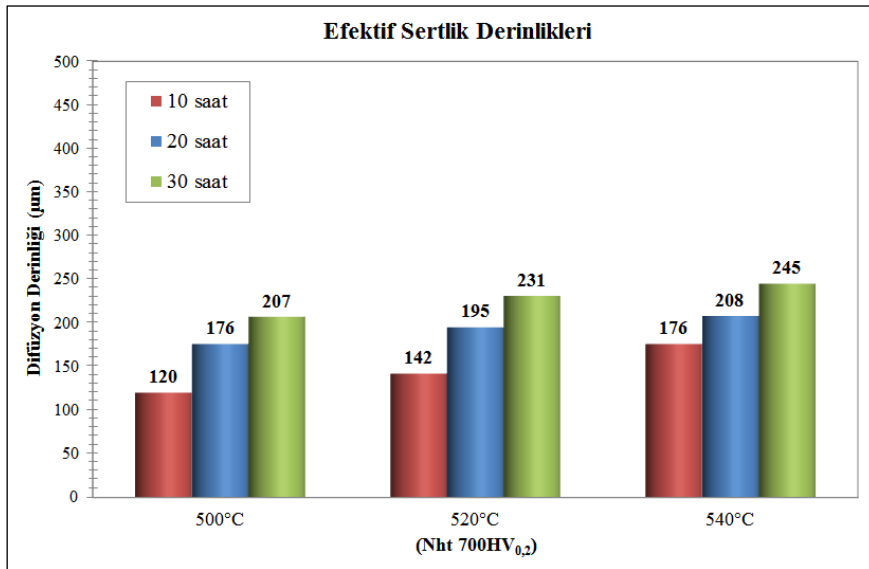


Şekil 5.16. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin Nht ÇŞ+50HV efektif sertlik derinliğine etkisi

Şekil 5.16'da gösterildiği üzere, gaz nitrülenmiş numunelerin difüzyon bölgelerinde ölçülen çekirdek sertliklerinin 50 HV fazlası için tanımlanan sınır sertliğin ölçüldüğü derinlik, nitrüleme derinliği ve aynı zamanda efektif sertlik derinliği olarak değerlendirilmiştir. Eğriler üzerinden yapılan ölçümler neticesinde, en yüksek nitrüleme derinliği 540 °C'de 30 saat gaz nitrüleme işlemi ile elde edilmiştir. Bunun nedeni, işlemin en yüksek difüzyon katsayısı ile 30 saat nitrüleme süresine sahip olan işlem olmasıdır. Tüm deneylerde artan gaz nitrüleme süresi ve sıcaklığı, nitrüleme derinliğini arttırmıştır.

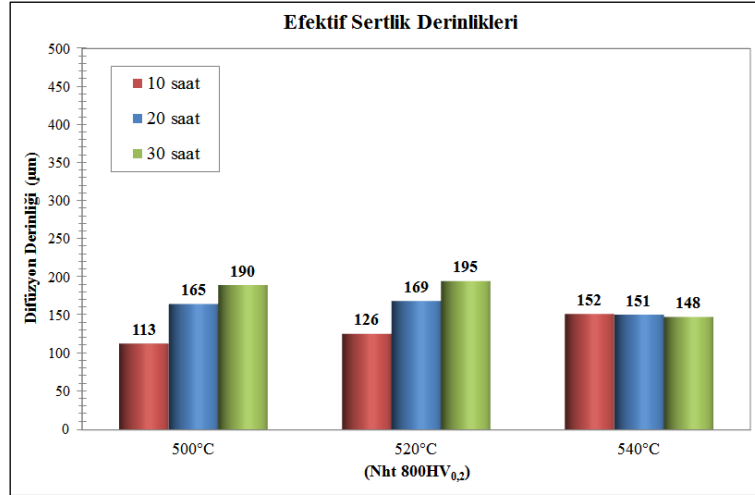


Şekil 5.17. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin Nht 500HV efektif sertlik derinliğine etkisi



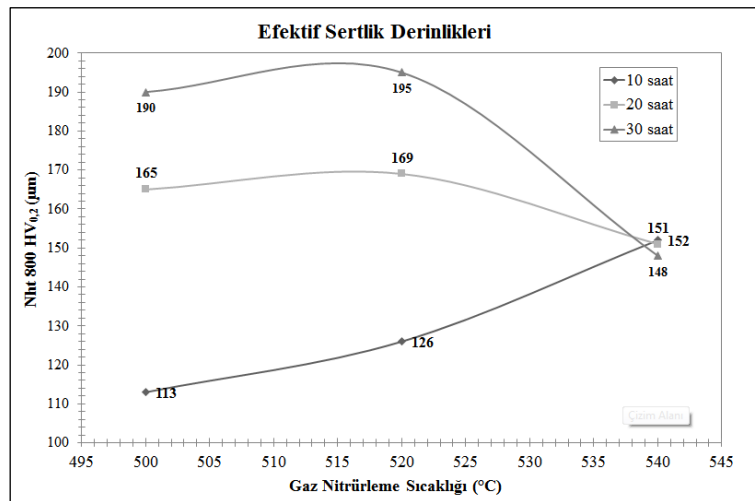
Şekil 5.18. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin Nht 700HV efektif sertlik derinliğine etkisi

Şekil 5.17 ve 5.18’de yapılan karşılaştırmalarda, 500 HV ve 700 HV efektif sertlik derinlikleri, sıcaklık ve sürenin artması ile artmıştır. 500 °C’de 20 saat gaz nitrüleme ile 176 mikron difüzyon derinliğinde elde edilen 700 HV, 540 °C’de 10 saat gaz nitrüleme işlemi ile elde edilmiştir. Aynı gaz nitrüleme süresi için, en yüksek 500 HV ve 700 HV efektif sertlik derinlikleri, 540 °C’de yapılan gaz nitrüleme deneyleri sonucunda elde edilmiştir.



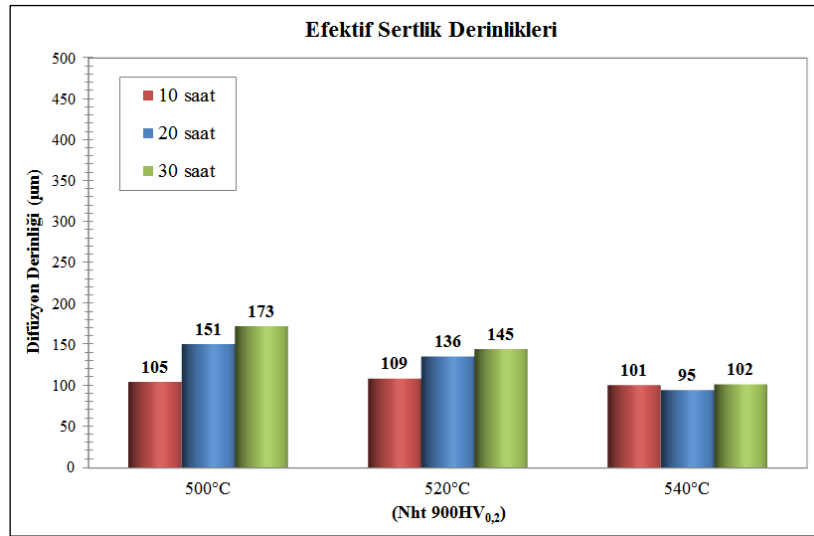
Şekil 5.19. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin Nht 800HV efektif sertlik derinliğine etkisi

Şekil 5.19’da gösterildiği üzere, 500 °C ve 520 °C’de yapılan gaz nitrüleme işlemlerinde, artan süre ve artan sıcaklık ile 800 HV sınır sertliğin elde edildiği difüzyon derinliği artmıştır. 540 °C’de yapılan gaz nitrüleme işlemlerinde, nitrüleme süresinin artışı ile efektif sertlik derinliğinde artış gözlemlenmemiş olup, grafiksel olarak düşüş eğilimi gözlemlense bile önemli ölçüde bir değişiklik tespit edilmemiştir. 10 saat süre ile yapılan nitrüleme işlemlerinde sıcaklığın yükselmesi ile 800 HV sertleşebilirlik sınırının yükseldiği tespit edilmiştir. 20 saat ve 30 saat süre ile gerçekleştirilen deneyler karşılaştırıldığında, 520 °C’ye kadar sınır sertlik derinliği artmış fakat sıcaklığın 540 °C’ye yükselmesi ile birlikte sertlik düşüşü meydana gelmiştir (Şekil 5.20).



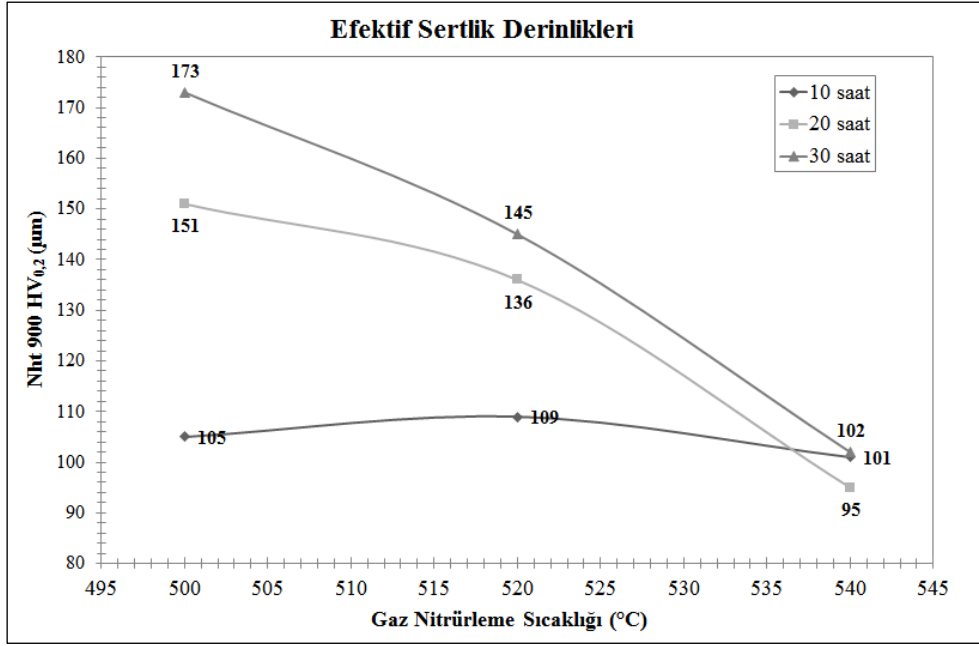
Şekil 5.20. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının Nht 800HV efektif sertlik derinliği eğrisine etkisi

En yüksek 800 HV efektif sertlik derinliđi 520 °C’de 30 saat gaz nitrüleme işlemleri ile elde edilmiştir. Nht 800HV efektif sertlik derinliđine, 10 saatin üzerinde yapılan nitrüleme işlemleri kapsamında azaltıcı yönde etki edecek kritik sıcaklıđın, 520 °C’nin üzerinde yapılan nitrüleme sıcaklıkları olduđu gözlemlenmiştir. 540 °C’ye kadar olan sıcaklıklarda, 800 HV efektif sertlik derinliđinin yükselen sıcaklıđa bađlı sürekli artışı sağlayan işlem süresinin 10 saat olduđu gözlemlenmiştir.



Şekil 5.21. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliđinde işlem sıcaklıđının ve süresinin Nht 900HV efektif sertlik derinliđine etkisi

Şekil 5.21’de gösterildiđi üzere, 500 °C ve 520 °C’de yapılan gaz nitrüleme işlemlerinde, artan süre ve artan sıcaklık ile 900 HV sertliđin elde edildiđi difüzyon derinliđi artmıştır. 540 °C’de yapılan gaz nitrüleme işlemlerinde ise Şekil 5.20’deki gibi nitrüleme süresinin artışı ile efektif sertlik derinliđinde artış gözlemlenmemiş ve önemli ölçüde bir deđişiklik tespit edilmemiştir. 10 saat süre ile yapılan gaz nitrüleme işlemlerinde artan sıcaklıđın, efektif sertlik sınırını önemli ölçüde deđiştirmediđi tespit edilmiştir. 20 saat ve 30 saat süre ile yapılan işlemler karşılaştırıldıđında, artan nitrüleme sıcaklıđı her iki süre için 900 HV efektif sertlik derinliđini azaltmıştır (Şekil 5.22).



Şekil 5.22. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının Nht 900HV efektif sertlik derinliği eğrisine etkisi

En yüksek 900 HV efektif sertlik derinliği, 500 °C’de 30 saat gaz nitürleme işlemi ile elde edilmiştir. Nht 900HV efektif sertlik derinliğine, 10 saatin üzerinde yapılan nitürleme işlemleri kapsamında azaltıcı yönde etki edecek kritik sıcaklıkların, 500 °C’nin üzerinde yapılan nitürleme sıcaklıkları olduğu deneysel sonuçlar yardımı ile tespit edilmiştir. 520 °C’ye kadar olan işlem sıcaklıklarında artan nitürleme süresi ile 900 HV efektif sertlik derinliği artmakta, 540 °C’de ise önemli ölçüde değişmemektedir.

5.1.5. Yüzey sertlik ölçümleri

Tek aşamalı gaz nitürleme deneylerine ait vickers yöntemi ile alınan yüzey sertlik ölçümlerinin sonuçları Tablo 5.7’de, Rockwell yöntemi ile alınan yüzey sertlik ölçümlerine bağlı olarak HR15N sertlik sonuçları Tablo 5.8’de, HR30N sertlik sonuçları Tablo 5.9’da ve HR45N sertlik sonuçları Tablo 5.10’da verilmiştir.

Tablo 5.7. 500 °C’de, 520 °C’de ve 540 °C’de sırasıyla 10 saat, 20 saat ve 30 saat gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin HV₁ yüzey sertlikleri

Gaz Nitrüleme Süresi [saat]	Yüzey Sertlik (HV ₁)		
	Gaz Nitrüleme Sıcaklığı [°C]		
	500	520	540
10	1132	1075	1069
20	1072	1050	980
30	1068	1019	975

Tablo 5.8. 500 °C’de, 520 °C’de ve 540 °C’de sırasıyla 10 saat, 20 saat ve 30 saat gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin HR15N yüzey sertlikleri

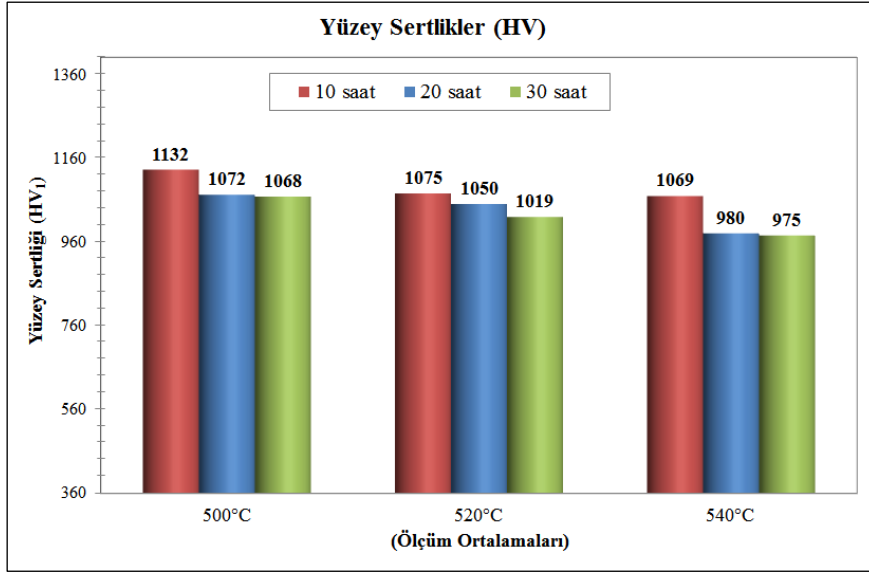
Gaz Nitrüleme Süresi [saat]	Yüzey Sertlik (HR15N)		
	Gaz Nitrüleme Sıcaklığı [°C]		
	500	520	540
10	94,5	94,7	94,5
20	95,0	94,8	94,6
30	95,1	94,7	94,2

Tablo 5.9. 500 °C’de, 520 °C’de ve 540 °C’de sırasıyla 10 saat, 20 saat ve 30 saat gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin HR30N yüzey sertlikleri

Gaz Nitrüleme Süresi [saat]	Yüzey Sertlik (HR30N)		
	Gaz Nitrüleme Sıcaklığı [°C]		
	500	520	540
10	79,0	82,2	84,1
20	85,9	86,4	85,4
30	87,8	86,6	85,1

Tablo 5.10. 500 °C’de, 520 °C’de ve 540 °C’de sırasıyla 10 saat, 20 saat ve 30 saat gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin HR45N yüzey sertlikleri

Gaz Nitrüleme Süresi [saat]	Yüzey Sertlik (HR45N)		
	Gaz Nitrüleme Sıcaklığı [°C]		
	500	520	540
10	61,7	66,8	69,5
20	71,7	74,3	74,5
30	76,2	76,7	74,9



Şekil 5.23. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin HV₁ yüzey sertliğine etkisi

Şekil 5.23'te gösterilen sonuçlara göre, artan nitrülleme sıcaklığı ve süresinin, HV₁ yüzey sertliklerinde düşüşe neden olduğu tespit edilmiştir. Vickers sertlik ölçüm yöntemi ile tespit edilen yüzey sertlikleri, yöntemde kullanılan elmas piramit ucun yüzeyden içeriye batma mesafesi ve uygulanan yük ile orantılıdır. Elmas piramitin batma derinliği, sertlik izinde ölçülen diyagonal mesafenin yaklaşık olarak 1/7'sidir. 1 kg yük ile alınmış sertlik ölçümleri ve vickers sertlik hesaplamasında kullanılan formül yardımı ile batma derinlikleri Eşitlik 5.7'de verilen formül yardımı ile hesaplanmış ve beyaz tabaka kalınlıkları ile olan ilişkisi ile birlikte Tablo 5.11'de belirtilmiştir.

$$h = \sqrt{\frac{1,854 \times P}{HV}} \times \frac{1}{7} \times 10^3 \quad (5.7)$$

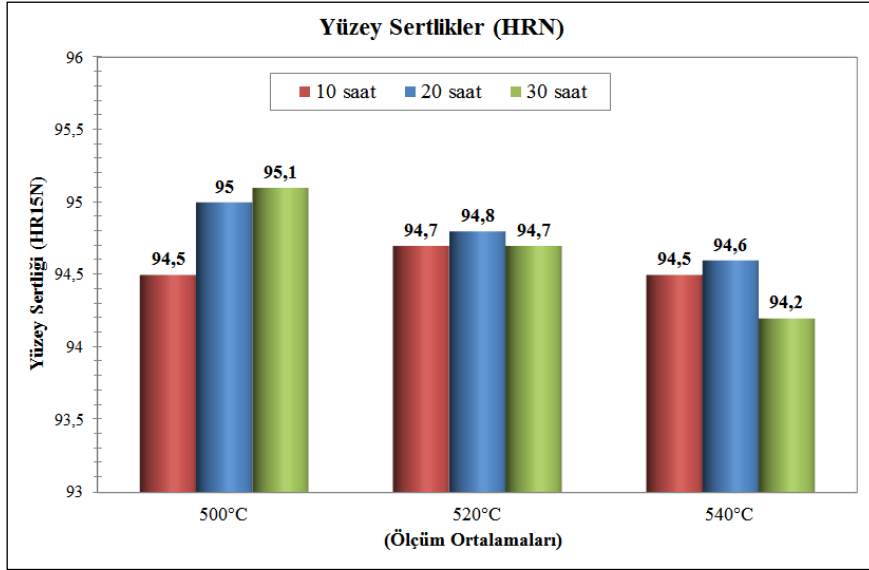
- h : Batma derinliği [μm]
 HV : Vickers sertlik [kg/mm^2]
 P : Test yükü [kg]

Tablo 5.11. Ölçülen HV₁ yüzey sertliklerine göre vickers uç batma derinlikleri ve ölçümlerin yapıldığı numunelerdeki beyaz tabaka kalınlıkları

Deney No.	Yüzey Sertlik [HV ₁]	Vickers Uç Batma Derinliği [μm]	Beyaz Tabaka Kalınlığı [μm]
1.1	1132	5,78	4,38
1.2	1072	5,94	8,25
1.3	1068	5,95	10,90
1.4	1075	5,93	9,61
1.5	1050	6,00	13,90
1.6	1019	6,09	18,70
1.7	1069	5,95	15,10
1.8	980	6,21	21,60
1.9	975	6,23	28,80

Tablo 5.11'deki batma derinlikleri ile numune yüzeyindeki beyaz tabaka kalınlıkları dikkate alındığında, sertlik izi derinliğinin 1.1 numaralı deney dışındaki diğer deneylerde beyaz tabaka bölgesinde olduğu tespit edilmiştir. Beyaz tabakanın difüzyon bölgesine ve atmosfere doğru iki yönde büyüdüğü dikkate alınarak, ölçülen sertlik değerlerinin beyaz tabaka sertlik değeri olarak da alınması mümkündür. Şekil 5.23 ve Tablo 5.11 birlikte yorumlandığında, artan sıcaklık ve artan süre beyaz tabaka kalınlığını arttırmıştır. Tokluğu düşük olan beyaz tabakanın kalınlığının artışı ile tabakada meydana gelen çatlakların, yüzeyde elde edilen sertliklerin düşüşüne neden olması muhtemeldir. Beyaz tabakadaki artan süreye ve sıcaklığa bağlı kalınlık artışı ile meydana gelen çatlak oluşumu, '5.1.2. Beyaz tabaka büyümesi' bölümünde gösterilen beyaz tabaka mikroyapılarında görülmektedir. (Bkz. Şekil 5.3-5)

Gaz nitrüleme işlemlerinde seçilen nitrüleme potansiyelleri, Lehrer diyagramına göre epsilon faz bölgesindedir ve artan süreye bağlı beyaz tabaka içerisindeki ϵ fazının hacimce yüzdesinin γ' fazına oranla artması beklenmektedir. Epsilon nitrürün, gama nitrüre göre daha kırılğan yapıda olması ve daha kalın oluşması, çatlak oluşumunun nedenlerinden biridir. Beyaz tabakada oluşan pürüzlü bölgenin epsilon fazında ve en dış yüzeyde oluştuğu düşünüldüğünde, artan epsilon fazı kalınlığı, pürüzlü bölge kalınlığında da artış meydana getirecektir. Yüzeyden alınan sertlik izinin batma derinliğinin de bu bölgeye denk geldiği düşünüldüğünde, sertlik düşüşündeki diğer nedenin bu şekilde açıklanması mümkündür.

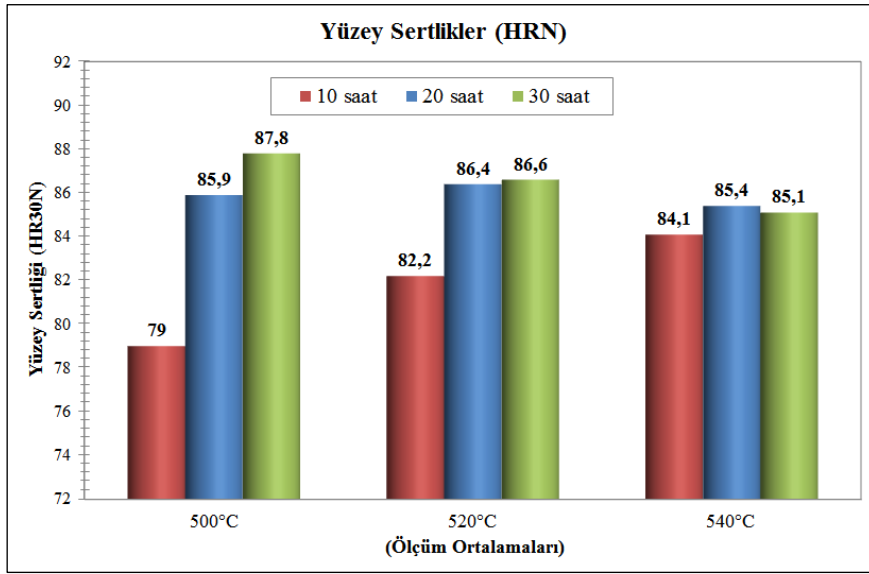


Şekil 5.24. Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin HR15N yüzey sertliklerine etkisi

Yüzeysel Rockwell yöntemi kullanılarak ölçülen yüzey sertlikleri kapsamında Şekil 5.24'te 15 kg yük ile alınan sertlik sonuçları gösterilmiştir. 10 saatlik gaz nitrüleme işlemlerinde artan sıcaklıkla HR15N yüzey sertliğinin değişmediği gözlemlenmiştir. 500 °C'de yapılan gaz nitrüleme işleminde artan süre ile HR15N sertlikler artarken, 520 °C'de artan süreye bağlı olarak önemli bir değişiklik gözlemlenmemiş fakat işlem sıcaklığının 540 °C'ye yükselmesi ile birlikte 30 saat işlem sonrasında düşüş gözlemlenmiş, en düşük yüzey sertliği elde edilmiştir. Nitrüleme süresinin artışı ile birlikte 20 saatlik ve 30 saatlik işlemlerde artan sıcaklık ile yüzey sertliklerinde düşüş olduğu gözlemlenmiştir. En yüksek HR15N sertlik, 500 °C'de 30 saatlik gaz nitrüleme işlemi sonucunda elde edilmiştir.

500 °C'de yapılan gaz nitrüleme işlemlerinde HV₁ sertliklerinde gözlemlenen düşüşün aksine, artan nitrüleme süresinin yüzey sertliğini artırdığı tespit edilmiştir. Bunun nedeni, 15 kg yük altında konik elmas ucun batma derinliğinin fazla olması ve difüzyon bölgesinden alınan sertlik değerini ifade etmesidir. Dolayısıyla artan süre, difüzyon derinliğini ve difüzyon sertliklerini artırmış ve yüzey sertliğinin yükselmesine neden olmuştur. Bu sonuç aynı zamanda difüzyon bölgesi mikrosertlik eğrilerinin karakteristiği ile de aynı doğrultudadır. (Bkz. Şekil 5.10)

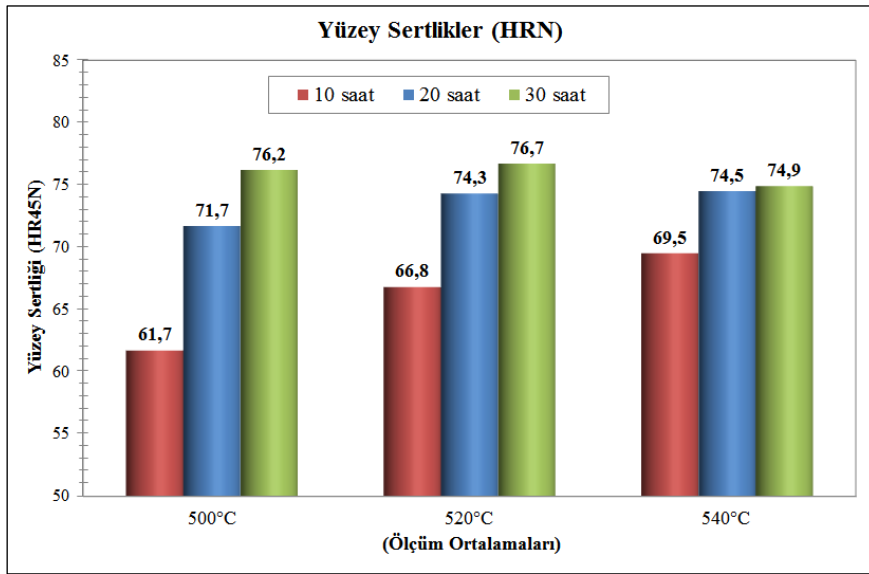
520 °C’de ve 540 °C’de yapılan gaz nitrüleme işlemlerinde, 20 saate kadar artan nitrüleme sürelerinde yüzey sertliğinde artış, 20 saatten daha uzun sürede devam eden işlemlerde ise düşüş karakteristiği gözlemlenmiştir. Artan sıcaklık ile difüzyon katsayısının artışı ve artan süre ile difüzyon bölgesinde yüzeye yakın bölgede mikrosertliklerdeki düşüş, yüzey sertliklerinin azalmasına sebep olmuştur. (Bkz. Şekil 5.11-12)



Şekil 5.25. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde, işlem sıcaklığının ve süresinin HR30N yüzey sertliklerine etkisi

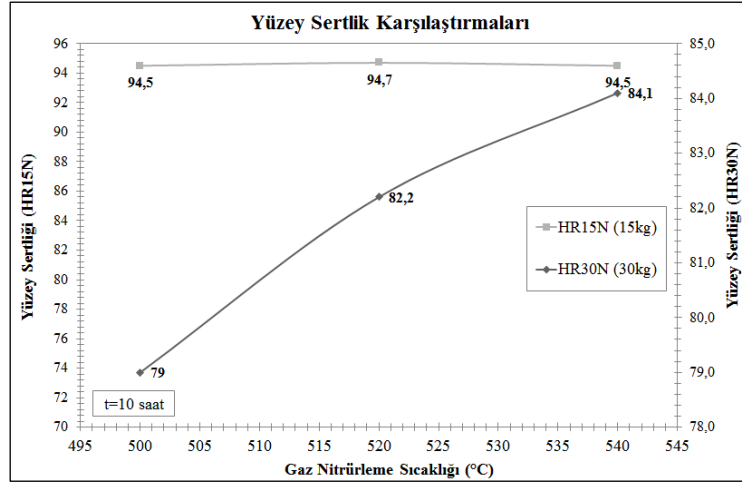
Şekil 5.25’te görüldüğü üzere, 30 kg yük kullanılarak yapılan testler neticesinde elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır. En yüksek HR30N yüzey sertliği HR15N ölçümlerde olduğu gibi 500 °C’de 30 saat nitrüleme işlemi ile elde edilmiştir. Ölçüm yükünün artması ile sıcaklık ve süreye bağlı değişimlerde de değişiklik gözlemlenmiştir. 10 saat süre ile gerçekleştirilen gaz nitrüleme işlemlerinde artan işlem sıcaklığı ile yüzey sertliklerinde önemli ölçüde artış tespit edilmiştir. Artan test yüküne karşılık artan batma derinliği, sıcaklığın etkisiyle 10 saat nitrüleme sonucunda en fazla nitrüleme derinliğine sahip olan numunede en yüksek sertliğin elde edilmesini sağlamıştır. Bu sonuç, mikrosertlik eğrileri ile tutarlılık göstermektedir. (Bkz. Şekil 5.13) 10 saat nitrülenmiş numuneler için, artan yük ile nitrülenmemiş çekirdek bölgesine yakınlaşan sertlik iz derinliği, çekirdek bölgeye yakın alanda en yüksek sertlik eğrisine sahip işlemde yüzey sertliğin yüksek çıkmasını sağlamıştır.

En yüksek sertliğin 500 °C’de 30 saatte elde edilmesi, efektif sertlik derinlikleri ile ilişkilidir. (Bkz. Şekil 5.21) 900 HV efektif sertlik derinliğinin en yüksek değeri aynı nitrüleme şartlarında tespit edilmiştir. Yüzeğe yakın bölgede sınır sertlik derinliğindeki artış, yüzey mukavemetini artırarak yüksek yüzey sertliğinin elde edilmesini sağlamıştır. 30 saat nitrüleme süresi için artan sıcaklıkla birlikte yüzey sertliklerindeki düşüşün, sınır sertlik derinliklerinin azalması sonucunda meydana geldiği gözlemlenmiştir.

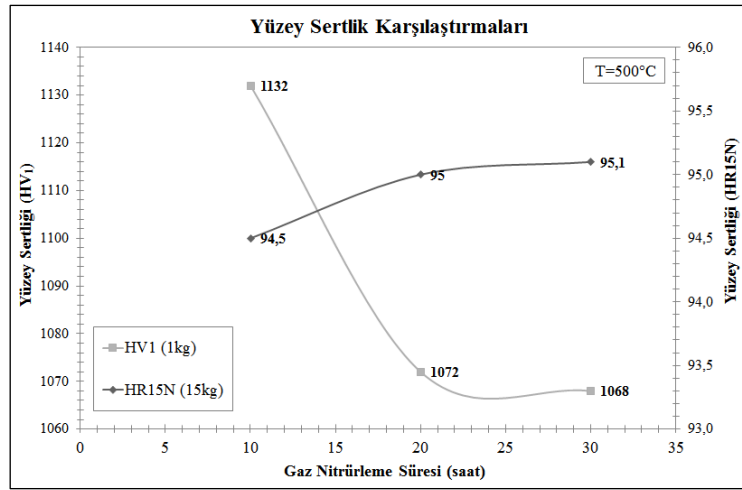


Şekil 5.26. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının ve süresinin HR45N yüzey sertliklerine etkisi

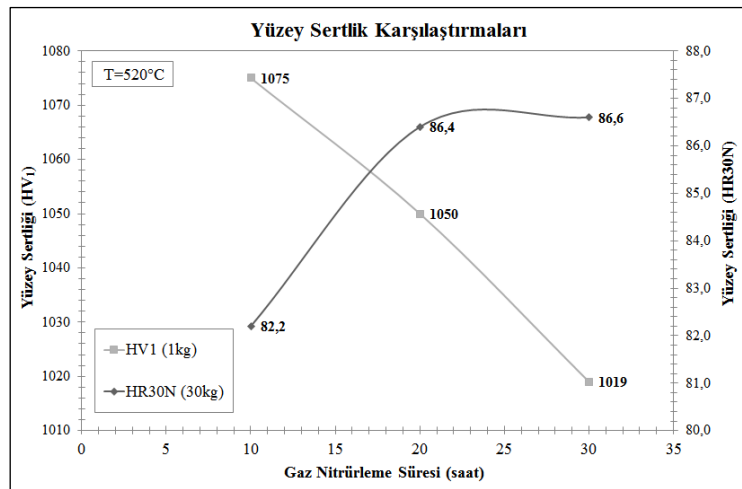
Nitrülenmiş numunelerin yüzey sertlik ölçümlerinde pratikte kullanılmayan 45 kg yük ile yapılan testler, sertlik ölçümlerinde kullanılan yükün yüzey sertliklerindeki değişimlere etkisini incelemek için yapılmıştır. Şekil 5.26’da görüldüğü üzere, sabit süre-değişken sıcaklık için ve sabit sıcaklık-değişken süre için nitrüleme derinliğindeki artış ile sertliklerin yükseldiği gözlemlenmiştir. 520 °C sıcaklıkta 30 saat süre ile yapılan işlemde en yüksek HR45N sertliği elde edilmiştir. Bunun nedeni, en yüksek 800 HV efektif sertlik derinliğinin aynı nitrüleme şartları sonucunda bulunmasıdır.



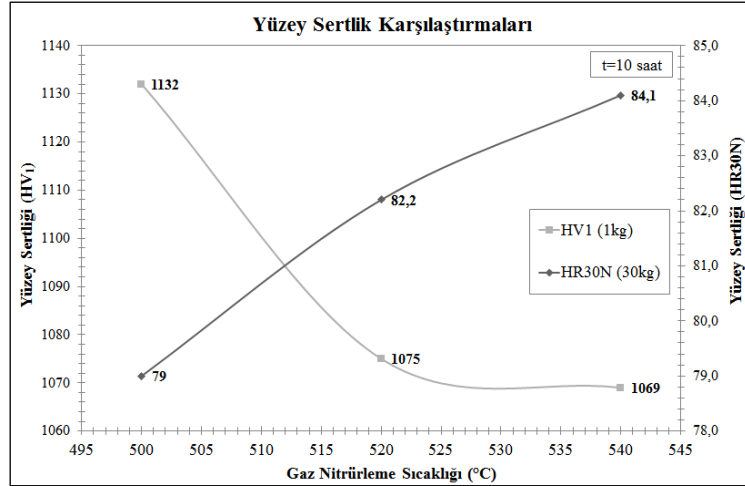
Şekil 5.27. 500 °C'de gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının değişimine bağlı HR15N ve HR30N yüzey sertlik eğrileri



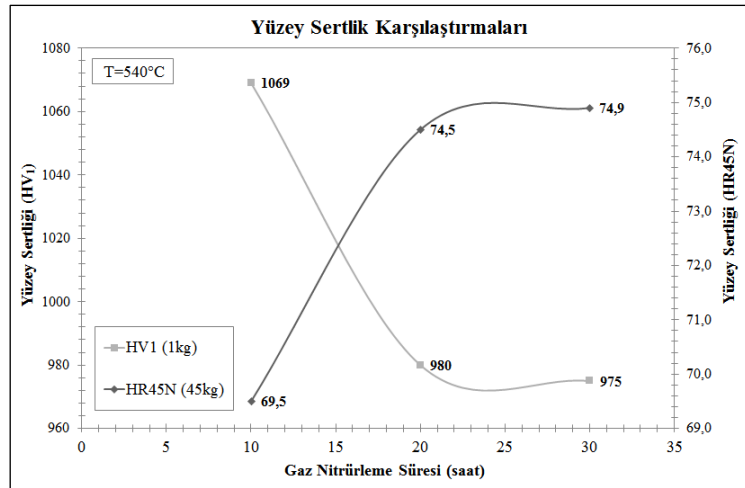
Şekil 5.28. 500 °C'de gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem süresinin değişimine bağlı HV₁ ve HR15N yüzey sertlik eğrileri



Şekil 5.29. 520 °C'de gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem süresi değişimine bağlı HV₁ ve HR30N yüzey sertlik eğrileri



Şekil 5.30. 10 saat gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem sıcaklığının değişimine bağlı HV₁ ve HR30N yüzey sertlik eğrileri



Şekil 5.31. 500 °C'de gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem süresinin değişimine bağlı HV₁ ve HR45N yüzey sertlik eğrileri

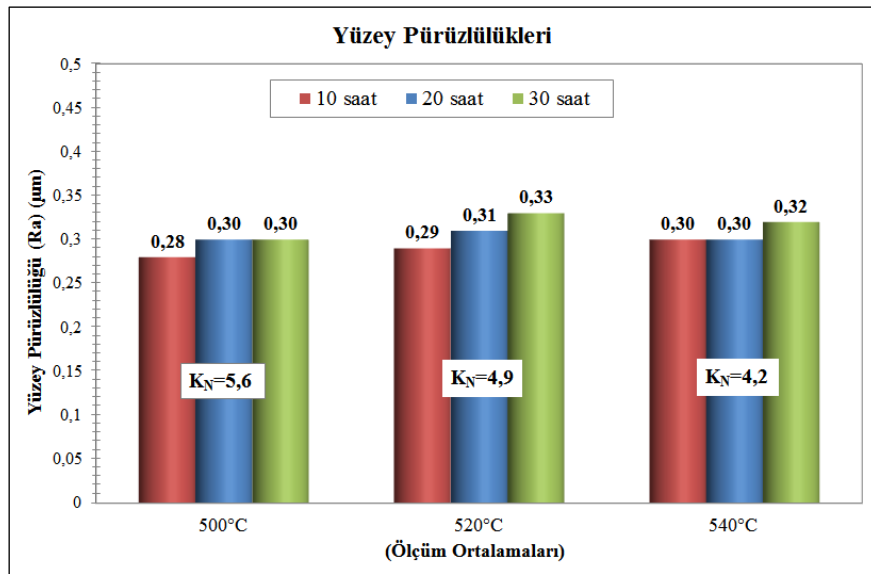
Şekil 5.27-31'de yüzey sertliklerinin gaz nitrüleme süresine ve sıcaklığına bağlı değişimini gösteren eğriler verilmiş ve karşılaştırmalar yapılmıştır. Gaz nitrülenmiş numuneler için farklı sertlik yöntemleri ile elde edilen sonuçların, sertlik yöntemine göre değişkenlik gösterdiği tespit edilmiştir. Gaz nitrüleme parametrelerinin yüzey sertliğine etkisi, sertlik yöntemine ve kullanılan sertlik yüküne göre değişkenlik göstermiştir. Gaz nitrüleme işlemi sonucunda elde edilen yüzey tabakaları, artan derinlik ile azalan sertlik değerlerine sahip olduğu için, 34CrAlNi7 çeliği için seçilecek yüzey sertlik test yöntemi ve yükünün önemi deneysel sonuçlar ile tespit edilmiştir.

5.1.6. Yüzey pürüzlülük ölçümleri

Deneysel çalışmalar neticesinde gaz nitrülenmiş numunelerde işlem sonrasında ölçülen yüzey pürüzlülük değerleri Tablo 5.12’de gösterilmiştir. Sıcaklığa ve süreye bağlı karşılaştırmalar grafiksel olarak Şekil 5.32’de gösterilmiştir.

Tablo 5.12. Birinci bölüm gaz nitrüleme deneyleri sonucunda 34CrAlNi7 çeliğinde elde edilen Ra yüzey pürüzlülük değerleri

Gaz Nitrüleme Süresi [saat]	Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü (Ra) [μm]		
	Gaz Nitrüleme Sıcaklığı [$^{\circ}\text{C}$]		
	500	520	540
10	0,28	0,29	0,30
20	0,30	0,31	0,30
30	0,30	0,33	0,32

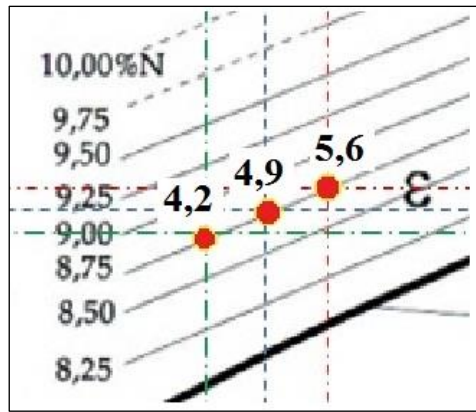


Şekil 5.32. Gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlem süresinin, sıcaklığının ve nitrüleme potansiyelinin Ra yüzey pürüzlülüğüne etkisi

Tablo 5.12’de ve Şekil 5.32’de gösterildiği üzere, numune yüzeylerinden alınan ölçüm ortalamaları sonucunda Ra yüzey pürüzlülük değerlerinin birbirlerine çok yakın olduğu gözlemlenmiştir. İşlem öncesinde Ra: 0,05 μm - 0,10 μm yüzey pürüzlülüğüne sahip olan numunelerde gaz nitrüleme deneyleri sonucunda elde edilen minimum pürüzlülüğün 0,28 μm , maksimum pürüzlülüğün ise 0,33 μm olduğu görülmektedir. Değerler arasındaki 0,05 μm ’lik fark, önemsenmeyecek bir değişiklik olarak kabul edilebilir.

Elde edilen sonuçlar yorumlandığında, gaz nitrüleme sonrasında yüzeyde ölçülen ortalama pürüzlülük değerleri, seçilen nitrüleme potansiyeline bağlı değişen beyaz tabaka % azot içeriğiyle ve işlem sıcaklığı ile ilişkilidir. Beyaz tabaka içeriğinde bulunan fazlar ve fazların içerdiği azot miktarı, işlemden sonra elde edilecek yüzey pürüzlülüğünü etkilemektedir. Bunun nedeni, tabakadaki demir nitrürler içerisinde bulunan atomik azotun aynı zamanda moleküler hale geçip tabakadan ayrılması sonucunda yüzeyde oluşturduğu porozitelere bağlı pürüzlülük değerlerindeki artıştır. Aynı zamanda artan sıcaklık ve süre ile yüzey pürüzlülük değerlerinde, beyaz tabaka büyümesine bağlı az oranda da bir artış olması muhtemeldir.

Birinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamında Lehrer diyagramına göre seçilen nitrüleme potansiyelleri, her sıcaklık için yüzey ile atmosfer arasında denge azot konsantrasyonunu aynı değerde tutmuştur. Diğer bir ifade ile Lehrer diyagramına göre, beyaz tabakada atmosfere yakın bölgede oluşan faz ϵ -nitürüdür ve içerdiği ağırlıkça % azot miktarı 500 °C, 520 °C ve 540 °C için aynı ve yaklaşık olarak % 8,75'tir. Bu değer, aynı zamanda beyaz tabaka yüzeyindeki azot konsantrasyonu olarak ifade edilmektedir. Seçilen potansiyellerin Lehrer diyagramındaki konumu, büyütülmüş olarak Şekil 5.33'te tekrar gösterilmiştir.



Şekil 5.33. Birinci bölüm gaz nitrüleme deneyleri için seçilen nitrüleme potansiyellerinin Lehrer diyagramı epsilon fazı bölgesi üzerinde gösterilmesi

Beyaz tabakadaki pürüzlü bölge, ağırlıklı olarak yüzeyde ve epsilon fazı içerisinde oluşmaktadır. ϵ nitürün içerdiği azot miktarındaki artış yüzey pürüzlülüğünü arttırmaktadır. Şekil 5.32'deki sonuçlar ve Şekil 5.33'teki epsilon faz bölgesi içerisinde seçilen nitrüleme potansiyelleri yorumlandığında, her üç sıcaklık için

seçilen farklı nitrürleme potansiyeli, beyaz tabakanın atmosfer ile temasta olduğu üst yüzeyinde oluşan ε nitrürün denge halinde içerdiği azot oranının tüm deneylerde eşit tutulmasını sağlamıştır. Birbirine çok yakın elde edilen yüzey pürüzlülük değerleri, ağırlıkça aynı % azot oranlarına sahip beyaz tabakaların oluşması ile elde edilmiştir. Artan süreye ve sıcaklığa bağlı, önemsenmeyecek değerlerde olan pürüzlülük değişimi, beyaz tabaka büyümesine bağlı bünyedeki hacimce ε -nitrür oranının artmasından kaynaklanmaktadır. Bu oranın artışı, seçilen nitrürleme potansiyellerinin epsilon faz bölgesinde yer alması ve beyaz tabaka bünyesindeki ε nitrürün γ' nitrürüne oranla daha hızlı büyümesini sağlayan yüzey azot aktifliğini oluşturmasından kaynaklanmaktadır.

5.2. İkinci Bölüm Gaz Nitrürleme Deney Sonuçları

İkinci bölüm gaz nitrürleme deneyleri kapsamında yapılan tek ve çift aşamalı nitrürleme çalışmalarının deneysel sonuçları aşağıda sunulmuştur. Tek ve çift aşamalı nitrürleme deneyleri için, parametre değişikliklerine göre sonuçların yazılı olduğu, karşılaştırmaların yapıldığı tablo ve grafiklerde kullanılan parametre sembelleri ve anlamları aşağıdaki gibidir.

Tek aşamalı gaz nitrürleme işlemleri için;

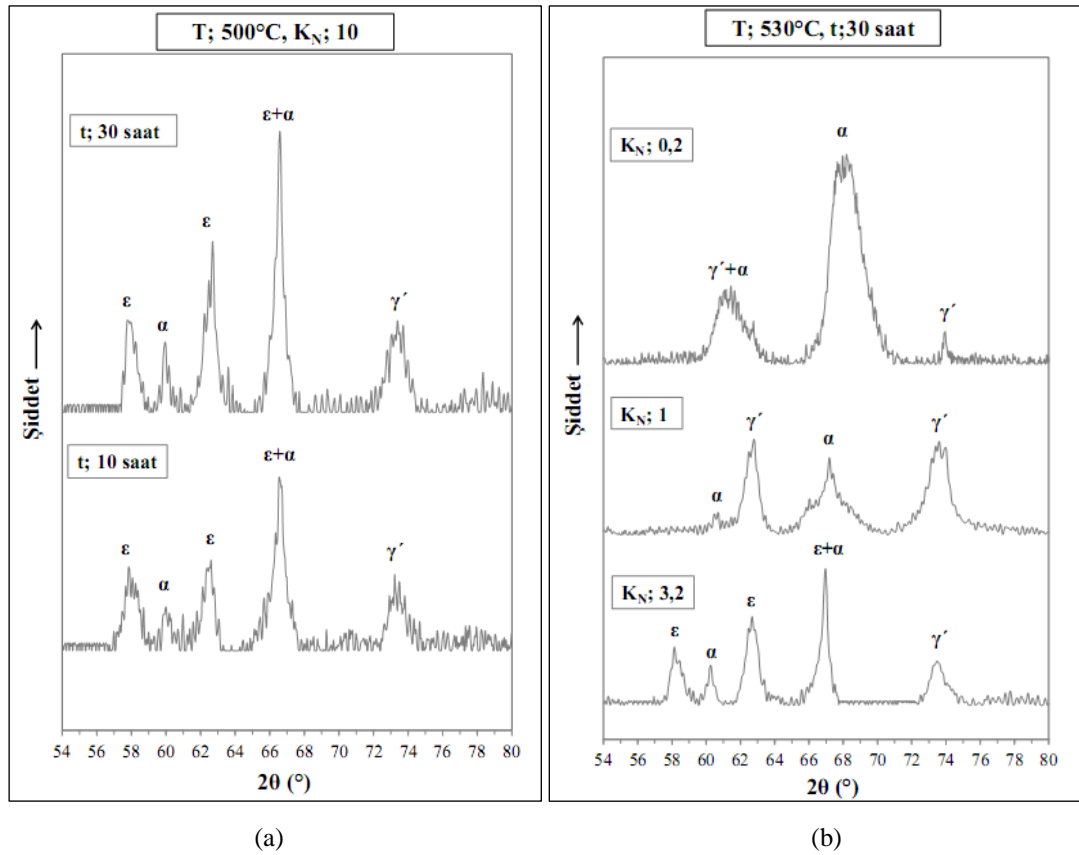
- T : Gaz nitrürleme işlem sıcaklığı
- K_N : Gaz nitrürleme potansiyeli
- t : Gaz nitrürleme süresi

Çift aşamalı gaz nitrürleme işlemleri için;

- T_1 : Birinci gaz nitrürleme aşama sıcaklığı
- K_{N1} : Birinci gaz nitrürleme aşaması nitrürleme potansiyeli
- t_1 : Birinci gaz nitrürleme aşama süresi
- T_2 : İkinci gaz nitrürleme aşama sıcaklığı
- K_{N2} : İkinci gaz nitrürleme aşaması nitrürleme potansiyeli
- t_2 : İkinci gaz nitrürleme aşama süresi

5.2.1. X-ışınları difraksiyon analizleri

Tek aşamalı ve çift aşamalı gaz nitrürleme işlemine tabi tutulan numuneler üzerinde Cr-K α radyasyonu kullanılarak yapılan difraksiyon analizi sonucunda yüzeyde tespit edilen fazların tipleri ve şiddetleri karşılaştırmalı grafik olarak Şekil 5.34-35'te gösterilmiştir. ϵ -Fe₂₋₃N, γ' -F₄N ve α -Fe fazları, 2θ açısı 54° ile 80° arasında tespit edilmiştir.



Şekil 5.34. (a) 500 °C'de farklı sürelerde, (b) 530 °C'de farklı nitrürleme potansiyellerinde tek aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin x-ışınları difraksiyon paternleri

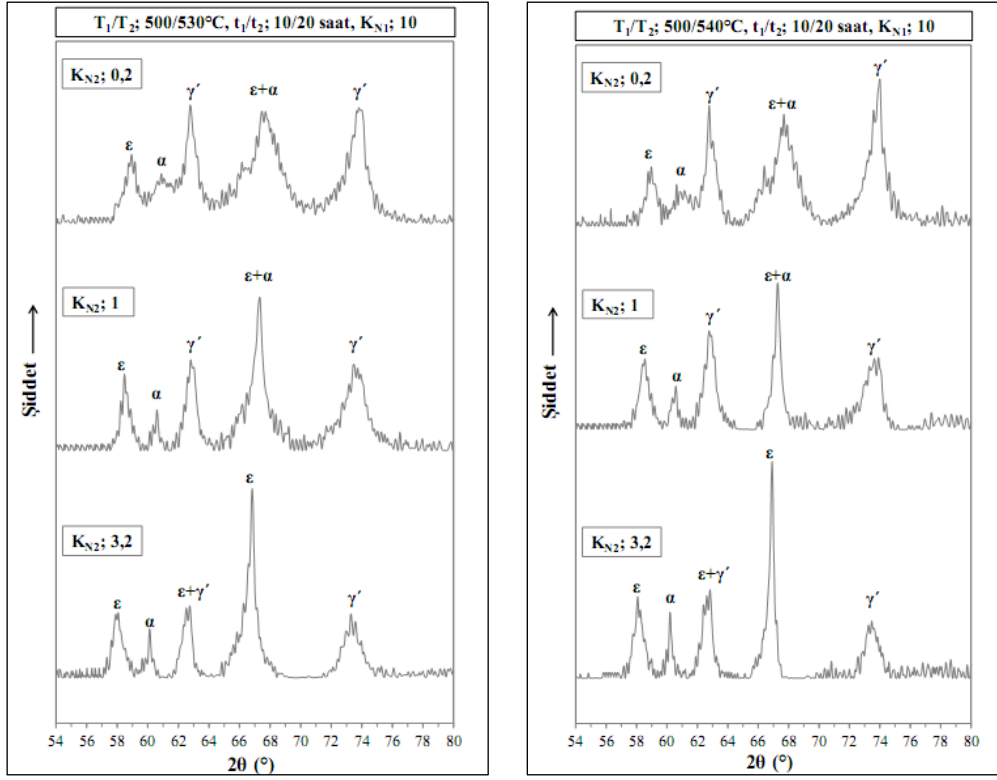
Şekil 5.34a'ya göre 500 °C'de K_N:10 nitrürleme potansiyelinde yapılan gaz nitrürleme işlemleri sonucunda yüzeyde ϵ ve γ' nitrürlerin birlikte bulunduğu çift fazlı bileşke tabakanın oluştuğu gözlemlenmiştir. Artan nitrürleme süresinin, her iki nitrürün oluşturduğu piklerin şiddetlerinde artışa sebebiyet verdiği görülmektedir. Lehrer diyagramına göre epsilon faz bölgesinde yer alan nitrürleme potansiyeli, çift fazlı bileşke tabakanın iki fazlı olarak büyümesi için gerekli azot konsantrasyonunu yüzeyde oluşturmaktadır. Artan süreye bağlı beyaz tabaka kalınlığının arttığı

düşünüldüğünde (Bkz. Tablo 5.13), artan nitrürleme süresine bağlı elde edilen pik şiddetlerindeki artış, bileşke tabakanın γ'/ε çift fazlı tabaka büyümesi sonucunda gerçekleştiğini göstermektedir.

Şekil 5.34b'ye göre, 530 °C'de 30 saat süre ile yapılan tek aşamalı gaz nitrürleme işlemlerinde, Lehrer diyagramına göre epsilon faz bölgesinde bulunan ve çift fazlı tabaka büyümesini sağlayan K_N : 3,2 nitrürleme potansiyeli ile yapılan işlemde, yüzeyde ε ve γ' fazlarının oluştuğu gözlemlenmiştir. Belirtilen şartlarda, 34CrAlNi7 çeliği yüzeyinde oluşan beyaz tabaka çift fazlı bir bileşke tabakadır.

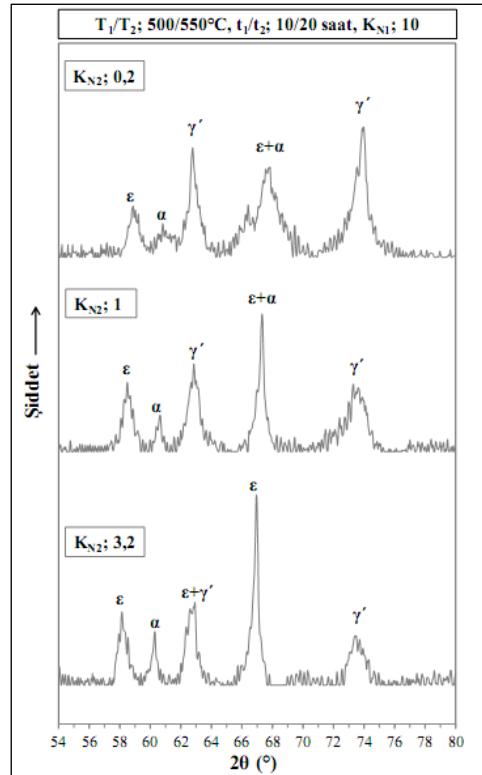
Lehrer diyagramına göre gama fazı bölgesinde bulunan ve sadece γ' nitrürün oluşumu ve büyümesi için yüzeyde yeterli azot konsantrasyonunu oluşturan K_N : 1 nitrürleme potansiyeli ile yapılan işlemde ise, beklendiği gibi yüzeyde ε nitrürü oluşumu gözlemlenmemiştir. Seçilen nitrürleme potansiyeli, γ' nitrürün yüzeyde çekirdeklenmesine ve büyüyerek tek fazlı bir beyaz tabaka oluşumunun gerçekleşmesine neden olmuştur. γ' nitrürün ve α fazının pik şiddetlerindeki artış da bu sonucu doğrulamaktadır. Belirtilen işlem şartlarında 34CrAlNi7 çeliğinde tek fazlı beyaz tabakanın oluştuğu tespit edilmiştir.

Nitrürleme potansiyelinin, Lehrer diyagramına göre sadece difüzyon bölgesi için gerekli olan azot konsantrasyonunu yüzeyde oluşturan ve bileşke tabakasız bir nitrürlenmiş tabaka oluşumunu sağlayan K_N : 0,2 seçilmesi ile yüzeyde beyaz tabaka oluşumunun gerçekleşmemesi gerekmektedir. X-ışınları difraksiyon analizi sonucunda ise, yüzeyde yüksek şiddetli pik veren α fazının ve düşük şiddetli pik veren γ' fazının mevcut olduğu gözlemlenmiştir. Optik mikroskopta yapılan incelemelerde ise, yüzeyde beyaz tabaka oluşumu gözlemlenmemiş fakat bölgesel olarak çok az miktarda γ' nitrürün yüzeyden içeriye doğru çekirdeklendiği tespit edilmiştir. (Bkz Şekil 5.40) Düşük şiddetli γ' piklerinin, belirtilen çekirdeklenme sonucunda elde edildiği muhtemeldir. Ayrıca beyaz tabaka haricinde difüzyon bölgesinde de çökelti halinde bulunabilen γ' nitrürü, düşük şiddetli piklerin elde edilmesinde muhtemel bir etken olabilir. XRD sonuçları ve optik mikroskop görüntüleri dikkate alındığında, belirtilen şartlarda 34CrAlNi7 çeliğinde beyaz tabakasız bir nitrürleme gerçekleştirilmiş olduğu sonucuna varılabilmektedir.



(a)

(b)



(c)

Şekil 5.35. İkinci aşama nitrürleme sıcaklığı (a) 530 °C, (b) 540 °C, (c) 550 °C için farklı nitrürleme potansiyelleri ile çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin x-ışınları difraksiyon paternleri

Şekil 5.35'e göre, çift aşamalı gaz nitrüleme yöntemi ile nitrülenmiş numuneler yüzeyinde yapılan x-ışınları difraksiyon analizinde, tüm numune yüzeylerinde ϵ , γ' ve α pikleri elde edilmiştir. İşlemler sonucunda yüzeyde oluşan beyaz tabakaların hepsinin ϵ/γ' çift fazlı bileşke tabaka şeklinde oluştuğu tespit edilmiştir. Analiz sonuçlarına göre fazların vermiş olduğu pik şiddetleri ile seçilen ikinci aşama nitrüleme potansiyeli değerleri arasında bir ilişki söz konusudur. 530 °C, 540 °C ve 550 °C ikinci nitrüleme aşama sıcaklıkları için, ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin 3,2'den 1'e ve 0,2'ye düşmesi ile birlikte, yüzeylerde elde edilen γ' piklerinin şiddetlerinde artış, ϵ piklerinin şiddetinde ise düşüş gözlemlenmektedir. Bu değişim, yüzeyde oluşan beyaz tabaka içeriğindeki γ'/ϵ faz oranının arttığını göstermektedir.

Tüm çift aşamalı nitrülemelerde, ilk aşamada 500 °C'de yüksek nitrüleme potansiyeli ile gerçekleştirilen 10 saatlik nitrüleme sonucu yüzeyde azot konsantrasyonu yüksek çift fazlı bir beyaz tabaka oluşmaktadır. İkinci aşama seçilen nitrüleme potansiyeli ise, yüzey-atmosfer arasındaki denge azot konsantrasyonunu yeniden belirlemektedir. Dolayısıyla ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin Lehrer diyagramına göre γ' ve α bölgesinde seçilmesi ile beyaz tabaka bünyesindeki yüksek konsantrasyondaki ϵ nitrürü kararsız hale gelip hem atmosfere doğru ayrışacak hem de γ' nitrüre dönüşecektir [57, 61]. Dolayısıyla seçilen ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin yüzeyde tespit edilen fazların pik şiddetlerindeki değişimine etkisi tutarlı bir sonuç olup, fazlar arası dönüşümün gerçekleştiğinin bir göstergesidir. Aynı zamanda ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin düşüşü ile artan kırılma tokluğu değerleri de XRD sonuçları ile tutarlılık göstermektedir. (Bkz. Şekil 5.72)

5.2.2. Beyaz tabaka incelemeleri

Tek aşamalı nitrüleme işlemlerine ait beyaz tabaka kalınlık ölçümleri Tablo 5.13'de, çift aşamalı nitrüleme çalışmalarına ait ölçümler Tablo 5.14'te gösterilmiştir.

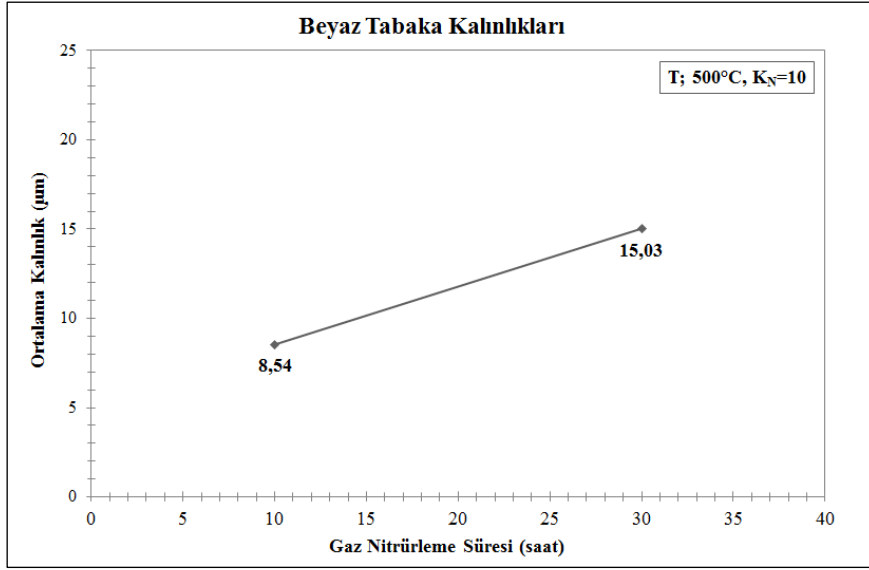
Tablo 5.13. İkinci bölüm deneysel çalışmalara ait tek aşamalı nitrürleme deneyleri sonucunda 34CrAlNi7 çeliğinde ölçülen ortalama beyaz tabaka kalınlıkları

İşlem Parametreleri			Ortalama Beyaz Tabaka Kalınlığı [μm]
T [°C]	K _N	t [saat]	
500	10	10	8,54
		30	15,03
530	3,2	30	19,50
	1		6,50
	0,2		0

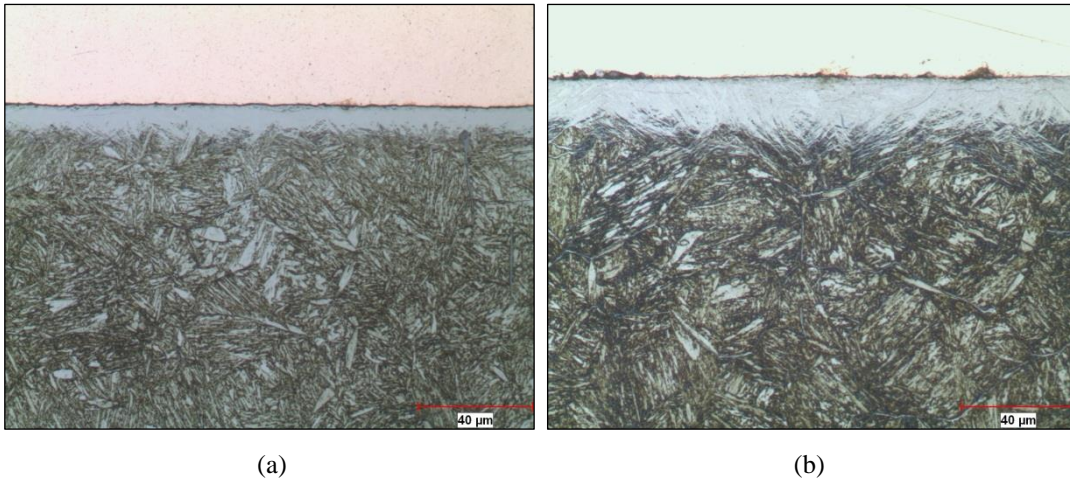
Tablo 5.14. İkinci bölüm deneysel çalışmalara ait çift aşamalı nitrürleme deneyleri sonucunda 34CrAlNi7 çeliğinde ölçülen ortalama beyaz tabaka kalınlıkları

İşlem Parametreleri			Ortalama Beyaz Tabaka Kalınlığı [μm]		
T ₁ : 500 °C K _{N1} : 10 t ₁ : 10 saat	t ₂ [saat]	T ₂ [°C]	K _{N2}		
			3,2	1	0,2
	20	530	17,90	9,26	6,85
		540	20,00	10,08	8,13
550		23,90	13,90	9,99	

Tablo 5.13 ve Tablo 5.14'te verilen sonuçlara göre, en yüksek beyaz tabaka kalınlığının, ikinci nitrürleme aşama sıcaklığı 550 °C olan çift aşamalı gaz nitrürleme işlemi sonucunda oluştuğu tespit edilmiştir. K_N: 10 nitrürleme potansiyelinde yapılan tek aşamalı gaz nitrürleme işlemi sonucunda ölçülen 8,54 μm beyaz tabaka kalınlığı, tüm çift aşamalı nitrürleme işlemlerinin aynı zamanda ikinci aşama öncesinde sahip olduğu beyaz tabaka kalınlığıdır. 530 °C'de, K_N: 0,2 nitrürleme potansiyelinde 30 saat süre ile yapılan gaz nitrürleme işleminde beyaz tabaka oluşmadığı gözlemlenmiştir. Fakat optik mikroskop yardımı ile alınan görüntülerde, yüzeyin bazı bölümlerinde γ'-F₄N nitrürünün difüzyon bölgesine doğru çekirdeklenmesi gözlemlenmiştir. Ölçüm sonuçlarına istinaden işlem parametrelerinin beyaz tabaka kalınlığına etkisi, grafikler ve mikroyapı görüntüleri yardımı ile aşağıda gösterilmiş ve sonuçlar yorumlanmıştır.

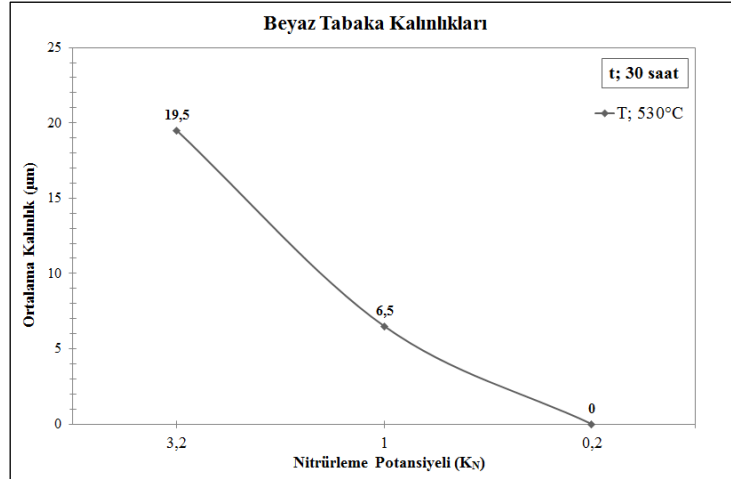


Şekil 5.36. 500 °C’de 10 ve 30 saat gaz nitritlenen 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitritleme süresine bağı beyaz tabaka kalınlığı deęiřimi

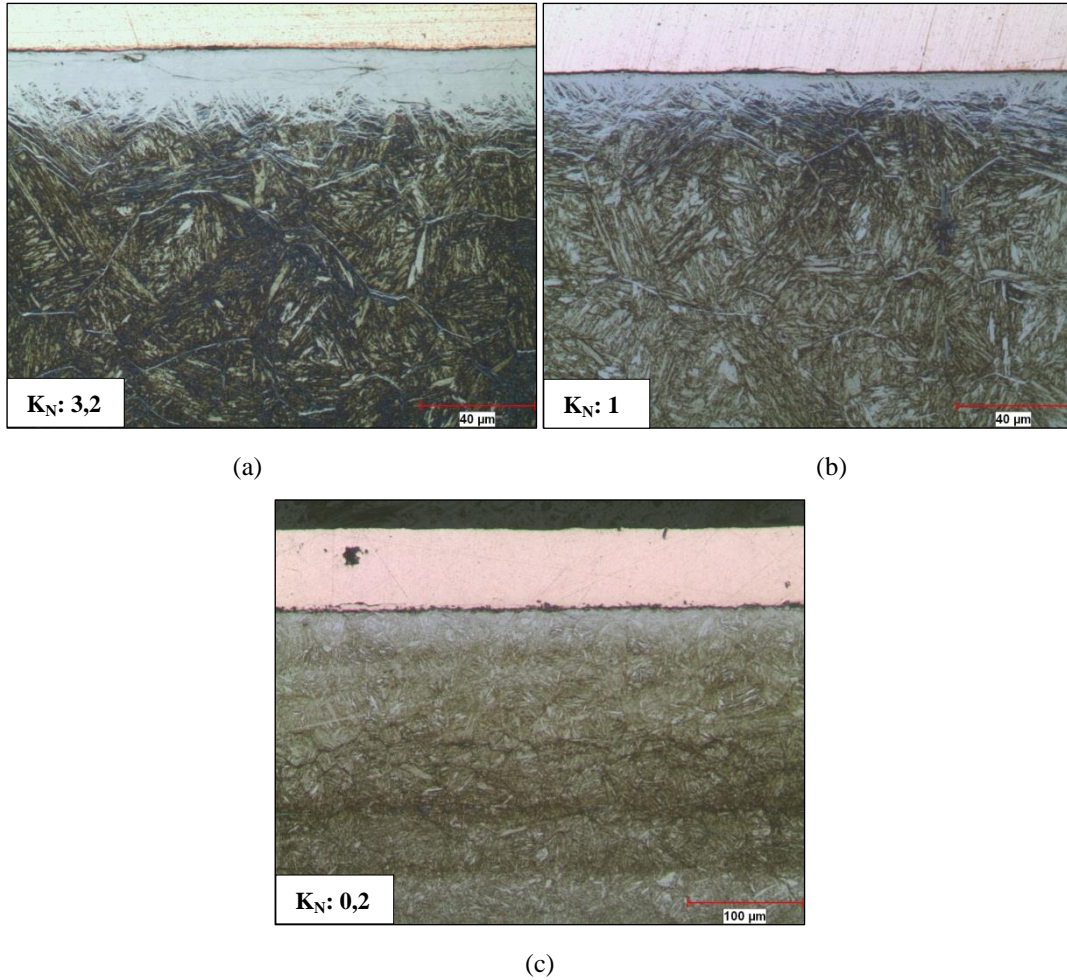


Şekil 5.37. 500 °C’de (a) 10 saat, (b) 30 saat gaz nitritlenen 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitritleme süresine bağı beyaz tabaka büyümesini gösteren mikroyapı görüntüleri (K_N : 10) (500x)

Şekil 5.36-37’de, artan nitritleme süresine bağı beyaz tabakadaki büyüme görülmektedir. 10 saat gaz nitritleme ile elde edilen beyaz tabaka kalınlığı ve mikroyapı görüntüsü, çift aşamalı nitritlemeler için ikinci nitritleme aşaması öncesindeki nitritlenmiş yüzeyin sahip olduđu karakteristik olarak kabul edilmektedir.

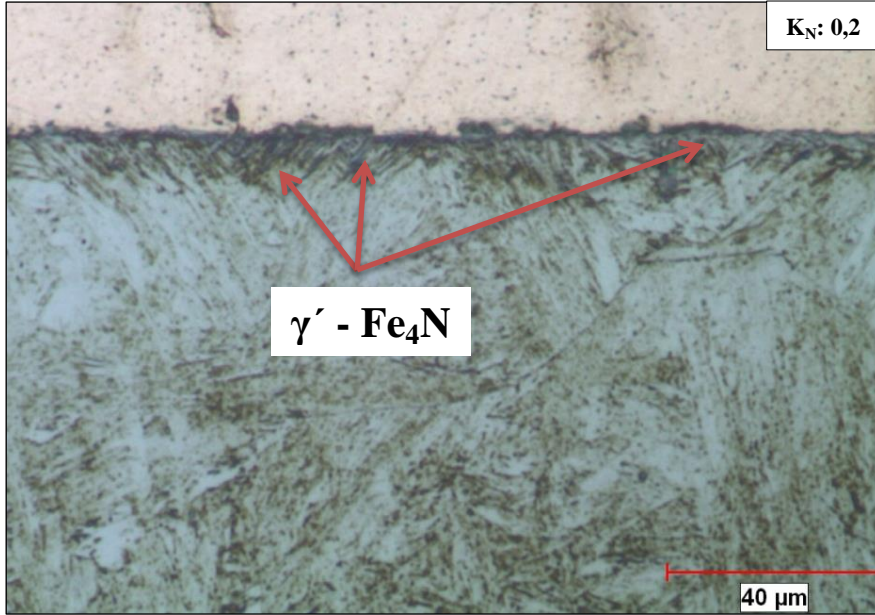


Şekil 5.38. 530 °C’de 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme potansiyeline bağlı beyaz tabaka kalınlığı değişimi



Şekil 5.39. 530 °C’de 30 saat gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde, farklı nitrüleme potansiyellerinin beyaz tabaka oluşumuna etkisini gösteren mikroyapı görüntüleri (a) ve (b) 500x büyütme, (c) 200x büyütme

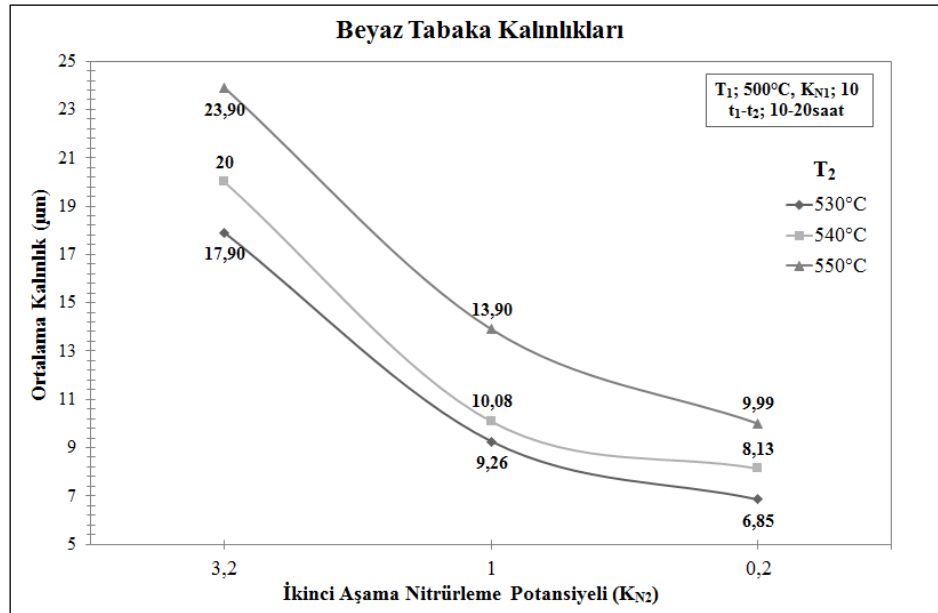
530 °C’de, K_N : 0,2 nitrüleme potansiyelinde 30 saat nitrürlenmiş numune üzerinde yapılan metalografik incelemelerde, yüzeyin bazı bölümlerinde γ' -Fe₄N nitrürün yüzeyden içeriye doğru çekirdeklendiği gözlemlenmiştir (Şekil 5.40).



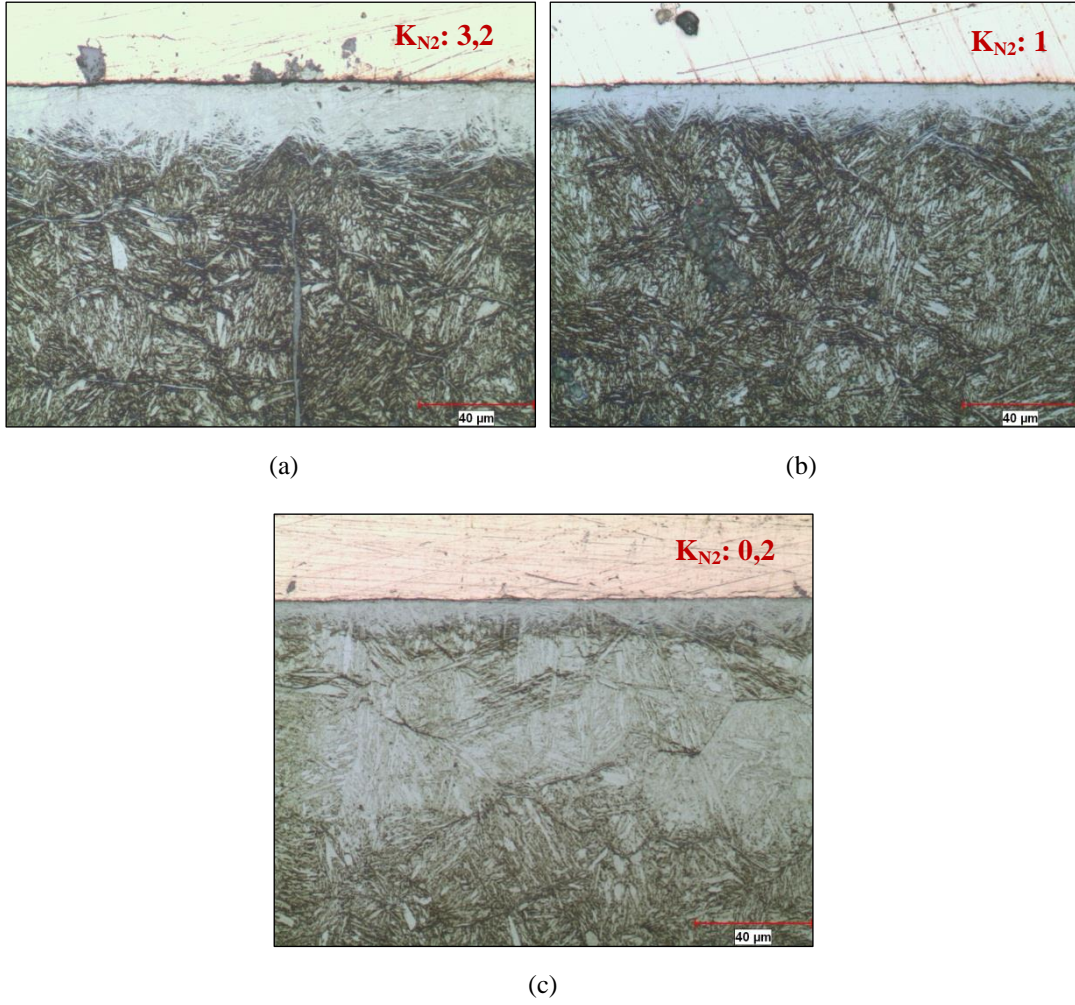
Şekil 5.40. 530 °C’de 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde yüzeyde çekirdeklenen γ' -Fe₄N nitrürün mikroyapı görüntüsü (1000x)

Şekil 5.38-40’ta gösterilen sonuçlara göre, nitrüleme potansiyelindeki değişimin beyaz tabaka oluşumuna ve büyümesine etkisi gözlemlenmiştir. Azalan nitrüleme potansiyeli, daha ince bir bileşke tabaka oluşumunu mümkün kılmıştır. Seçilen potansiyellerin oluşturduğu gaz atmosferi içeriğinde bulunan atomik azotun kimyasal potansiyeli Lehrer diyagramına göre her bölge için bölgede oluşan faz ya da fazların büyümesini ve difüzyonun devamı için gerekli atomik azotu sağlayacak değerdedir. Seçilen nitrüleme potansiyellerinin yüzeyde oluşturduğu faz tiplerinin Lehrer diyagramı ile tutarlılığı, XRD analiz sonuçlarından da görülmektedir. (Bkz. Şekil 3.34b) Beyaz tabaka yüzeyinde düşen konsantrasyon, tabaka büyüme kinetiğini etkilemekte ve oluşan tek fazlı ya da çift fazlı bileşke tabakanın daha ince oluşmasına sebebiyet vermektedir. Nitrüleme potansiyelinin 3,2’den 1’e ve 0,2’ye düşmesi sonucunda yüzey ile termodinamik denge oluşturan gaz atmosferindeki azot kimyasal potansiyeli ve yüzey azot konsantrasyonu düşmektedir. Azalan nitrüleme potansiyellerinde beyaz tabaka büyümesinin yavaşlaması bu şekilde açıklanmaktadır.

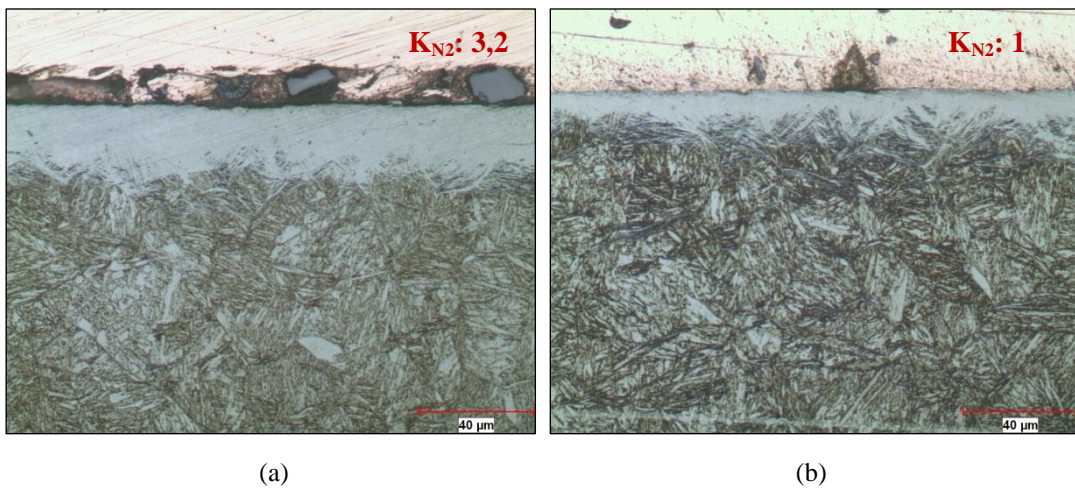
Şekil 5.40'ta gösterilen mikroyapı görüntüsünde, 530 °C'de 0,2 nitrürleme potansiyelinde 30 saat yapılan nitrürleme sonucunda, yüzeyde beyaz tabaka oluşumu gözlemlenmiş fakat yüzeyin bazı bölümlerinde içeri doğru iğnesel formda Fe₄N nitrürlerinin çekirdeklenmiş olduğu tespit edilmiştir. Lehrer diyagramına göre, α faz bölgesinde seçilen nitrürleme potansiyeli denge halinde yüzeyde bileşke tabaka oluşumu için gerekli atomik azot konsantrasyonunu oluşturacak değerde değildir. Dolayısıyla seçilen nitrürleme potansiyelinde beyaz tabaka oluşumunun gerçekleşmemiş olması beklenen bir durumdur. Yüzeyde meydana gelen çekirdeklenmeler ise, azotun yüzeyde absorpsiyonu ile kritik konsantrasyon değerinin geçilip çekirdeklenmenin başlamış olduğunu göstermektedir. (Bkz. Şekil 3.26) Çekirdeklenmenin başlaması için kritik konsantrasyon seçilen nitrürleme potansiyeli ile sağlanamayacağından dolayı, bu oluşumun numunelerin saf amonyak atmosferinde gaz nitrürleme sıcaklığına ısıtılması esnasında meydana gelen ayrışma neticesinde meydana geldiği muhtemeldir. K_N kontrolü ve ayrışmış amonyağı fırın atmosferine beslenmesi sadece nitrürleme aşamasında yapıldığı için, ısıtma esnasında oluşan yüksek nitrürleme potansiyelleri çekirdeklenmenin nedeni olarak yorumlanabilir.



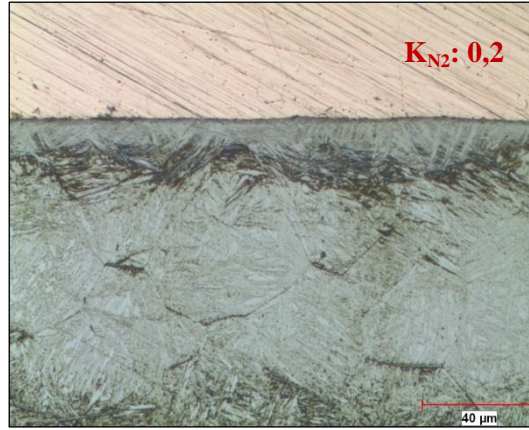
Şekil 5.41. Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrürleme potansiyelinin ve sıcaklığının beyaz tabaka büyümesine etkisi



Şekil 5.42. 500 °C'de 10 saat ve 530 °C'de 20 saat çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyellerinin beyaz tabaka büyümesine etkisini gösteren mikroyapı görüntüleri (500x)

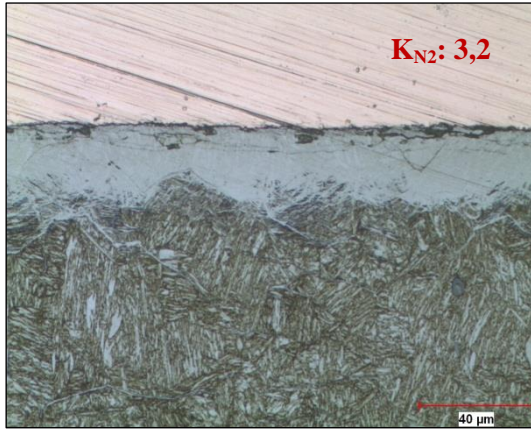


Şekil 5.43. 500 °C'de 10 saat ve 540 °C'de 20 saat çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyellerinin beyaz tabaka büyümesine etkisini gösteren mikroyapı görüntüleri (500x)



(c)

Şekil 5.43. 500 °C'de 10 saat ve 540 °C'de 20 saat çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyellerinin beyaz tabaka büyümesine etkisini gösteren mikroyapı görüntüleri (500x) (Devamı)



(a)



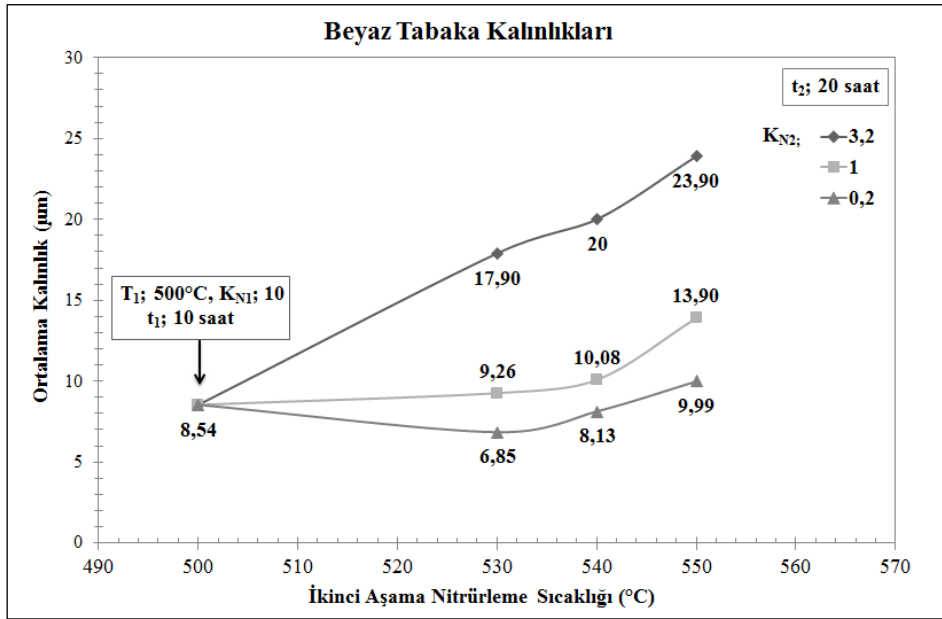
(b)



(c)

Şekil 5.44. 500 °C'de 10 saat ve 550 °C'de 20 saat çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyellerinin beyaz tabaka büyümesine etkisini gösteren mikroyapı görüntüleri (500x)

Şekil 5.41-44'te gösterildiği üzere, ikinci aşama nitürleme potansiyelinin beyaz tabaka büyümesine önemli ölçüde etkisi olduğu gözlemlenmiştir. Artan ikinci nitürleme aşama sıcaklığı, aynı ikinci aşama nitürleme potansiyelleri için beyaz tabakanın daha kalın oluşmasına neden olmuştur. Sabit ikinci nitürleme aşaması sıcaklığı için azalan nitürleme potansiyellerinin ise beyaz tabakanın daha ince oluşmasına neden olduğu görülmektedir.



Şekil 5.45. Çift aşamalı gaz nitürlenen 34CrAlNi7 çeliğinde ilk aşamada oluşturulan beyaz tabaka kalınlığının ikinci aşama nitürleme potansiyeline ve sıcaklığına göre değişimi

Şekil 5.45'te gösterildiği üzere, Lehrer diyagramında epsilon faz bölgesinde bulunan nitürleme potansiyeli K_{N_2} : 3,2, ilk aşamada oluşturulan 8,54 µm kalınlığındaki beyaz tabakanın artan sıcaklığa ve süreye bağlı olarak yaklaşık üç katına kadar büyümesine neden olmuştur. Seçilen nitürleme potansiyeli, ϵ ve γ' nitürlerinin oluşturduğu çift fazlı tabakanın iki fazlı olarak büyümesine devam etmesi için gereken kimyasal potansiyeli yüzeyde oluşturmaktadır. Artan işlem sıcaklığı ise beyaz tabaka büyüme hızını arttırmıştır.

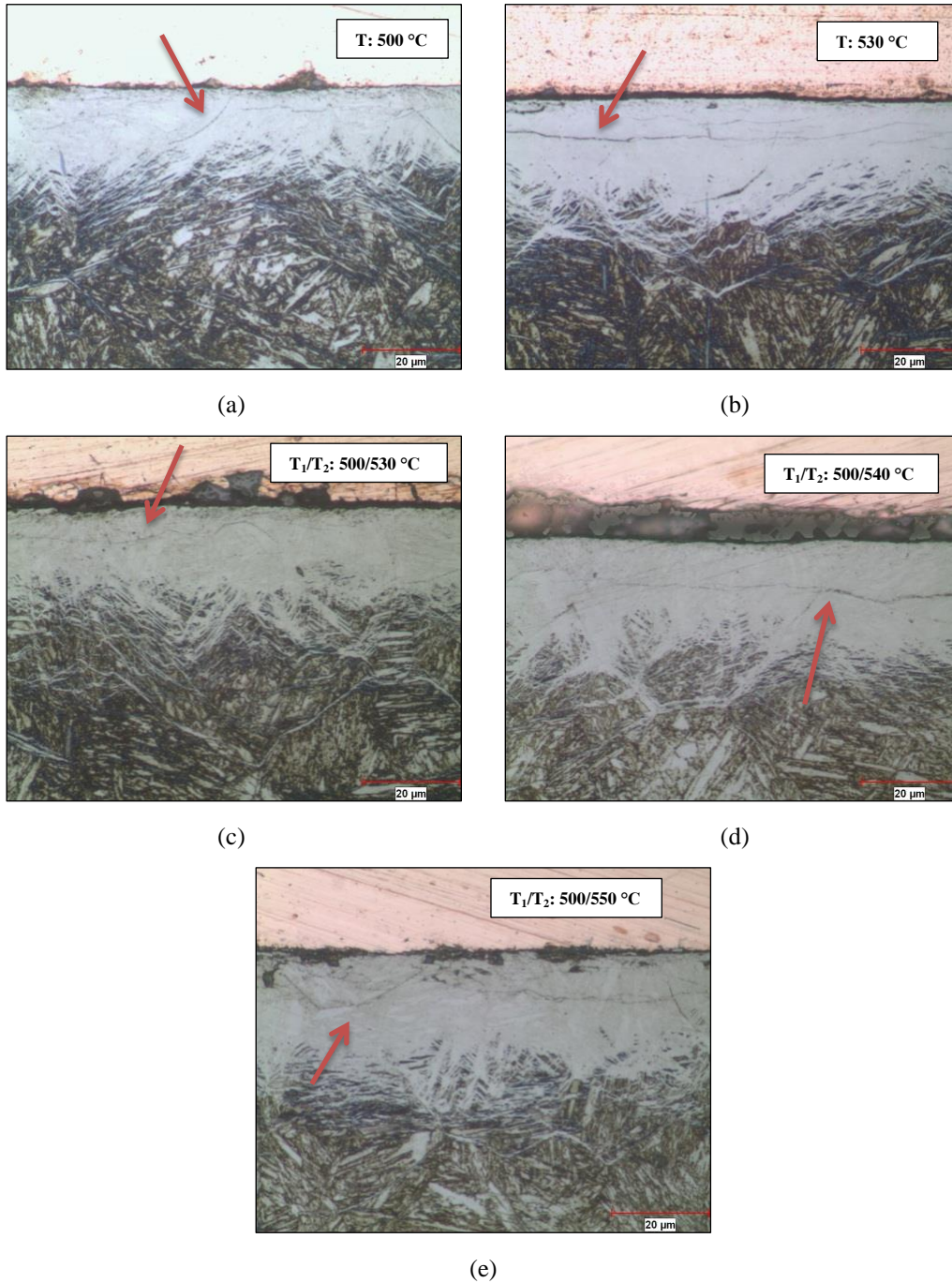
İkinci aşama nitürleme potansiyelinin 1'e düşürülmesi ile ilk aşamada oluşturulan tabaka kalınlığı artmış fakat artan sıcaklıkla birlikte az oranda bir büyüme sergilemiştir. Seçilen nitürleme potansiyelinin Lehrer diyagramına göre gama faz bölgesinde olması ve tek fazlı γ' -Fe₄N nitür oluşumunu ve büyümesini sağlayacak

azot kimyasal potansiyeline sahip olması, ilk aşamada oluşan ϵ nitrürün γ' nitrüre dönüşümünü ve aynı zamanda da atmosfere doğru ayrışmasını sağlamaktadır [57]. Beyaz tabakadaki bu dönüşüm ve γ' fazı oranındaki artış, XRD sonuçları ile de tutarlılık göstermektedir. (Bkz. Şekil 5.35) Diğer bir ifade ile gaz atmosferi içerisindeki atomik azotun kimyasal potansiyeli, ilk nitrürleme aşamasında oluşan beyaz tabakadaki ϵ nitrürlerin içerdiği azotun kimyasal potansiyelinden düşüktür. Beyaz tabaka ile nitrürleyici atmosfer arasındaki termodinamik dengenin oluşması için, gaz ve katı fazda olan azotun kimyasal potansiyellerinin eşit olması gereklidir. Bu dengenin oluşması için, atmosfer ile temasta olan yarı kararlı ϵ -nitrürler ayrışma eğilimi göstererek bünyesindeki azotu moleküler formda atmosfere vermektedir. Böylelikle beyaz tabaka bünyesindeki ϵ/γ' oranında XRD sonuçlarından da görüldüğü üzere azalma meydana gelmiştir. Seçilen nitrürleme potansiyeli, gama nitrürün büyümesi için yeterli azot aktifliğine sahip olduğundan dolayı yüzeyde devam eden ayrışma ve aynı zamanda ϵ/γ' ara yüzeyinde ϵ -nitrürün γ' -nitrüre dönüşümü ile beyaz tabaka büyümesi meydana gelecektir. Fakat büyüme, düşen yüzey konsantrasyonuna bağlı olarak düşük hızda gerçekleşecektir.

İkinci aşama nitrürleme potansiyelinin 0,2'ye düşürülmesi ile ilk aşamada oluşan beyaz tabaka kalınlığının, 530 °C ve 540 °C ikinci aşama sıcaklıklarında azaldığı, 550 °C'de ise az miktarda arttığı tespit edilmiştir. İlk aşamada oluşan beyaz tabaka kalınlığındaki azalma, seçilen nitrürleme potansiyelinin Lehrer diyagramına göre α faz bölgesinde yer alması, nitrür oluşumu ve büyümesi için gerekli olan kimyasal potansiyeli oluşturmaması ile ilgilidir. Artan nitrürleme süresi ile beyaz tabaka bünyesindeki azot konsantrasyonu, nitrürlerin ayrışmaya başlaması ve $\epsilon \rightarrow \gamma' \rightarrow \alpha$ dönüşümünün etkisi ile azalmaktadır [57]. XRD sonuçlarında 0,2 değerindeki ikinci aşama nitrürleme potansiyeli için artan α pik şiddeti de bu dönüşümü doğrulamaktadır. (Bkz. Şekil 5.35) 550 °C'de gözlemlenen az orandaki büyüme, artan sıcaklığa bağlı olarak tabakada artan difüzyon katsayısına, beyaz tabakadaki yüksek olan başlangıç azot konsantrasyonuna, faz dönüşümüne bağlı yeni γ' nitrür oluşumunun ve γ' fazı oluşum hızının ϵ fazı dönüşüm ve ayrışma hızından daha yüksek olmasına bağlı olduğu muhtemeldir.

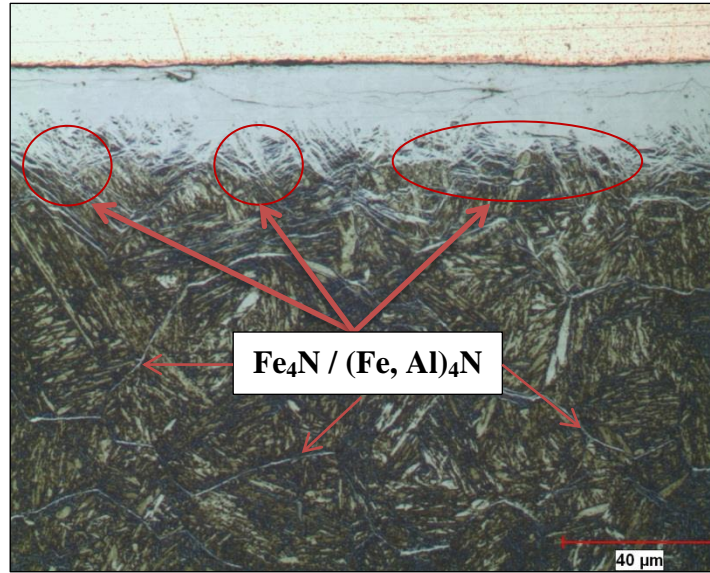
5.2.3. Metalografik incelemeler

30 saat süre ile uygulanan tek ve çift aşamalı gaz nitürleme işlemlerinde, Lehrer diyagramına göre epsilon bölgesinde seçilen nitürleme potansiyelleri ile nitürlenmiş ve kalın beyaz tabaka oluşumu gösteren numunelerin bileşke tabakalarında çatlak oluşumu ve bölgesel deformasyon gözlemlenmiştir (Şekil 5.46).



Şekil 5.46. Tek ve çift aşamalı gaz nitürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde beyaz tabakada oluşan çatlakları gösteren mikroyapı görüntüleri (1000x)

Şekil 5.46’da gösterildiği üzere, tek aşamalı ve çift aşamalı nitrürleme yöntemleri sonucu özellikle 15 µm kalınlığın üzerinde elde edilen beyaz tabakalarda, yüzeye paralel ve tane sınırları doğrultusunda çatlaklar oluştuğu gözlemlenmiştir. Seçilen nitrürleme potansiyelleri, bileşke tabakada tokluğu düşük ve gevrek yapıda olan epsilon fazının ağırlıklı oluşumunu ve büyümesini sağladığı için, azot içeriği yüksek bir bileşke tabakada çatlak oluşumunun gözlemlenmesi beklenen bir durumdur. Tane sınırı boyunca görülen çatlakların, artan beyaz tabaka azot oranına ve nitrürleme potansiyeli düşüşüne bağlı yarı kararlı ϵ -nitrürlerin bünyesindeki azotu moleküler formda atmosfere vermesi sonucunda gerçekleşmiş olduğu muhtemeldir.

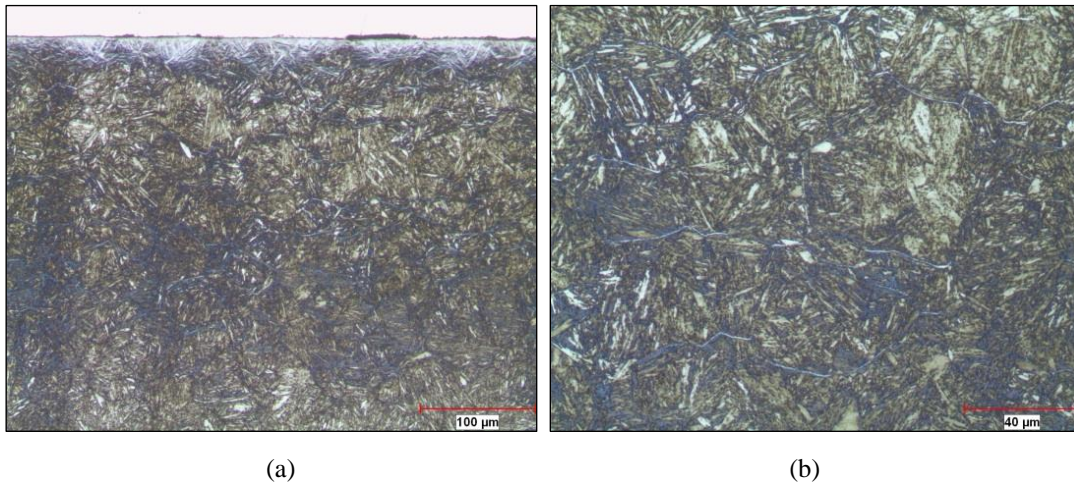


Şekil 5.47. Gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin beyaz tabaka karakteristiğini ve Al içerikli oluşan nitrürleri gösteren mikroyapı görüntüsü (500x)

Şekil 5.47’de 34CrAlNi7 çeliğinde beyaz tabaka oluşumunu gösteren tüm gaz nitrürleme deneylerinde elde edilen karakteristik bileşke tabakanın optik mikroskop görüntüsü verilmiştir. Yu. M. Lakhtin’in Al içerikli alaşımlar ve ticari çelikler üzerine yapmış olduğu çalışmalarda, beyaz tabaka ile difüzyon bölgesi arasındaki geçiş bölgesinde oluşan ve difüzyon bölgesine doğru dallanmış şekilde büyüme gösteren bileşiğin, γ' -Fe₄N ve aynı zamanda Al içerikli γ' -(Fe, Al)₄N fazları olduğu tespit edilmiştir. Nitrürleme esnasında oluşan bu fazlar, tane sınırları ve kayma düzlemleri doğrultusunda yönelme ve büyüme eğilimindedir ve fazların sertliği 1200-1300 HV arasında değişebilmektedir [35, 43]. Ayrıca Lakhtin, Şekil 5.47’de gösterilen tane sınırlarında oluşumu tespit edilmiş nitrür ağları üzerinde de

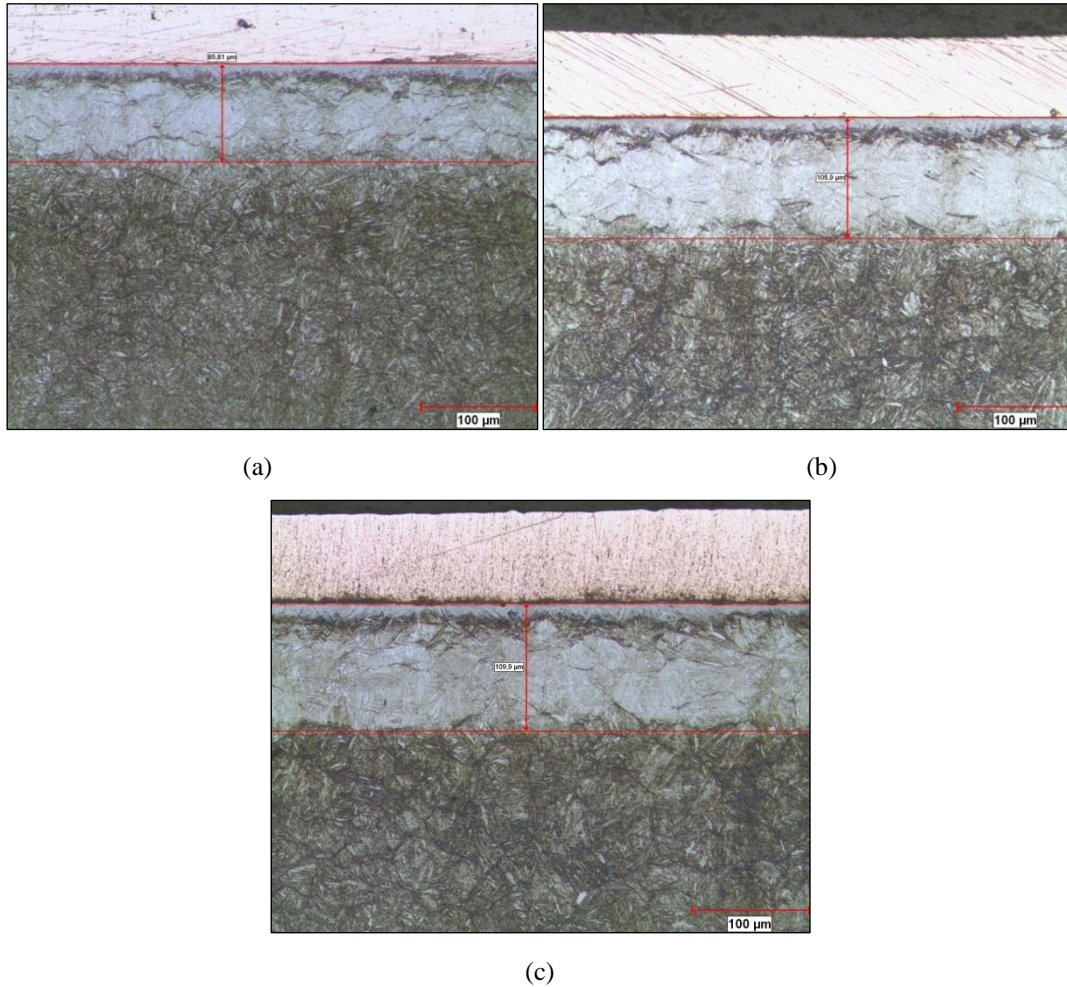
yorumlamalar yapmıştır. Al alaşımlı çeliklerde, ön sertleştirme sırasında Al atomlarının enerji seviyesi yüksek olan ostenit tane sınırlarına difüzyon olduğu tespit edilmiştir. Hızlı soğutma ile tane sınırlarında kalan Al atomları, gaz nitrürleme esnasında azot atomunun taneler arası difüzyonunu hızlandırmaktadır. Azot atomu, gaz nitrürleme işlemi esnasında alüminyumca zengin tane sınırları boyunca difüzyon eğiliminde olup, taneler arası alaşımlı ve saf γ' nitrürlerin çökmesine neden olmaktadır. Yüzeyle oluşan yüksek sertlikteki Al alaşımlı F_4N nitrürleri ve tane sınırı nitrür ağları, 34CrAlNi7 vb. alüminyum alaşımlı çeliklerde gaz nitrürleme sonrasında düşük darbe direncine ve tokluğa sahip beyaz tabaka oluşumunun gerçekleşmesine ve difüzyon bölgesinde malzeme mukavemetini düşüren taneler arası gevrekliğin oluşumuna neden olmaktadır [35, 43]. Bazı çalışmalarda alüminyum alaşımlı ticari çeliklerde oluşan beyaz tabakanın malzemenin aşınma direncini de düşürdüğü ile ilgili tespitler yapılmıştır [61].

Tek ve çift aşamalı gaz nitrürleme sonucunda difüzyon bölgesinde yapılan incelemelerde 530 °C'de K_N : 0,2 nitrürleme potansiyelinde 30 saat süre ile yapılan işlem dışında diğer tüm deneyler için tane sınırı nitrür ağlarının oluşumu gözlemlenmiştir. Şekil 5.48'de düşük nitrürleme potansiyelinde gerçekleştirilen gaz nitrürleme işleminde dahi tane sınır nitrürlerinin oluşumu tespit edilmiştir.



Şekil 5.48. 530 °C'de K_N : 1 nitrürleme potansiyelinde 30 saat gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde tane sınırlarında oluşan nitrür ağlarını gösteren mikroyapı görüntüsü (a) 200x (b) 500x

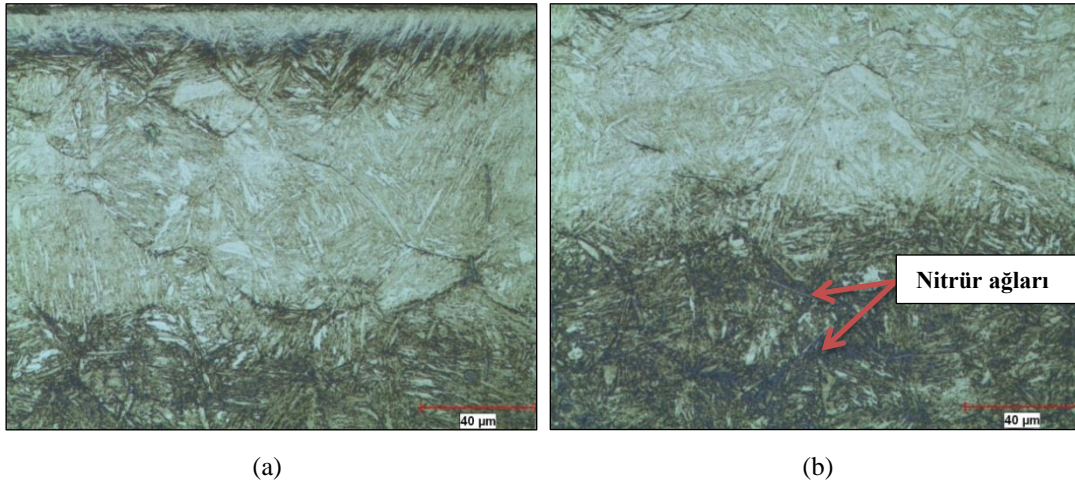
Şekil 5.48’de görüldüğü üzere, Lehrer diyagramına göre gama faz bölgesinde bulunan ve düşük nitrürleme potansiyeli olarak kabul edilebilir şartlarda dahi tane sınırı nitrür çökeltileri oluşmaktadır. Nitrür ağlarının oluşumu Lakthin’in Al alaşımının tane sınırı nitrür oluşumuna etkisine bağlı olarak yapmış olduğu çalışmalarla tutarlılık göstermektedir. Ginter ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmalara göre, Al alaşımlı çeliklerin difüzyon bölgesinde tespit edilen aşırı azot alımı da dikkate alındığında, gaz nitrürleme sıcaklığının, tane sınırı difüzyon eğiliminin ve difüzyon bölgesinin ağırlıkça % 2,6’ya kadar çıkabilen azot konsantrasyonunun etkisi ile 34CrAlNi7 çeliğinde gama fazı bölgesinde seçilen nitrürleme potansiyellerinde dahi tane sınırı nitrür oluşumunun gerçekleştiği görülmektedir [35, 41, 43].



Şekil 5.49. İkinci aşama gaz nitrürleme sıcaklığı (a) 530 °C, (b) 540 °C, (c) 550 °C, ikinci aşama nitrürleme potansiyeli K_N : 0,2 işlem parametreleri ile gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde beyaz tabaka ile difüzyon bölgesi arasında gözlemlenen geçiş bölgesinin mikroyapı görüntüleri (200x)

Çift aşamalı gaz nitrüleme deneyleri kapsamında ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin 0,2 olarak seçildiği işlemlerde, difüzyon bölgesinde yapılan dağlama işlemi sonucunda difüzyon bölgesinin beyaz tabakaya yakın bölgesinin kimyasal ayraca farklı tepki verdiği gözlemlenmiştir (Şekil 5.49).

Şekil 5.49’da gösterildiği üzere, Lehrer diyagramına göre α faz bölgesinde seçilen ikinci nitrüleme potansiyeli ile 20 saat yapılan ikinci gaz nitrüleme aşaması sonucunda, artan ikinci nitrüleme sıcaklığına bağlı derinleşen ve % 3’lük nital çözeltisi ile yapılan dağlama işlemine difüzyon bölgesine göre daha farklı tepki gösteren bir mikroyapı karakteristiği gözlemlenmiştir. Geçiş bölgesinin daha yüksek büyültmedeki görüntüleri Şekil 5.50’de gösterilmiştir.



Şekil 5.50. İki aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyeli K_N : 0,2’ nin difüzyon bölgesinde oluşturduğu geçiş bölgesi (500x)

Şekil 5.49-50’de görüldüğü üzere, beyaz tabaka ile difüzyon bölgesi arasında oluşan geçiş bölgesinde tane sınırları belirgin olarak gözükmemektedir. Geçiş bölgesi ile difüzyon bölgesi sınırından çekirdeğe doğru mevcut olan tane sınırlarında ise nitrür ağlarının varlığı dikkati çekmektedir. Geçiş bölgesinde nitrür ağlarının olmaması, tane sınırlarının belirgin olarak görülmesi ve dağlama sonunda farklı bir karakteristik gözlemlenmesi, bölgeler arasında azot konsantrasyon farkının olduğunu göstermektedir. Gaz nitrüleme şartları dikkate alındığında, yaklaşık % 89 amonyak ayrışması neticesinde nitrürleyici atmosferi tanımlayan % 11’lik ayrışmamış amonyakın oluşturduğu 0,2 nitrüleme potansiyelinin işlem sonrasında difüzyon bölgesinde bir geçiş bölgesinin oluşumuna neden olduğu muhtemel gözükmemektedir.

İlk nitrürleme aşaması yaklaşık % 24 ayrışma sonucunda 10 saat süre ile gerçekleştirilen işlemde, ikinci aşama öncesi yüksek azot konsantrasyonuna sahip beyaz tabaka ve hemen altında azotça aşırı doymuş difüzyon bölgesi oluşmaktadır. Nitrürleme potansiyelinin 0,2'ye düşmesi ile beyaz tabaka ve difüzyon bölgesindeki azot aktifliği, gaz atmosferi içerisindeki azotun aktifliğinden-kimyasal potansiyelinden daha fazla olmaktadır. Seçilen nitrürleme potansiyeli Lehrer diyagramına göre α bölgesinde olduğundan dolayı, yüzeyde oluşan ϵ - γ' nitrürlerin aynı zamanda kararsız hale gelmesini ve ayrışma eğilimi göstermesine neden olmaktadır. Yüzey ile atmosfer arasında oluşacak yeni termodinamik denge bileşke tabakanın atmosfere doğru ayrışmasına ve aynı zamanda tabakada $\epsilon \rightarrow \gamma' \rightarrow \alpha$ dönüşümünün gerçekleşmesine neden olmaktadır. Aynı zamanda difüzyon bölgesine azot alımının ve difüzyonunun devam etmesi, bu termodinamik dengenin oluşumundan sonra gerçekleşmektedir [57]. Shaskov'un yapmış olduğu çalışmalarda, ikinci aşamada seçilen yüksek ayrışma oranlarındaki beyaz tabakada gerçekleşen dönüşümlerin ve tabaka kalınlığının azaltılmasının aynı zamanda yüzeyden içeriye doğru gerçekleşecek azot difüzyonunu engellediği belirtilmiştir [61]. Sistemin dengeye gelmesi esnasında, ilk aşamada azotça aşırı doymuş olan yüzeye yakın difüzyon bölgesinden, yüzeye ve çekirdeğe doğru çift taraflı difüzyonun gerçekleşmiş olması muhtemeldir. Difüzyon bölgesinde katı çözelti halinde bulunan azotun kimyasal potansiyeli, aynı zamanda atmosferde gaz içerisindeki azot kimyasal potansiyelinden yüksektir. 20 saat süre ile 0,2 nitrürleme potansiyelinde gerçekleştirilen ikinci aşamalarda, nitrürleme derinliğinin artmış olması da difüzyonun yüzeyden çekirdeğe doğru devam ettiğini doğrulamaktadır. Difüzyon bölgesindeki mikrosertliklerdeki düşüş de aynı zamanda difüzyon bölgesine alımı yapılan toplam azot miktarında bir düşüş olduğunu göstermektedir. Birinci nitrürleme aşaması sonucunda difüzyon bölgesinde oluşan tane sınırı nitrürlerinin de aynı zamanda ayrışmış olduğu ve tane sınırlarının belirginleştiği de gözlemlenmektedir. Tüm bu oluşumlar dikkate alındığında, yüzeye yakın bölgede azot konsantrasyonunda düşüşün gerçekleştiği görülmektedir. K_{N_2} : 0,2 değeri için artan ikinci aşama nitrürleme sıcaklığı, geçiş bölgesinin kalınlığının artmasına sebebiyet vermiştir. Bu oluşum, sıcaklık artışı ile gerçekleşen difüzyon hızı artışı nedeni ile beklenen bir durumdur.

5.2.4. Mikrosertlik ölçümleri ve eğrileri

Tek aşamalı gaz nitrüleme deneyleri için difüzyon bölgesinde ölçülen mikrosertlikler Tablo 5.15'te gösterilmiştir.

Tablo 5.15. İkinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamında yapılan tek aşamalı nitrüleme deneylerine ait mikrosertlik ölçümleri

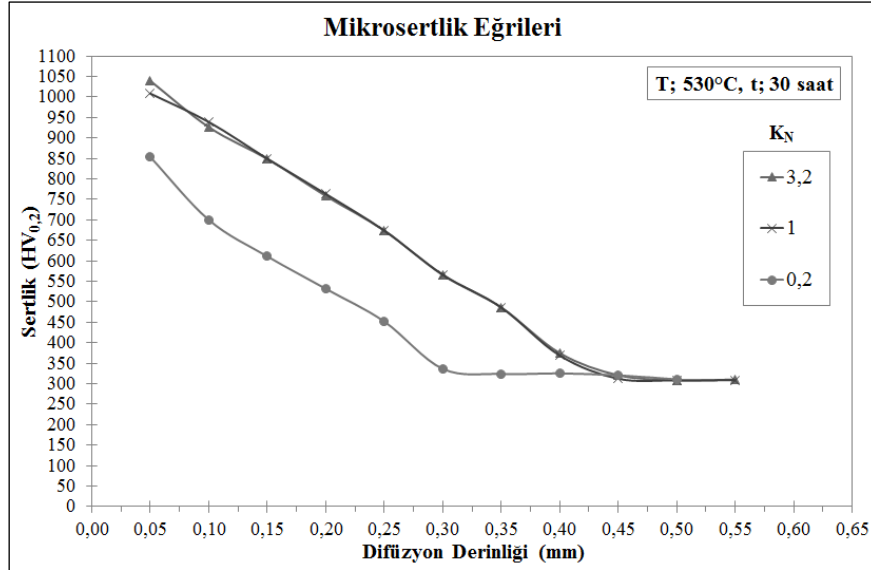
Difüzyon Derinliği [mm]	T: 500 °C, K _N : 10		T: 530 °C, t: 30 saat		
	t [saat]		K _N		
	10	30	3,2	1	0,2
0,05	1079	1089	1039	1008	853
0,10	880	1005	926	939	700
0,15	464	923	849	849	611
0,20	411	743	758	763	532
0,25	342	481	674	674	452
0,30	328	412	565	566	336
0,35	316	377	486	486	324
0,40	318	321	375	369	325
0,45		319	321	312	320
0,50		315	309	308	311
0,55			310	309	
0,60					
0,80 (ÇS)	315	309	314	312	312

Çift aşamalı gaz nitrüleme deneyleri için difüzyon bölgesinde ölçülen mikrosertlikler Tablo 5.16'da gösterilmiştir.

Tablo 5.16. İkinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamında çift aşamalı nitrüleme deneyleri mikrosertlik ölçümleri

Difüzyon Derinliği [mm]	T ₁ : 500 °C, t ₁ : 10 saat, K _{N1} : 10								
	T ₂ [°C]								
	530			540			550		
	K _{N2}								
	3,2	1	0,2	3,2	1	0,2	3,2	1	0,2
0,05	1084	1094	1025	1068	1104	1052	1080	1037,5	1030
0,10	993	1017	960	982	1001	943	1002	1012	971
0,15	852	848	758	838	814	743	805	808	730
0,20	782	760	603	765	754	627	732	702	609
0,25	656	619	491	658	663	521	639	647	582
0,30	552	495	393	591	583	415	613	611	517
0,35	452	426	313	524	484	330	549	551	366
0,40	353	329	330	377	346	316	436	450	350
0,45	315	330	307	337	323	305	334	321	344
0,50	318	305	310	321	309	316	319	314	322
0,55	313	325		317	309		311	317	330
0,60				321			311	299	309
0,80 (ÇS)	314	316	315	314	306	313	314	307	312

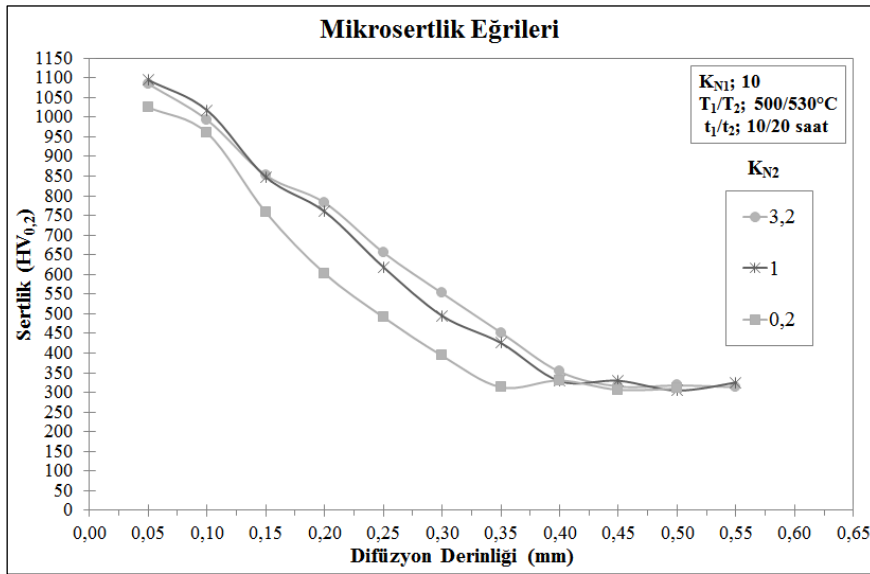
Tablo 5.15-16'da verilen ölçüm sonuçlarına istinaden oluşturulan mikrosertlik eğrileri ve parametrelerin değişimine göre karşılaştırmalar aşağıdaki şekillerde göstermiştir.



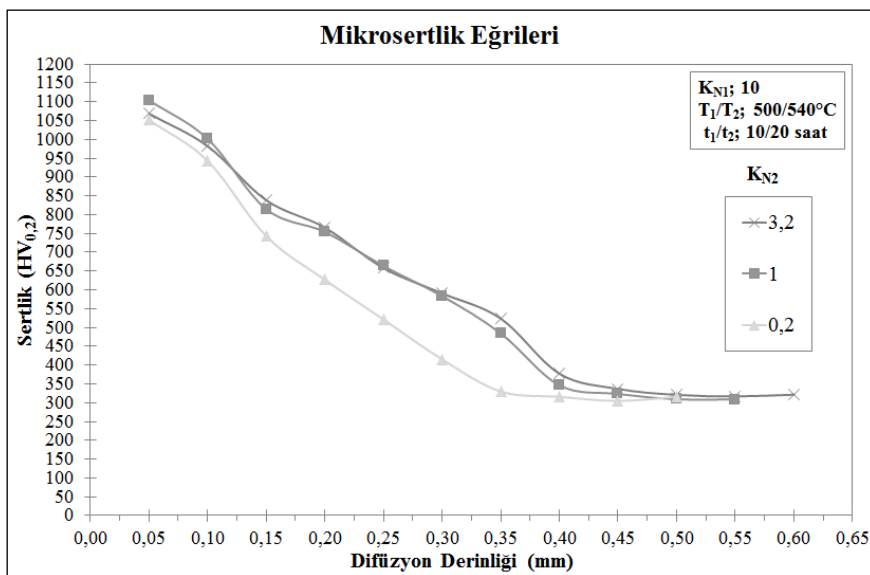
Şekil 5.51. 530 °C'de 30 saat tek aşama gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyelinin mikrosertlik eğrisine etkisi

Şekil 5.51'de görüldüğü üzere, 530 °C sıcaklık için Lehrer diyagramına göre epsilon faz bölgesinde yer alan K_N : 3,2 nitrüleme potansiyeli ile gama faz bölgesinde yer alan K_N : 1 nitrüleme potansiyelinin, difüzyon bölgesindeki sertleşebilirliğe aynı oranda etki ettiği gözlemlenmiştir. Nitrüleme potansiyelinin α faz bölgesinde bulunan K_N : 0,2 olarak seçildiği işlemde, difüzyon bölgesindeki sertliklerin fark edilebilir oranda azaldığı sertlik sonuçlarından ve mikrosertlik eğrilerinden görülmektedir. Seçilen düşük nitrüleme potansiyeli, çelik için sadece α fazının bünyesinde çözümlenebileceği azot miktarını sağlamakta ve aynı zamanda yüzeyde bileşke tabakanın oluşmamasına neden olmaktadır. Alüminyum alaşımlı ticari çeliklerde difüzyon bölgesindeki sertleşme için gerekli toplam azot miktarı, matris içerisinde çözünen azot dışında alaşım elementlerinin nitrür oluşumu için ihtiyaç duyduğu azot miktarını da içermektedir. Bölgedeki azot konsantrasyonunun ağırlıkça % 2,6 değerine kadar yükseldiği yapılan çalışmalar ile belirtilmiştir [41]. Yüzeyde oluşacak bir beyaz tabaka, aynı zamanda yüzeyde azot rezervi görevi görmekte ve yüzeye absorbe olan atomik azotun tekrar birleşerek moleküler olarak atmosfere transfer olmasını engellemektedir. Dolayısıyla nitrürleyici atmosferin potansiyeli,

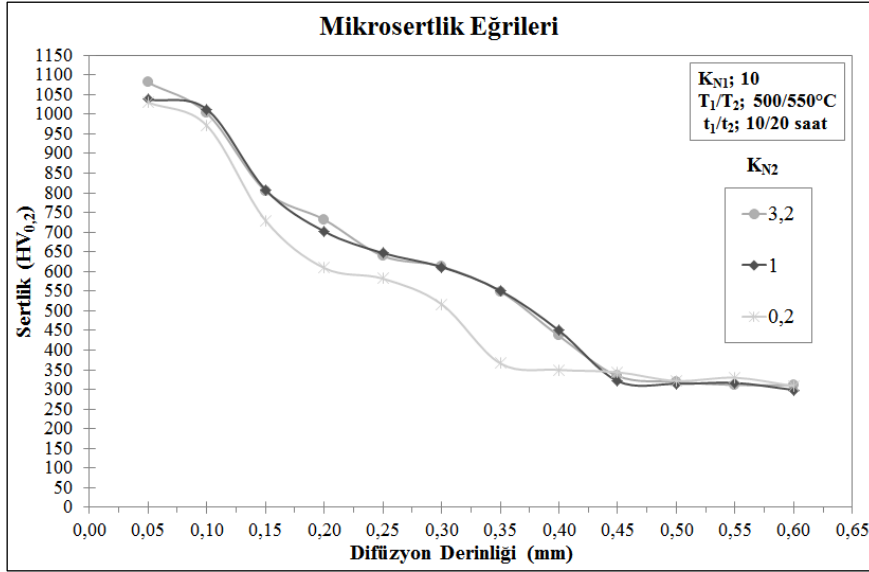
çeliğin ihtiyacı olan azot miktarından daha az azotun çelik yüzeyinden difüzyonunu sağlayabilecek değerdedir. Difüzyon bölgesindeki sertliklerin düşük elde edilmesinin nedeni, nitrürleme potansiyeline bağlı difüzyon bölgesinin ihtiyacı olan azot miktarının altında azot alımı ve difüzyon bölgesindeki konsantrasyonun düşüşünün nitrür oluşumuna etkisidir. Epsilon ve gama bölgesinde seçilen nitrürleme potansiyelleri, γ'/α arayüzeyinde aynı azot konsantrasyonunu oluşturduğundan dolayı, difüzyon bölgesinde aynı sertleşebilirlik karakteristiği gözlemlenmiştir.



Şekil 5.52. Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrürleme potansiyelinin mikrosertlik eğrisine etkisi (T_1/T_2 : 500/530 °C)

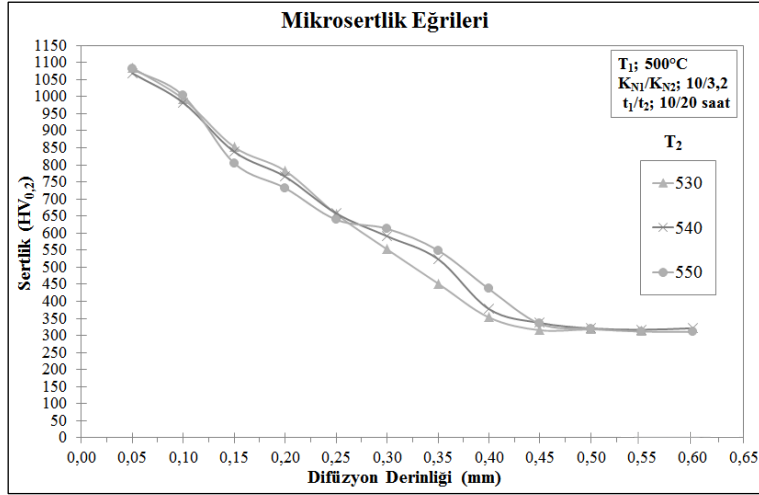


Şekil 5.53. Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrürleme potansiyelinin mikrosertlik eğrisine etkisi (T_1/T_2 : 500/540 °C)

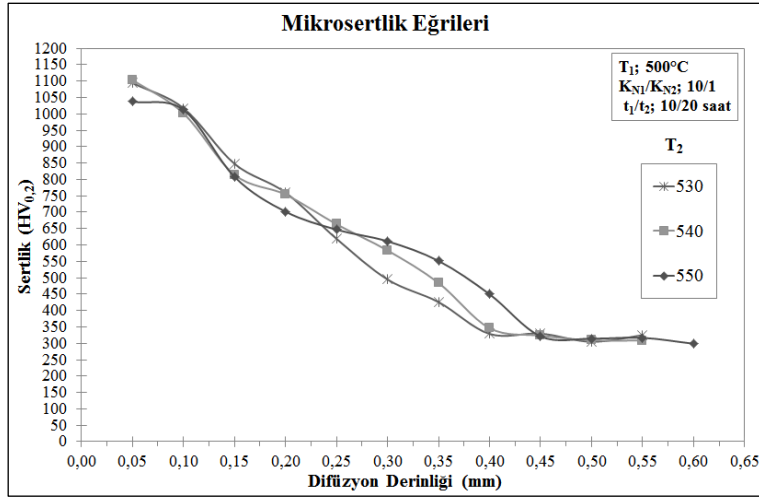


Şekil 5.54. Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin mikrosertlik eğrisine etkisi (T_1/T_2 : 500/550 °C)

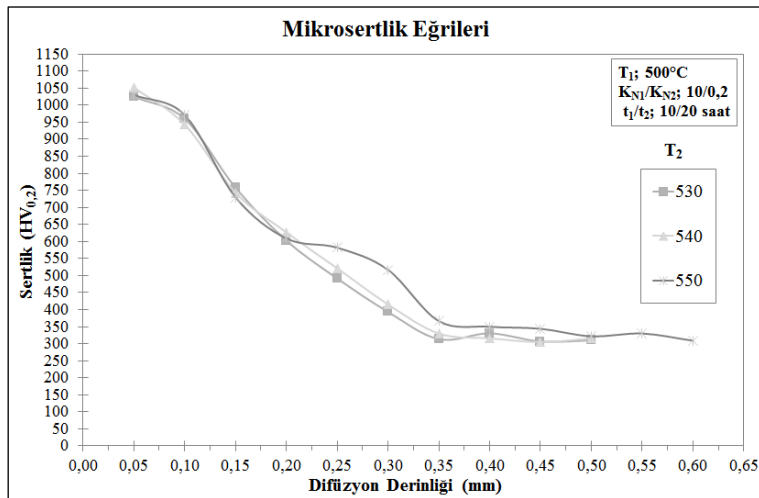
Şekil 5.52-54'te görüldüğü üzere, ikinci aşama nitrüleme potansiyelleri 3,2 ve 1 seçilen iki aşamalı nitrülemelerde, aynı ikinci aşama nitrüleme sıcaklığı için benzer mikrosertlik eğrileri elde edilmiştir. İkinci nitrüleme nitrüleme potansiyelinin 1'den 3,2'ye artması ile elde edilen tabakaların difüzyon derinliğinde az oranda bir artış gözlemlenmiştir. İkinci aşama için seçilen daha düşük nitrüleme potansiyeli, beyaz tabakadaki $\epsilon \rightarrow \gamma'$ dönüşümünü ve γ'/ϵ oranını arttırmakta, aynı zamanda da atmosfere ayrılan ϵ nitrür miktarını arttırmaktadır. İkinci aşama esnasında yüzeyde yeniden oluşan termodinamik dengenin daha düşük potansiyeller için belirtilen dönüşümlere göre daha geç oluşacağı öngörüldüğünde difüzyon derinliğindeki azalmanın, denge oluşum sürecinin yüzeyden içeriye azot alımına etkisi sonucunda gerçekleştiği muhtemel gözükmemektedir. Tüm ikinci aşama nitrüleme sıcaklıkları için, seçilen 0,2 değerindeki nitrüleme potansiyeli difüzyon bölgesindeki mikrosertliklerde fark edilebilir oranda düşüşe neden olduğu gözlemlenmiştir. Mikrosertliklerdeki düşüş, yüzeye yakın difüzyon bölgesindeki azot konsantrasyonunun düşüşü ile ilgilidir. (Bkz. Şekil 5.49-50)



Şekil 5.55. Çift aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi (K_{N1}/K_{N2} : 10/3,2)



Şekil 5.56. Çift aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi (K_{N1}/K_{N2} : 10/1)



Şekil 5.57. Çift aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının mikrosertlik eğrisine etkisi (K_{N1}/K_{N2} : 10/0,2)

Şekil 5.55-57’de görüldüğü üzere, aynı ikinci aşama nitrüleme potansiyelleri için artan ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının difüzyon derinliğini arttırdığı fakat 100 mikron ila 250 mikron arasında olan difüzyon derinliklerindeki mikrosertliklerde düşüş meydana getirdiği gözlemlenmiştir. 250 mikron difüzyon derinliğinden çekirdeğe doğru artan derinliklerde, artan sıcaklığa bağlı sertlik artışı tespit edilmiştir. Artan sıcaklıklar ile eğri üzerinde gözlemlenen mikrosertlik değerlerindeki genel düşüş, artan difüzyon katsayısına bağlı azotun daha fazla derinliğe difüzyonun gerçekleşmesi ve artan difüzyon hızına bağlı yüzeye yakın bölgedeki azot konsantrasyonunun çekirdeğe doğru yayılımıdır. Aynı zamanda yüksek sıcaklık ile difüzyon bölgesinde daha kaba taneli oluşan nitrür çökeltileri, sertlik düşüşünün diğer bir nedenidir. Tüm çift aşamalı nitrülemelerde yüzeye yakın bölgedeki sertliklerin yüksek ve birbirine yakın değerlerde elde edilmesinin nedeni, düşük sıcaklıkta yüksek nitrüleme potansiyelinde uygulanan birinci nitrüleme aşamasının belirtilen bölgelerde ince taneli ve kararlı kompleks nitrürlerin oluşumunu mümkün kılması ve artan ikinci aşama sıcaklığına rağmen yaşlanma etkisi göstermemesidir [41, 63].

5.2.5. Yüzey sertlik ölçümleri

Tek aşamalı ve çift aşamalı gaz nitrüleme deneyleri sonucunda ölçülen yüzey sertlikleri Tablo 5.17 ve Tablo 5.18’de verilmiştir.

Tablo 5.17. İkinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamındaki tek aşamalı nitrüleme deneyleri yüzey sertlik ölçümleri

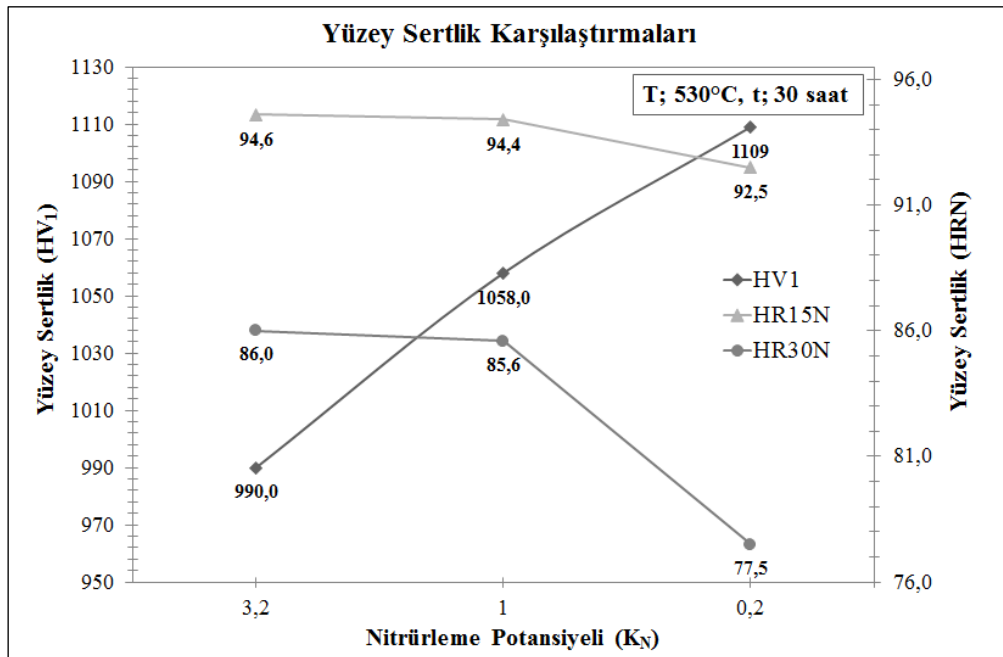
Yüzey Sertlikler	T: 500 °C, K _N : 10		T: 530 °C, t: 30 saat		
	t [saat]		K _N		
	10	30	3,2	1	0,2
HV ₁	1090	1058	990	1058	1109
HR15N	94,3	95	94,6	94,4	92,5
HR30N	78,2	87	86	85,6	77,5

Tablo 5.18. İkinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamındaki çift aşamalı nitrüleme deneyleri yüzey sertlik ölçümleri

Yüzey Sertlikler	T ₁ : 500 °C, t ₁ /t ₂ : 10/20 saat, K _{N1} : 10								
	T ₂ [°C]								
	530			540			550		
	K _{N2}								
	3,2	1	0,2	3,2	1	0,2	3,2	1	0,2
HV ₁	1029	1048	986	1005	1043	979	1007	1011	955
HR15N	94,9	95	94,4	94,9	94,8	94,6	94,8	94,9	94,3
HR30N	86,8	86,8	84,4	86,5	86,7	85	86,3	86,3	84,5

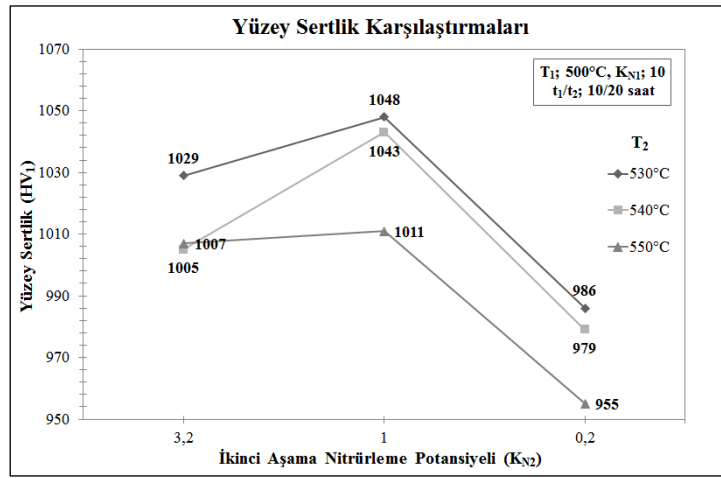
Tablo 5.17 ve Tablo 5.18’de gösterilen ölçüm sonuçlarına bağlı olarak tek ve çift aşamalı nitrüleme işlemleri arasında en yüksek HV₁ yüzey sertliği 530 °C’de K_N: 0,2 nitrüleme potansiyelinde 30 saat süre ile nitrülenen numunede ölçülmüştür.

En yüksek HR15N ve HR30N yüzey sertlik değerleri, 500 °C’de K_N: 10 nitrüleme potansiyelinde 30 saat süre ile nitrülenen numunede ölçülmüştür. Tüm çift aşamalı nitrülemelerde, ikinci nitrüleme potansiyelinin 0,2’ye düşürülmesi ile HRN yüzey sertliklerinde fark edilebilir oranda düşüş tespit edilmiştir. Tablo 5.17-18’de verilen ölçüm sonuçlarına bağlı olarak parametrelerin değişimine göre yapılan karşılaştırmalar aşağıdaki şekillerde göstermiştir.



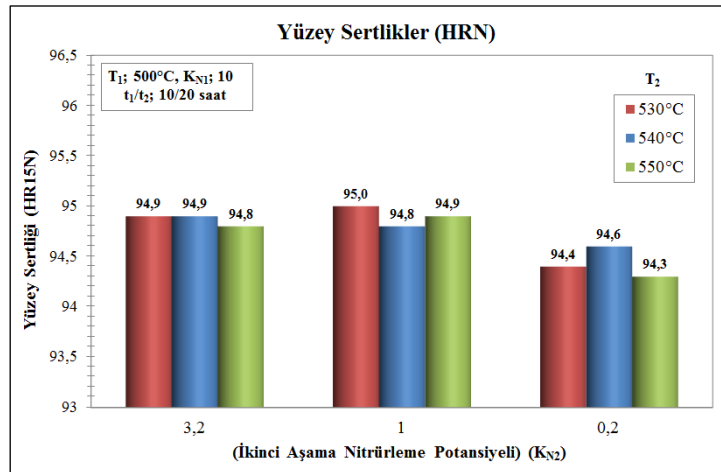
Şekil 5.58. 530 °C’de toplam 30 saat süre ile tek aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyelinin HV₁ ve HRN yüzey sertliklerine etkisi

Şekil 5.58’de gösterildiği üzere 0,2 nitrüleme potansiyeli ile nitrülenen numunede beyaz tabaka oluşmadığı düşünüldüğünde, ölçülen 1109 HV₁ yüzey sertliği için 5,84 mikron olan vickers uç batma derinliği, difüzyon bölgesinde yer almaktadır. Artan nitrüleme potansiyeline bağlı olarak oluşan ve kalınlaşan beyaz tabaka, HV₁ vickers sertliklerin düşmesine neden olmuştur. HRN yüzey sertlikleri dikkate alındığında, azalan nitrüleme potansiyeli ile birlikte HV₁ sertliklerinin aksine yüzey sertliklerinde düşüş olduğu gözlemlenmiştir.

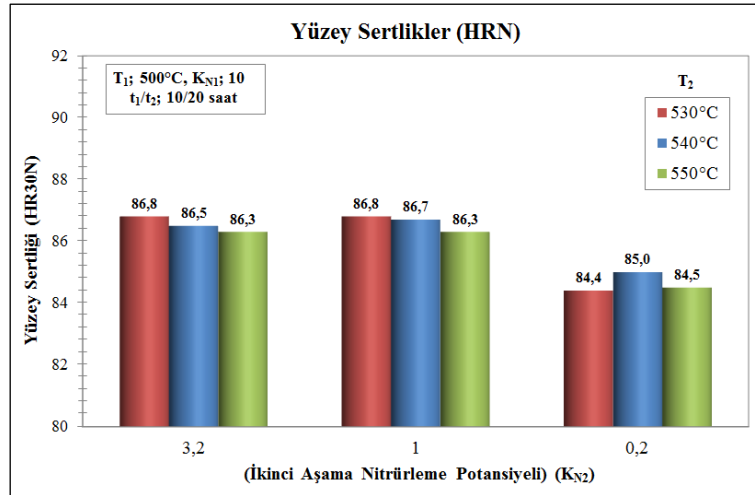


Şekil 5.59. Çift aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının ve nitrüleme potansiyelinin HV₁ yüzey sertliklerine etkisi

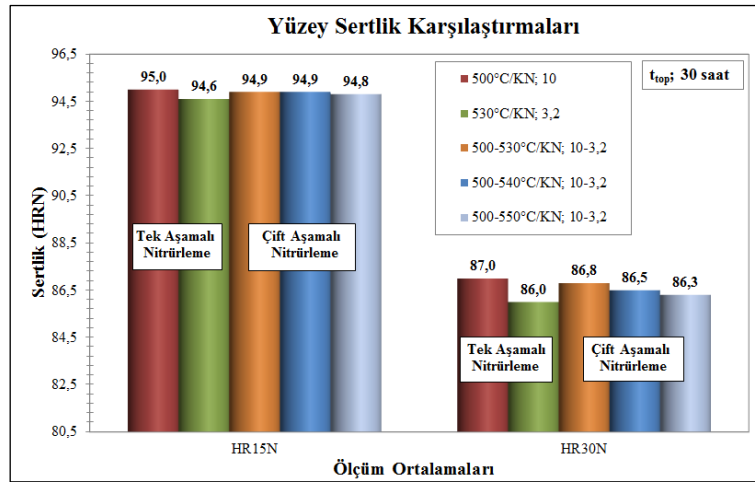
Şekil 5.59’da gösterildiği üzere, tüm çift aşamalı nitrüleme işlemlerinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin 1’e düşmesi ile HV₁ yüzey sertliklerinde artış, 0,2’ye düşürülmesi ile düşüş olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 5.60. Çift aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme sıcaklığının ve nitrüleme potansiyelinin HR15N yüzey sertliklerine etkisi



Şekil 5.61. Çift aşamalı gaz nitrülendi 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitritleme sıcaklığının ve nitritleme potansiyelinin HR30N yüzey sertliklerine etkisi



Şekil 5.62. Toplam 30 saat süre ile tek ve çift aşamalı gaz nitrülendi 34CrAlNi7 çeliğinde HRN yüzey sertlik karşılaştırmaları

Tablo 5.17-18 ve Şekil 5.58-62'deki ölçüm sonuçları ve karşılaştırmalar yorumlandığında, en yüksek HR15N ve HR30N sertliklerin 500 °C'de 30 saat süre ile yapılan gaz nitritleme sonucunda elde edildiği gözlemlenmiştir. Artan tek aşamalı nitritleme sıcaklığı sonucunda, 530 °C'de elde edilen sertliklerde düşüş gözlemlenmiştir. Sıcaklığın yükselmesi ile HRN sertliklerdeki düşüş, difüzyon bölgesinde yüzeye yakın olan bölgedeki mikrosertlik değerleri ile ilgilidir. Düşük sıcaklıklarda ince taneli nitrit oluşumu ve çökmesine bağlı yüzeye yakın bölgede elde edilen daha yüksek mikrosertlikler, ölçüm yüküne bağlı olarak yüzeyden 15 kg ve 30 kg yük ile yapılan sertlik ölçümünde daha yüksek yüzey sertliklerin elde edilmesini sağlamıştır.

Çift aşamalı nitrürlemelerde, ikinci aşama nitrürleme sıcaklığının artışına rağmen HR15N yüzey sertliklerinin fark edilebilir oranda düşmediği ve 500 °C sıcaklıktaki nitrürleme ile elde edilen yüzey sertliğine yakın değerler elde edildiği gözlemlenmiştir. Şekil 5.62’de gösterildiği üzere, tek aşama nitrürleme işlemi için artan nitrürleme sıcaklığına bağlı olarak HRN yüzey sertliklerinde düşme meydana gelmiş fakat çift aşamalı nitrürleme yöntemi ile aynı sürede yapılan işlem sonucunda yüzey sertliklerinin daha yüksek elde edildiği tespit edilmiştir. İlk aşama sıcaklığı 500 °C ve nitrürleme süresi 10 saat olan birinci işlem kademesi sonrasında elde edilen yüksek yüzey sertliği korunmuş, artan ikinci nitrürleme aşama sıcaklıklarına bağlı difüzyon katsayısındaki artış ile difüzyon derinliklerinin artışı gerçekleşmiştir. Çift aşamalı nitrürlemelerde artan ikinci nitrürleme sıcaklığı ile HR30N yüzey sertliklerinde az oranda düşüş, difüzyon bölgesindeki mikrosertliklerin artan sıcaklık ile düşmesinin sonucudur.

HV₁ yüzey sertlikleri yorumlandığında, 34CrAlNi7 çeliğinde nitrürleme sonrasında ölçülen yüzey sertliklerindeki değişim, ağırlıklı olarak nitrürlenmiş yüzey özellikleri, beyaz tabaka kalınlığı ve oluşum karakteristiği ile ilgilidir. Tek aşamalı nitrürleme sonucunda en yüksek sertlik olan 1109 HV₁’in, 530 °C’de 30 saat K_N: 0,2 nitrürleme potansiyelinde gaz nitrürleme sonucunda beyaz tabaka oluşumu gözlemlenmeyen numunede elde edilmiştir. 30 saat süre 500 °C’de daha düşük sıcaklıkta yapılan nitrürleme sonucunda ise elde edilen sertlik değeri daha düşüktür.

Ölçülen tüm HV₁ sertlikler için vickers uç batma derinliklerinin 5,80 µm ila 6,30 µm arasında değiştiği düşünüldüğünde; beyaz tabaka azot konsantrasyonunun, faz içeriğinin ve beyaz tabakadaki çatlak mevcudiyetinin, HV₁ yüzey sertliklerine etkide bulunduğu gözükmemektedir. 530 °C’de yapılan tek aşamalı nitrürleme işleminde nitrürleme potansiyelinin 3,2’den 1’e düşürülmesine bağlı olarak azalan beyaz tabaka kalınlığı ve nitrürleme potansiyelinin beyaz tabaka konsantrasyonunu düşürmesine bağlı tabaka tokluğundaki artış, sertliğin yükselmesine neden olmuştur.

Nitrürleme potansiyelinin 0,2’ye düşürülmesi ile numune yüzeyinden alınan sertlik izinin, difüzyon bölgesinin atmosfer ile temasta olduğu ve azot konsantrasyonunun en yüksek olduğu yüzeye yakın olan bölgede oluştuğu dikkate alındığında, sertlik

değerinin yüksek çıkması beklenen bir durumdur. Yüzeyde bölgesel olarak çekirdeklenen F_4N nitrürlerinin sertlik değerlerini yükseltmiş olması da muhtemel bir sonuçtur.

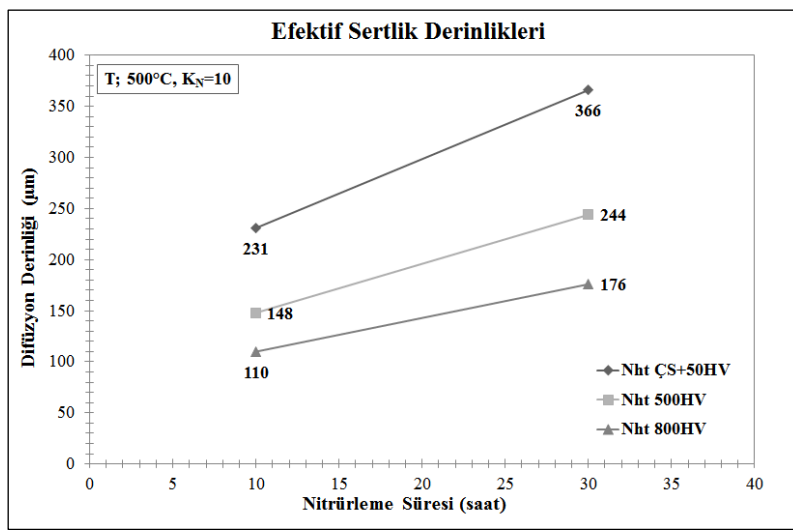
Çift aşamalı gaz nitürleme işlemleri kapsamında aynı ikinci aşama nitürleme potansiyelleri için, artan ikinci nitürleme aşama sıcaklığı HV_1 sertliklerde düşüşe sebebiyet vermiştir. Bunun nedeni, sıcaklığın artmasına bağlı artan beyaz tabaka kalınlığı ve düşen tabaka tokluğudur. İkinci aşama nitürleme potansiyeli 1 ve sıcaklığı $540\text{ }^\circ\text{C}$ olan işlem sonucunda ölçülen HV_1 sertliğin, ikinci aşama nitürleme sıcaklığı $530\text{ }^\circ\text{C}$ ve nitürleme potansiyeli 3,2 olan işleme oranla daha yüksek olması, seçilen ikinci aşama nitürleme potansiyelinin sertlik üzerindeki etkisini iyi şekilde açıklamaktadır. Düşen sıcaklık ile yüzey sertliğinde artış beklenmesine rağmen bulunan sonuçlardaki farklılık, beyaz tabaka karakteristiğinin ve kalınlığının HV_1 yüzey sertliği için önemli olduğunu göstermektedir.

Tüm çift aşamalı gaz nitürleme deneylerinde ikinci aşama nitürleme potansiyelinin 0,2'ye düşürülmesi ile sertlikler $1000\text{ }HV_1$ 'in altına düşmüştür. Düşük nitürleme potansiyelinin, HRN sertliklerinin değişiminde de aynı şekilde etkili olduğu gözlemlenmiştir. Sertliklerdeki düşüşün nedeni, Lehrer diyagramına göre α bölgesinde bulunan ikinci aşama nitürleme potansiyelinin tabaka karakteristiği ve difüzyon bölgesindeki sertleşebilirliğe etkisidir.

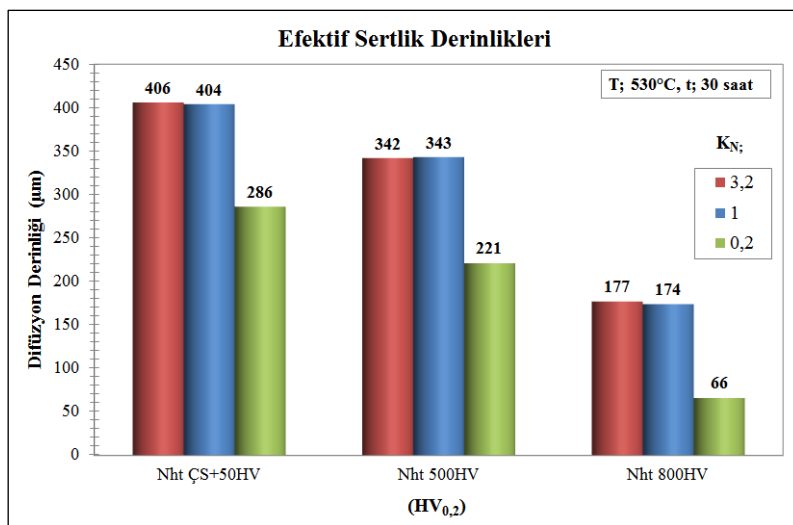
Gaz nitürleme parametrelerinin değişimine bağlı olarak $34CrAlNi7$ çeliğinde elde edilen HRN sertliklerindeki artış karşılığında HV_1 sertliklerinde azalma ya da tam tersi gözlemlenen durum için, yüzey sertlik tanımlamasının, ölçüm yönteminin ve kullanılan ölçüm yükünün doğru tanımlanması önemlidir. Tüm ölçüm sonuçları dikkate alındığında, düşük yüklerle yapılan ölçüm sonuçlarının beyaz tabaka karakteristiğine bağlı olarak değiştiği, yüksek yüklerle yapılan ölçüm sonuçlarının difüzyon bölgesindeki mikrosertlik değişimine bağlı olduğu görülmektedir.

5.2.6. Efektif sertlik derinlikleri

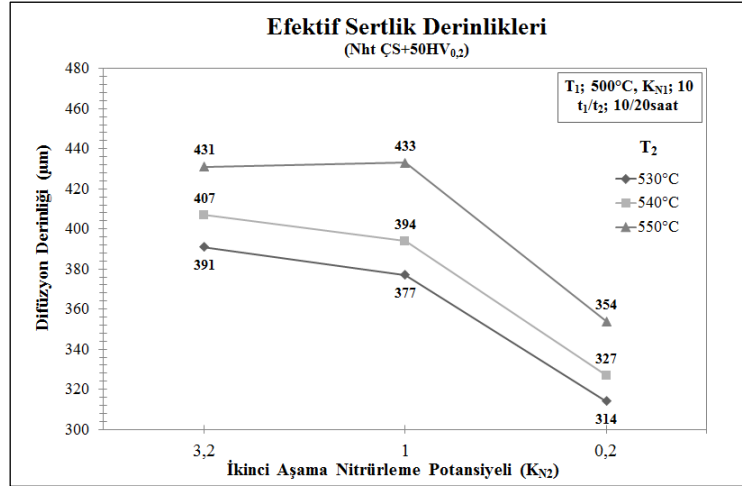
Efektif sertlikler için derinlikler mikrosertlik ölçümleri sonucunda oluşturulan mikrosertlik eğrileri üzerinden ölçülmüş ve ölçülen değerler şekiller üzerinde belirtilmiştir. Numunelerin nitrürlenmiş yüzeylerinden 0,8 mm içeride ölçülen çekirdek sertliklerinin 50 HV üzerindeki değerler, hem efektif sertlik derinliği olan ‘Nht ÇS+50HV’ olarak hem de ‘nitrüleme-difüzyon’ derinliği olarak değerlendirilmiştir. Ölçümler ve karşılaştırmalar Şekil 5.63-67’te gösterilmiştir.



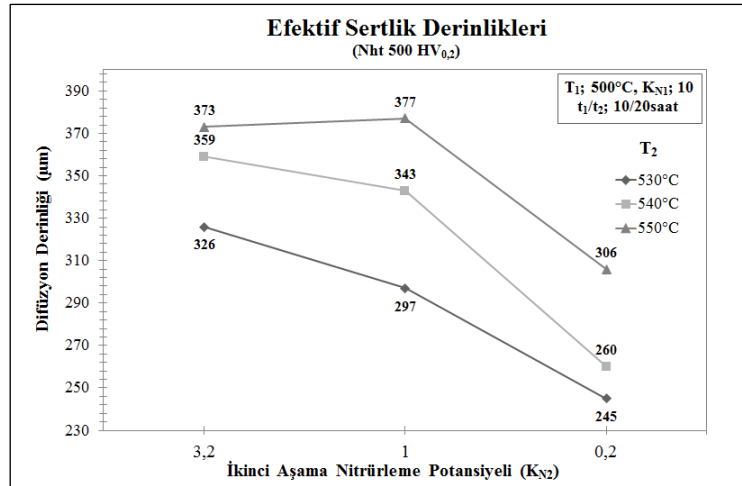
Şekil 5.63. Tek aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde artan nitrüleme süresinin efektif sertlik derinliklerine etkisi



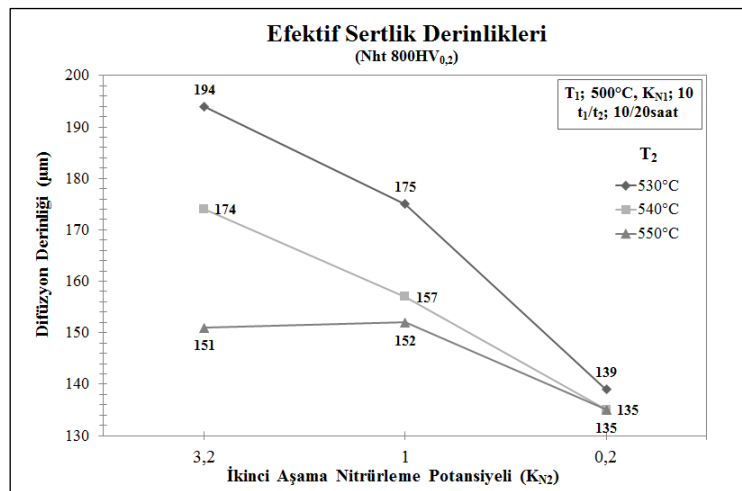
Şekil 5.64. Tek aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyelinin efektif sertlik derinliklerine etkisi



Şekil 5.65. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının Nht $\text{ÇS}+50\text{HV}_{0,2}$ efektif sertlik derinliğine etkisi



Şekil 5.66. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının Nht 500HV_{0,2} efektif sertlik derinliğine etkisi



Şekil 5.67. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının Nht 800HV_{0,2} efektif sertlik derinliğine etkisi

Şekil 5.63-67’de gösterildiği üzere, tek aşamalı nitrürlemeler sonucunda ölçülen efektif sertlik derinlikleri artan nitrürleme süresi ile artmıştır. 30 saat süre ile uygulanan işlemlerde 530 °C’de yapılan nitrürleme işlemleri için, Lehrer diyagramına göre epsilon ve gama faz bölgesinde bulunan 3,2 ve 1 değerlerindeki nitrürleme potansiyelleri ile yapılan işlemlerde, aynı efektif sertlik derinlikleri bulunmuştur. Nitrürleme potansiyelinin α faz bölgesindeki 0,2 değerine düşürülmesi ile efektif sertlik derinliklerinde önemli ölçüde bir düşüşün gerçekleştiği tespit edilmiştir.

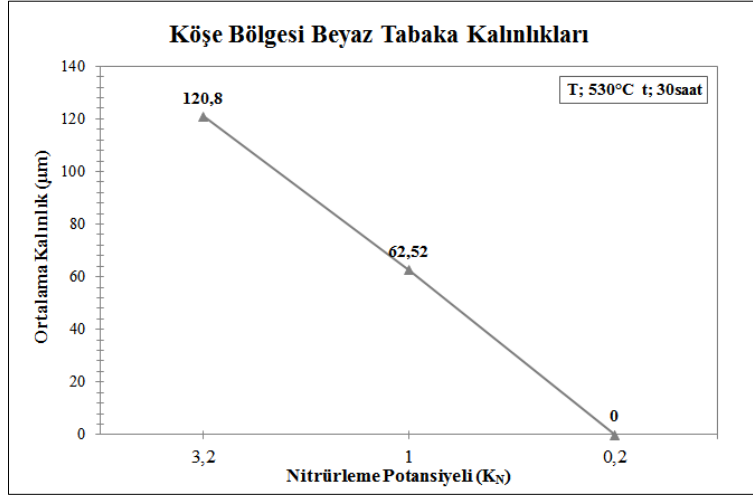
Çift aşamalı nitrürlemeler sonucunda elde edilen sonuçlar yorumlandığında, artan ikinci nitrürleme aşama sıcaklıkları nitrürleme derinliğinde ve 500 HV sınır sertlik derinliklerinde tüm seçilen ikinci aşama nitrürleme potansiyelleri için artışa neden olmuştur. 800 HV sertlik sınır değeri için ise sonuçlar farklı bulunmuştur. Artan ikinci nitrürleme sıcaklığı her nitrürleme potansiyeli için 800 HV efektif sertlik derinliğinde düşüşe sebebiyet vermiştir. Efektif sertlik derinliklerindeki değişim, difüzyon bölgesindeki sertleşme mekanizması ile ilgilidir.

Nitrürleme potansiyellerindeki değişim yorumlandığında, ikinci nitrürleme potansiyelinin 3,2 değerinden 1’e düşürülmesi ile difüzyon bölgesinde elde edilen sertlik derinliklerinde tek aşamalı nitrürlemelerde elde edilen sonucun aksine değişim gözlemlenmiştir. Daha yüksek seçilen ikinci nitrürleme potansiyelinin, difüzyon bölgesindeki sınır sertlik derinliklerinin gelişimlerine olumlu yönde etkide bulunduğu tespit edilmiştir. İkinci aşama nitrürleme sıcaklığı 550 °C’ye çıktığında nitrürleme potansiyelinin 3,2’den 1 değerine düşürülmesi ile sınır sertlik değerlerinde dikkate değer bir değişiklik oluşmadığı gözlemlenmiştir. Tüm efektif sertlik derinliği sonuçları, difüzyon bölgesindeki mikrosertlik ölçümleri ve eğrileri ile ilişkili olduğundan, sonuçlar mikrosertlik ölçümleri ve eğrilerinin gösterildiği bölümde detaylı şekilde yorumlanmıştır.

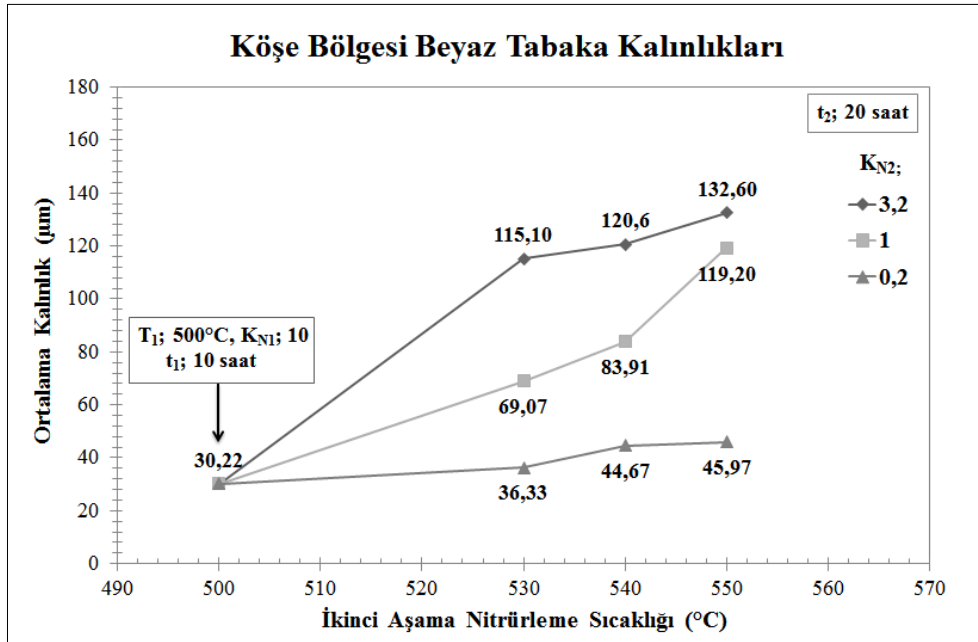
5.2.7. Köşe azot yığılması ölçümleri

Tek ve çift aşamalı nitrürleme işlemleri sonucunda 90° açığa sahip ve köşeleri pah kırılmamış numuneler üzerinde keskin köşe diye tabir edilen bölgeler için beyaz

tabaka kalınlık ölçümleri yapılmış olup, ölçümler ve karşılaştırmalar Şekil 5.68-69'da gösterilmiştir.



Şekil 5.68. Tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyelinin köşe bölgesi beyaz tabaka kalınlığına etkisi



Şekil 5.69. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde birinci ve ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının köşe bölgesi beyaz tabaka kalınlığına etkisi

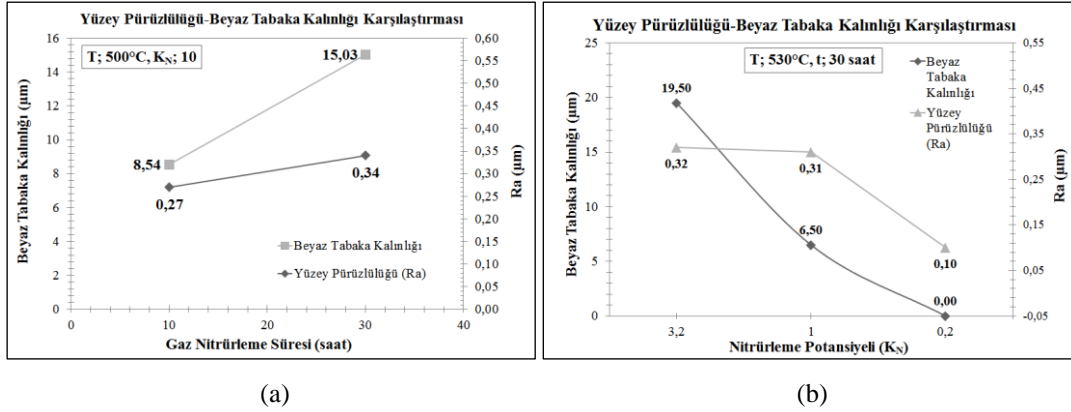
Şekil 5.68 ve 5.69'da gösterildiği üzere, tek aşamalı nitrüleme işleminde azalan nitrüleme potansiyeli köşe bölge azot yığılmasını azaltmıştır. Nitrüleme potansiyelinin Lehrer diyagramına göre α faz bölgesinde seçildiği durumda, köşelerde beyaz tabaka oluşumu gözlemlenmemiştir.

Çift aşamalı nitrüleme işlemlerine istinaden, sabit ikinci aşama sıcaklığı için artan nitrüleme potansiyelinin ve sabit ikinci nitrüleme potansiyeli için artan sıcaklığın, 90° açılı köşe bölgelerde ölçülen beyaz tabaka kalınlıklarında artışa sebebiyet verdiği tespit edilmiştir.

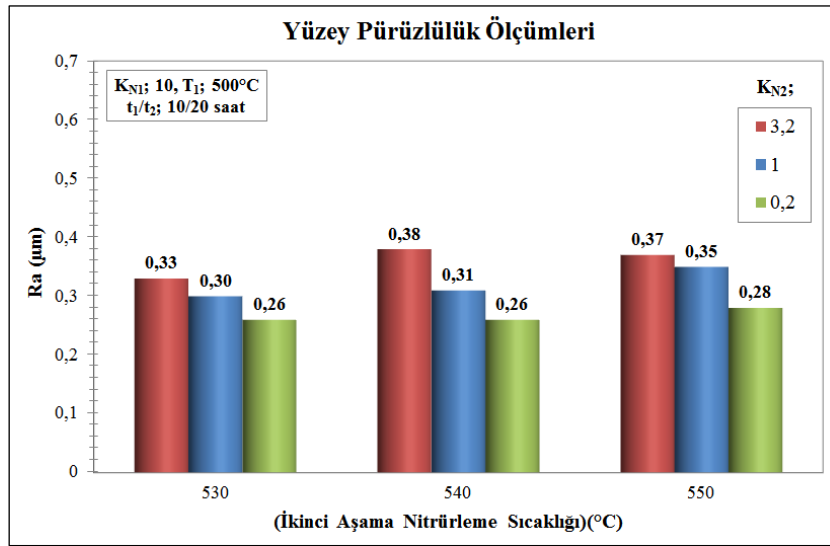
Köşe bölgelerde düz yüzeylere nazaran daha yüksek ölçülen beyaz tabaka kalınlığı, köşelerin 90° açıya sahip olması ve köşe bölgesinde 270° açı ile birleşen iki yüzeyde difüzyonun hakim olmasından kaynaklanmaktadır. (Bkz. Şekil 4.15) Azalan nitrüleme potansiyeli, beyaz tabaka azot içeriğini azaltarak köşe bölgesinde oluşan beyaz tabaka kalınlığını azaltmaktadır. Sabit nitrüleme potansiyelinde artan sıcaklık ile artışa geçen tabaka kalınlığı, difüzyon katsayısının yükselmesi ve sıcaklığın beyaz tabaka oluşum kinetiğine etki ederek büyüme hızını ve ivmesini arttırması sonucunda meydana gelmiştir. Her iki yüzeyden gerçekleşen difüzyon ile köşe bölgesinde azotça aşırı doymuş bölge oluşumu meydana gelmiş ve artan bölge konsantrasyonuna bağlı matriste ve tane sınırlarında çökelen demir nitrürler, bölgenin gevrekleşmesine ve aşırı derecede kırılğan olmasına sebebiyet vermiştir. İlk nitrüleme aşamasında elde edilen 30,22 mikron kalınlık, ikinci nitrüleme aşaması öncesi köşe bölgesindeki başlangıç durum olarak kabul edilmektedir. İkinci nitrüleme potansiyelinin 0,2'ye düşürülmesine rağmen tabaka kalınlığındaki artış, ilk nitrüleme aşamasında azot içeriği yüksek olan beyaz tabakanın, sıcaklığın ve mevcut olan beyaz tabaka konsantrasyonunun etkisi ile köşeden içeriye doğru yayılımı sonucunda gerçekleşmiştir.

5.2.8. Yüzey pürüzlülük ölçümleri

Tek ve çift aşamalı nitrüleme işlemleri sonucunda numunelerin yüzeyinden alınan pürüzlülük ölçümleri ve karşılaştırmalar Şekil 5.70-71'de gösterilmiştir.



Şekil 5.70. Tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde, (a) nitrüleme süresine bağlı beyaz tabaka kalınlığı/yüze pürüzlülüğü değişimi ve ilişkisi, (b) nitrüleme potansiyeline bağlı beyaz tabaka kalınlığı/yüze pürüzlülüğü değişimi ve ilişkisi



Şekil 5.71. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyeline ve sıcaklığına bağlı Ra yüze pürüzlülüğünün değişimi

Şekil 5.70 ve 5.71'de gösterildiği üzere, tek aşamalı nitrüleme işlemleri sonucunda sabit sıcaklık için artan gaz nitrüleme süresi ve nitrüleme potansiyeli ortalama yüze pürüzlülük değeri olan Ra değerinin artışına sebebiyet vermiştir. Gaz nitrüleme süresinin artmasına bağlı olarak artan beyaz tabaka kalınlığı aynı nitrüleme potansiyeli için yüze pürüzlülüğünün artmasına neden olmuştur. Nitrülenmemiş yüzeylerin başlangıç pürüzlülük değerlerinin Ra: 0,05-0,1µm olduğu dikkate alındığında, 530 °C'de 30 saat süre ile KN: 0,2 nitrüleme potansiyeli ile yapılan işlemde yüze pürüzlülüğünün değişmediği gözlemlenmiştir. Bunun nedeni, belirtilen işlem parametreleri ile yapılan nitrüleme işlemi sonucunda yüzeyde beyaz tabaka oluşumunun gözlemlenmemesidir.

Beyaz tabaka oluşumu ile değişen yüzey pürüzlülüğü; beyaz tabakanın karakteristiği, içermiş olduğu fazların türü ve fazların azot içeriği ile ilgilidir. 500 °C’de K_N : 10 nitrüleme potansiyelinde 30 saat nitrüleme sonucunda 15,03 μm beyaz tabaka kalınlığına karşılık ölçülen pürüzlülük, 530 °C’de K_N : 3,2 nitrüleme potansiyelinde 30 saat nitrüleme sonucunda 19,50 μm beyaz tabaka kalınlığına karşılık ölçülen pürüzlülük değerinden düşüktür. Beyaz tabakanın daha kalın oluşmasına rağmen aynı nitrüleme süresinde daha düşük elde edilen yüzey pürüzlülük değeri, beyaz tabakanın içerdiği maksimum azot konsantrasyonu ile ilgilidir. Yüksek nitrüleme potansiyeli ile nitrülenen yüzeyde; beyaz tabaka denge azot konsantrasyonuna bağlı daha yüksek azot içeriği, atmosfer ile temasta olan ve belirtilen işlem sıcaklıklarında yarı kararlı yapıda olan epsilon fazının yüzeyinden atmosfere doğru transfer olan N_2 oluşumunu ve miktarını arttırmış ve yüzeyin pürüzlülüğünün daha fazla artışına neden olmuştur [9]. Ağırlıkça toplam maksimum % 8,6 azot ve karbon içeriğinin altında konsantrasyona sahip bir beyaz tabakanın ideal ve pürüzlülüğü düşük bir yüzeyin oluşumunu sağlayacağı dikkate alındığında beyaz tabaka azot konsantrasyonunun belirli seviyede tutulması ile yüzey pürüzlülüğü kontrol edilebilmektedir [19]. 3,2 ve 1 değerindeki nitrüleme potansiyellerinde elde edilen yüzey pürüzlülüklerinin birbirine yakın olması, beyaz tabaka içeriğindeki maksimum azot konsantrasyonunun sınır değerinin altında kalması ile ilgilidir.

Çift aşamalı nitrüleme işlemleri sonucunda ölçülen değerler yorumlandığında, artan ikinci nitrüleme aşama sıcaklığı, pürüzlülük değerlerinin artışına sebebiyet vermiştir. İkinci nitrüleme aşamasında seçilen nitrüleme potansiyellerinin düşmesi ile R_a değerlerinin düşüş eğilimi içerisine girdiği görülmektedir. İkinci nitrüleme aşaması için seçilen nitrüleme potansiyeli, işlem sonucundaki beyaz tabaka kalınlığını ve beyaz tabaka % azot içeriğini belirleyeceği için, nitrüleme potansiyelinin düşüşüne bağlı daha ince oluşan beyaz tabaka ve tabakanın azot içeriğindeki düşüş, yüzey pürüzlülük değerlerinde düşüşe sebebiyet vermiştir.

γ' nitrürün, ϵ nitrüre göre daha pürüzsüz bir yapıya sahip olduğu ve XRD sonuçlarına göre düşen potansiyel ile birlikte artan γ' nitrür pik şiddeti dikkate alındığında, γ'/ϵ oranı yüksek bileşke tabakanın yüzey pürüzlülük değerinin düşük olması tutarlı bir sonuçtur. Artan sıcaklığa bağlı pürüzlülük değerlerindeki artış eğilimi, beyaz

tabaka kalınlığının artışı ve sıcaklığın etkisi ile aynı nitrürleme potansiyeli için yüzey konsantrasyonunun artmasından ve N₂ oluşumunun hızlanmasından kaynaklanmıştır.

5.2.9. Kırılma tokluğu sonuçları

Toplam 30 saat aktif nitrürleme zamanı ile tek ve çift aşamalı gaz nitrürlenmiş numune yüzeylerinden alınan mikrosertlik izi sonucunda oluşan çatlak boyları ölçülmüş ve ölçülen değerlere bağlı olarak kırılma toklukları hesaplanmıştır. Hesaplanan değerler Tablo 5.19 ve Tablo 5.20’de gösterilmiştir.

Tablo 5.19. Farklı işlem parametreleri ile tek aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde hesaplanan kırılma tokluğu değerleri

Hesaplanan Değer	T: 500 °C, t: 30 saat		T: 530 °C, t: 30 saat		
	K _N		K _N		
	10		3,2	1	0,2
Kırılma Tokluğu (K _C) [MPa.m ^{1/2}]	4,07		4,97	-	-

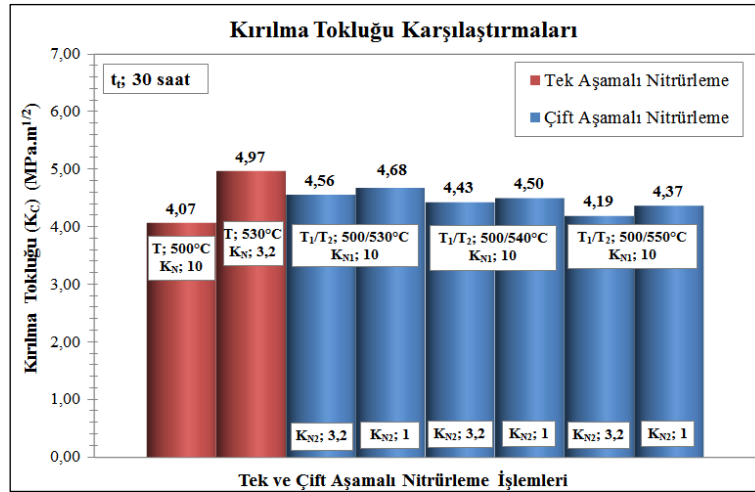
Tablo 5.20. Farklı işlem parametreleri ile çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde hesaplanan kırılma tokluğu değerleri

T ₁ :500 °C t ₁ /t ₂ : 10/20 saat, K _{N1} : 10	T ₂ [°C]		
	530	540	550
K _{N2}	Kırılma Tokluğu (K _C) [MPa.m ^{1/2}]		
3,2	4,56	4,43	4,19
1	4,68	4,50	4,37
0,2	-	-	-

Tablo 5.20 ve 5.21’de belirtilen sonuçlara göre, 530 °C’de 30 saat süre ile 1 ve 0,2 değerindeki nitrürleme potansiyelleri ile tek aşamalı gaz nitrürlenmiş numunelerde ve ikinci nitrürleme aşama potansiyeli 0,2 olan çift aşamalı nitrürlenmiş numunelerde yüzeylerden alınan mikrosertlik izlerinde radyal çatlakların oluşmadığı gözlemlenmiştir. Çatlak oluşumunun gerçekleşmemesi, belirtilen işlem parametreleri ile nitrürlenen numunelerin, radyal çatlak oluşumunun tespit edildiği yüzeylere göre kırılma tokluk değerlerinin daha yüksek olduğunu göstermektedir. Elmas piramit ucun oluşturduğu sertlik izinin köşelerinde oluşan çatlakların boyundaki azalma, uygulanan sertlik yükü etkisi ile oluşan enerjinin yüzeyde daha fazla

sönümlenebildiğini göstermektedir. Dolayısıyla çatlak oluşumunun gözlemlenmediği yüzeyler daha fazla enerjiyi absorbe edebilme kabiliyetine sahip olup, diğer yüzeylere göre tokluğu daha yüksek bir karakteristiğe sahiptir.

Kırılma tokluk değerleri hesaplanan işlemler arasında en düşük kırılma tokluğu, 500 °C'de K_N : 10 nitrüleme potansiyelinde 30 saat süre ile yapılan işlem sonucunda elde edilmiştir. En yüksek kırılma tokluk değeri ise 530 °C'de K_N : 3,2 nitrüleme potansiyelinde 30 saat süre ile yapılan işlem sonucunda elde edilmiştir. İşlem parametrelerinin değişimine göre elde edilen kırılma tokluk değerleri üzerinden karşılaştırmalar aşağıdaki şekillerde gösterilmiştir.

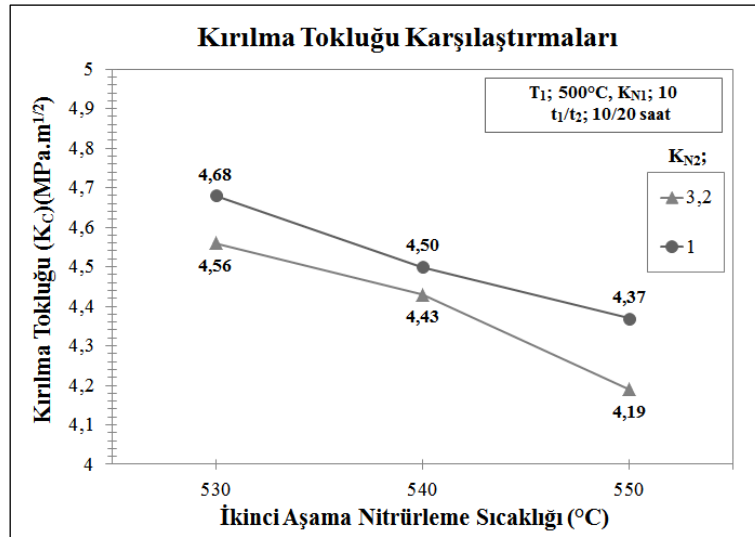


Şekil 5.72. Tek ve çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde kırılma tokluğu değerleri ve karşılaştırmaları

Şekil 5.72'de gösterilen sonuçlara göre, aynı sürelerde tek aşamalı gaz nitrürlenmiş numunelerde farklı elde edilen kırılma tokluk değerleri nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının beyaz tabaka tokluğu üzerindeki etkisini göstermiştir. 500 °C sıcaklıkta K_N : 10 nitrüleme potansiyeli ile yüzeyde yaklaşık 15 µm kalınlıkta oluşan beyaz tabaka kalınlığına karşılık, 530 °C sıcaklıkta K_N : 3,2 nitrüleme potansiyelinde oluşan beyaz tabaka kalınlığı 19,50 µm'dir. Beyaz tabaka kalınlığının artması ile kırılma tokluğunda beklenen düşüşün gözlemlenmemesinin nedeni, seçilen nitrüleme potansiyelinin beyaz tabaka azot içeriği üzerindeki etkisidir. Beyaz tabaka azot içeriğinin artışı tabaka tokluğunu azaltacağından dolayı, yüksek nitrüleme potansiyeli ile yapılan işlemde beyaz tabaka azot içeriği Lehrer diyagramından da görüldüğü üzere 3,2 nitrüleme potansiyelinde yapılan işleme göre daha yüksektir.

(Bkz. Şekil 4.6) Oluşan beyaz tabaka kalınlığı daha düşük olsa bile, beyaz tabaka azot konsantrasyonunun fazla olması en düşük kırılma tokluğunun belirtilen işlem parametrelerinde elde edilmesinin nedenini açıklamaktadır.

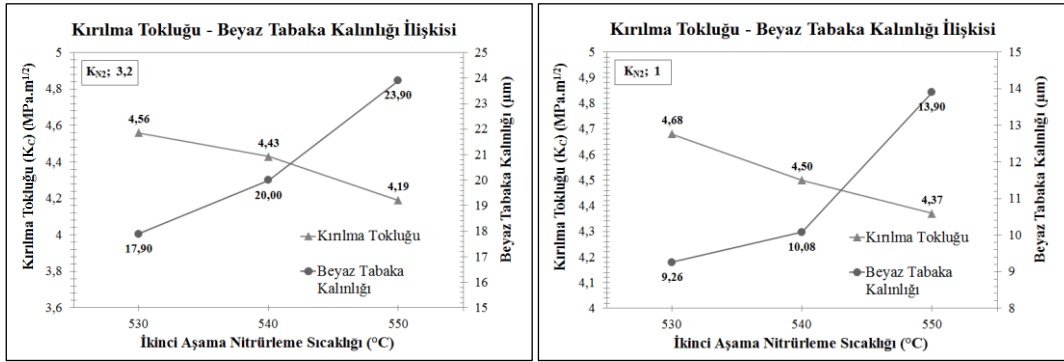
Tek aşamalı nitrürleme yöntemi ile elde edilen en yüksek kırılma tokluğu, çift aşamalı nitrürleme yönteminin kullanılması ile ikinci aşama nitrürleme potansiyeli 3,2 ve 1 olan işlemlerde azalmıştır. İkinci aşama nitrürleme potansiyelinin 0,2'ye düşürülmesi ile numuneler yüzeyinde çatlak gözlemlenmemesi dikkate alındığında, kırılma tokluğunun yükselmiş olduğu tespit edilmiştir. Tek ve çift aşamalı nitrürleme yöntemleri karşılaştırıldığında, aynı nitrürleme potansiyelleri için tek ve çift aşamalı yapılan işlemlerde, çift aşamalı nitrürleme işlemleri sonucu 3,2 ve 1 nitrürleme potansiyelleri için tokluk değerleri daha düşük elde edilmiştir. Çift aşamalı nitrürlemelerde ilk nitrürleme aşamasında seçilen nitrürleme potansiyelinin yüksek olması, ilk aşamada oluşan beyaz tabakanın azotça zengin ve kırılğan yapıda oluşmasına neden olmuştur. İkinci aşamada seçilen daha düşük nitrürleme potansiyelleri kırılma tokluğunda artışa neden olsa bile, tek aşamalı nitrürleme yöntemleri ile aynı potansiyelerde elde edilen tokluk değerlerinin altında kalmıştır.



Şekil 5.73. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrürleme potansiyeli ve sıcaklık değişiminin kırılma tokluğuna etkisi

Şekil 5.73'te görüldüğü üzere, çift aşamalı nitrürleme işlemleri sonucunda elde edilen kırılma toklukları aynı nitrürleme potansiyellerinde işlem sıcaklığının artışı ile azalmıştır. Aynı ikinci nitrürleme sıcaklığı için karşılaştırma yapıldığında, ikinci

aşamada seçilen nitrürleme potansiyelinin azalması ile birlikte kırılma tokluğunun arttığı tespit edilmiştir. Kırılma tokluklarındaki değişim hem beyaz tabaka kalınlığı hem de seçilen nitrürleme potansiyeli ile ilgilidir. Sabit sıcaklıkta ikinci nitrürleme potansiyelinin azalması beyaz tabaka büyümesini yavaşlatacaktır. Lehrer diyagramına göre γ' ve α bölgelerinde seçilen ikinci aşama nitrürleme potansiyelleri, XRD sonuçlarından da görüldüğü üzere beyaz tabakadaki ϵ/γ' faz oranının düşmesine ve artan γ' nitrür oranına bağlı olarak tokluk değerlerinin artışı sağlayacaktır. α bölgesinde seçilen 0,2 nitrürleme potansiyeli ile yüzeyde çatlak gözlemlenmemesinin nedeni de bu şekilde açıklanmaktadır. Aynı nitrürleme potansiyelleri için artan ikinci nitrürleme sıcaklığındaki durum biraz daha farklıdır (Şekil 5.74).



(a)

(b)

Şekil 5.74. Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde, (a) K_{N2}:3,2 (b) K_{N2}:1 ikinci aşama nitrürleme potansiyelleri için ikinci aşama sıcaklığına bağlı artan beyaz tabaka kalınlığının kırılma tokluğuna etkisi

Şekil 5.74'te, artan ikinci nitrürleme aşama sıcaklığına bağlı artan beyaz tabaka kalınlığına karşılık kırılma tokluklarındaki azalma görülmektedir. Aynı nitrürleme potansiyeli için artan sıcaklık, beyaz tabaka büyümesini hızlandıracak, aynı zamanda ϵ nitrürü bünyesindeki ağırlıkça % azot oranını arttıracaktır. Artan azot içeriğine bağlı olarak artan beyaz tabaka kalınlığının da etkisi ile kırılma tokluklarının daha düşük elde edilmesi tutarlı bir sonuçtur. Lehrer diyagramında γ' bölgesinde seçilen K_{N2}: 1 potansiyelinde, artan sıcaklığa bağlı beyaz tabaka kalınlığında meydana gelen artış dolayısıyla artan ikinci aşama nitrürleme sıcaklığı ile birlikte tokluk değerlerinde düşüş gözlemlenmiştir.

5.2.10. Aşınma testi sonuçları

10 mm çapında alümina bilye kullanılarak 2 N yük altında 200 m aşınma mesafesinde yapılan aşınma testleri sonucunda, bilye ve numune yüzeyi arasında oluşan ve ‘Hertzian Basıncı’ olarak bilinen ortalama temas basıncı, aşınma testi yapılan CSM marka cihaza ait teknik doküman ve ASTM standartları kullanılarak yaklaşık 430 MPa olarak hesaplanmıştır [56, 58, 59]. Hesaplanan temas basıncının, her iki yüzeyin sertlik değerini ya da akma dayanım değerini geçmemesi gerekmektedir. Hesaplanan basınç değeri aşınma testinin gerçekleştirilebilmesi için emniyetli değerdir.

Aktif nitrürleme süresi toplam 30 saat olan tek ve çift aşamalı gaz nitrürleme yöntemleriyle işlem görmüş numunelerde yapılan aşınma testleri sonucunda hesaplanan aşınma derinlikleri, aşınma hacimleri, aşınma hızları ve yazılım yardımı ile tespit edilen ortalama sürtünme katsayıları Tablo 5.21 ve 5.22’de gösterilmiştir.

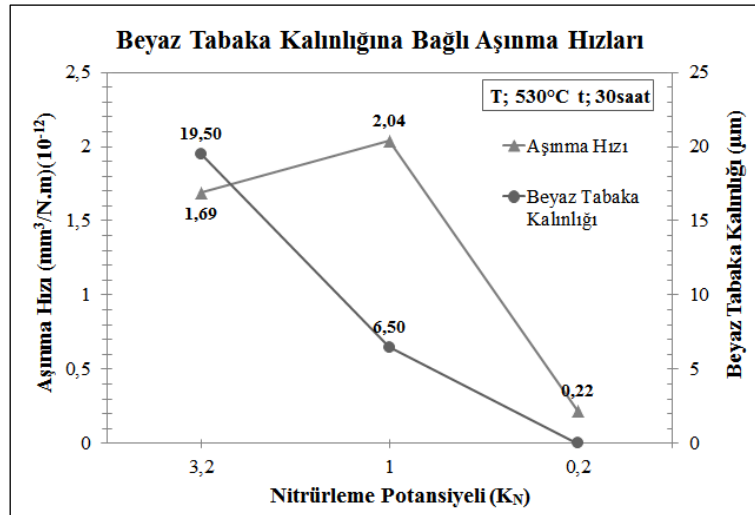
Tablo 5.21. Farklı işlem parametreleri ile tek aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin aşınma testi sonuçları

Aşınma Test Sonuçları	T: 500 °C, t: 30 saat		T: 530 °C, t: 30 saat		
	K _N		K _N		
	10		3,2	1	0,2
Aşınma Derinliği (h) [µm]	9,11		6,55	7,20	2,39
Aşınma Hacmi [µm ³]	1.304.397		674.081	815.653	90.321
Aşınma Hızı [mm ³ /N.m x 10 ⁻¹²]	3,26		1,69	2,04	0,22
Sürtünme Katsayısı [µ]	0,642		0,644	0,683	0,737

Tablo 5.22. Farklı işlem parametreleri ile çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinin aşınma testi sonuçları

Aşınma Test Sonuçları	T ₁ : 500 °C, t ₁ /t ₂ : 10/20 saat, K _{N1} : 10								
	T ₂ [°C]								
	530			540			550		
	K _{N2}								
	3,2	1	0,2	3,2	1	0,2	3,2	1	0,2
Aşınma Derinliği (h) [µm]	6,88	7,54	6,29	8,07	8,18	7,78	9,01	8,44	8,00
Aşınma Hacmi [µm ³]	744.521	894.882	621.757	1.023.974	1.051.808	952.200	1.276.085	1.120.709	1.005.894
Aşınma Hızı [mm ³ /N.m x 10 ⁻¹²]	1,86	2,24	1,55	2,56	2,63	2,38	3,19	2,80	2,51
Sürtünme Katsayısı [µ]	0,667	0,689	0,696	0,651	0,674	0,731	0,685	0,652	0,663

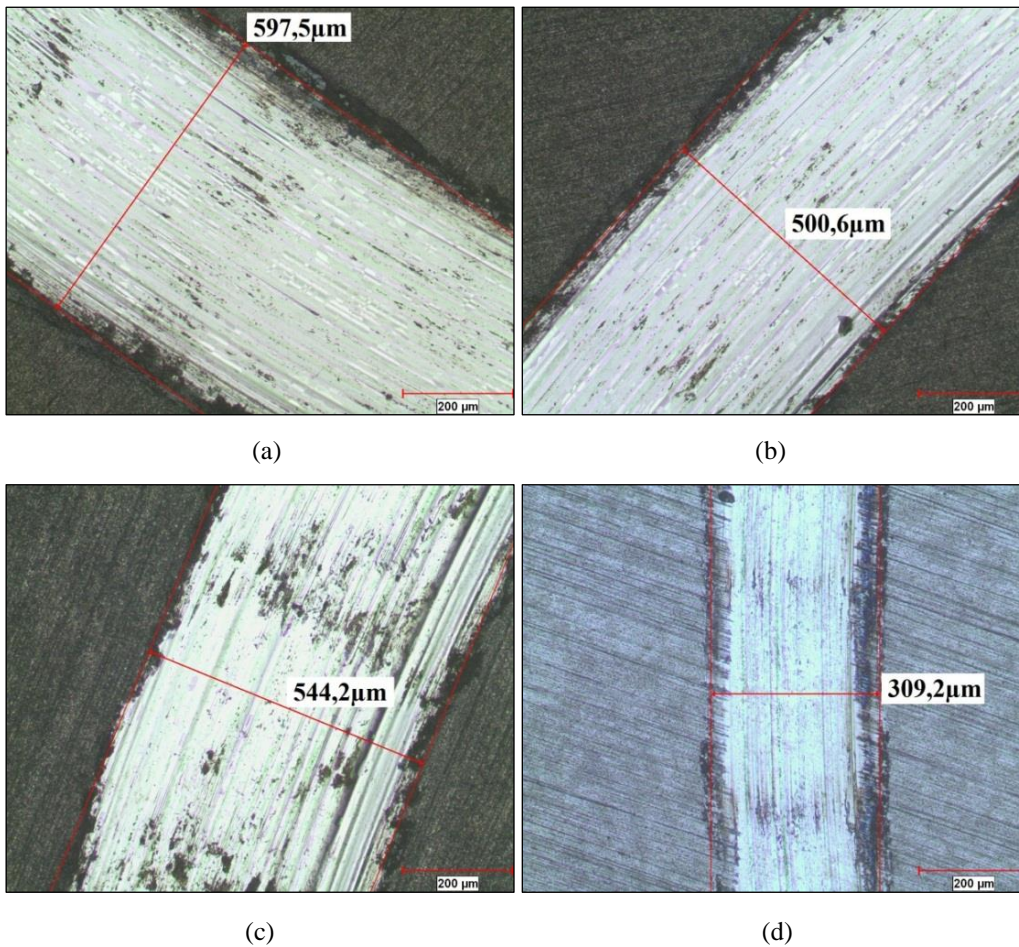
Tablo 5.21 ve 5.22’de görüldüğü üzere, en düşük aşınma hızı ve aşınma hacmi 530 °C’de K_N : 0,2 nitrüleme potansiyelinde 30 saat süre ile tek aşamalı nitrülenen numunede bulunmuştur. En yüksek aşınma hızı ve aşınma hacmi 500 °C’de K_N : 10 nitrüleme potansiyelinde 30 saat süre ile gaz nitrülenmiş numunelerde elde edilmiştir. Yapılan testler sonucunda numuneler yüzeyinde ölçülen aşınma iz genişliğine bağlı olarak hesaplanan aşınma derinlikleri ve numune yüzeylerinde ölçülen ortalama beyaz tabaka kalınlıkları dikkate alındığında, 530 °C’de K_N : 1 ve 0,2 nitrüleme potansiyellerinde tek aşamalı nitrülenen numuneler dışında diğer tüm numune yüzeylerinde aşınmanın sadece beyaz tabaka bölgesinde gerçekleşmiş olduğu görülmektedir. 0,2 değerindeki nitrüleme potansiyeli ile nitrülenen numune yüzeyinde beyaz tabaka oluşumu gözlemlenmediği için aşınma, difüzyon bölgesinde gerçekleşmiştir. 1 değerindeki nitrüleme potansiyeli ile nitrülenen numune yüzeyinde ölçülen 6,50 μm beyaz tabaka kalınlığına ve hesaplanan 7,54 μm aşınma derinliği dikkate alındığında, aşınmanın öncelikle beyaz tabakada ve sonrasında difüzyon bölgesinde gerçekleşmiş olduğu yorumu yapılabilmektedir. Elde edilen sonuçlara bağlı olarak işlem parametrelerinin değişimine göre karşılaştırmalar aşağıdaki şekillerde gösterilmiştir.



Şekil 5.75. 530 °C’de 30 saat tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme potansiyeli ve beyaz tabaka kalınlığı değişiminin aşınma hızına etkisi

Şekil 5.75’te görüldüğü üzere 530 °C’de yapılan tek aşamalı nitrüleme işlemlerindeki aşınma hızı, nitrüleme potansiyelinin 3,2’den 1’e düşmesi ile artmış olup, 0,2’ye düşmesi ile yüksek oranda azalmıştır. Nitrüleme sonucunda beyaz

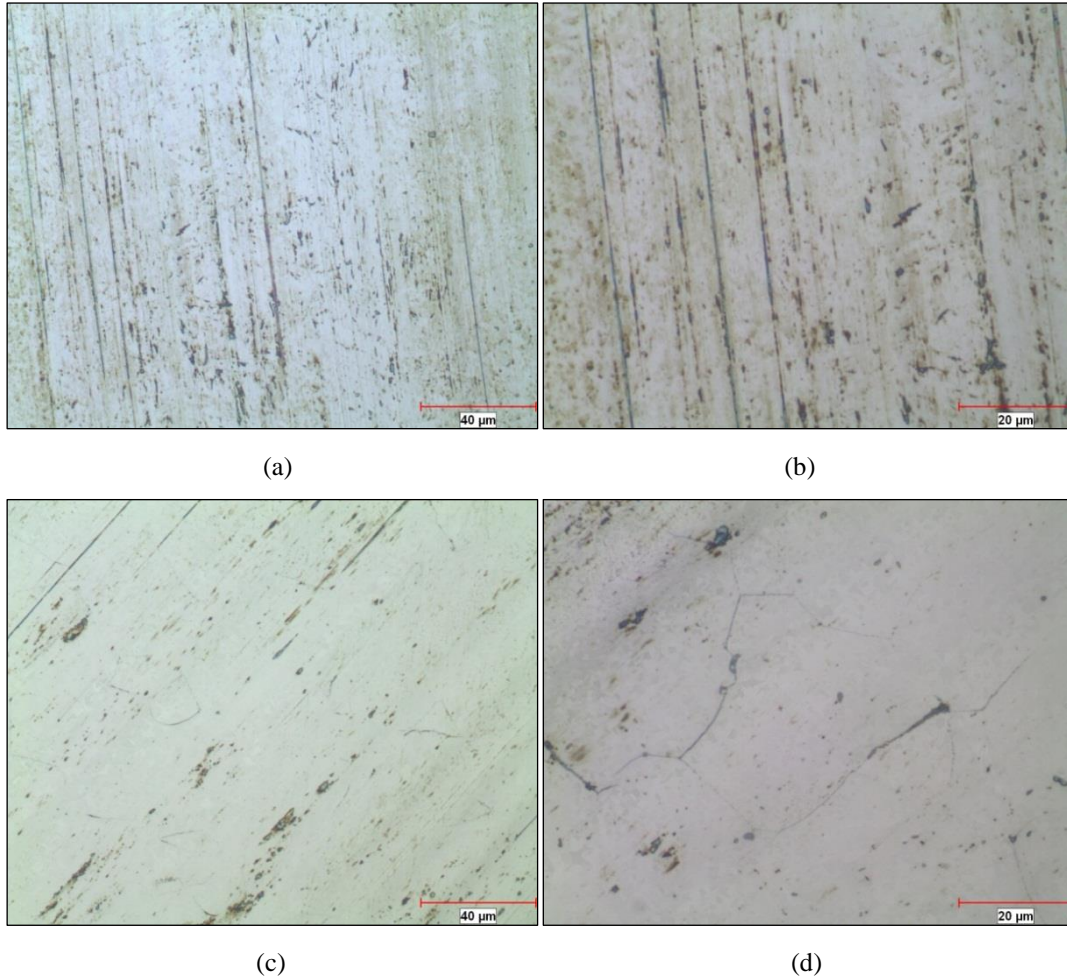
tabaka bünyesindeki demir nitürler dikkate alındığında ϵ/γ' oranındaki artış, aşınma direncini arttırmaktadır [49]. ϵ nitürü, γ' nitürüne oranla daha iyi aşınma direnci sergilemektedir. Lehrer diyagramına göre epsilon faz bölgesinde seçilen 3,2 değerindeki nitürleme potansiyeli, XRD sonuçlarından da görüldüğü üzere çift fazlı tabakanın büyümesini sağlamış ve aşınma direncinin, 1 değerindeki nitürleme potansiyeli ile elde edilen ve γ' nitürden oluşan tek fazlı beyaz tabakaya göre daha yüksek elde edilmesine neden olmuştur. Nitürleme potansiyelinin 0,2 değerine düşürülmesi ile beyaz tabakasız fakat bölgesel olarak γ' -F₄N çekirdeklenmesinin gözlemlendiği numune yüzeyinde aşınma hızı fark edilebilir oranda düşmüş ve tüm deneyler arasında en iyi aşınma direncini gösteren yüzeyin belirtilen parametreler ile nitürlenmiş yüzeye ait olduğu tespit edilmiştir. Tek aşamalı nitürleme deneyleri sonucunda aşınma izlerine ait optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.76'da gösterilmiştir.



Şekil 5.76. (a) 500 °C, K_N :10, (b) 530 °C, K_N : 3,2, (c) 530 °C K_N : 1, (d) 530 °C K_N : 0,2 işlem parametreleri ile 30 saat tek aşamalı gaz nitürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde aşınma izlerinin optik mikroskop görüntüsü

Şekil 5.76'da aşınma hızının en yüksek ve en düşük hesaplandığı gaz nitrürleme işlemleri için aşınma iz ölçümlerinden bazıları gösterilmiştir. 500 °C'de yapılan ve yaklaşık 15 µm beyaz tabaka kalınlığına sahip olan numune, iz genişliğinden de görüldüğü üzere en fazla aşınan numunedir (Şekil 5.76a). Yaklaşık 19,5 µm beyaz tabaka kalınlığına sahip 530 °C sıcaklıkta K_N : 3,2 nitrürleme potansiyeli ile gerçekleştirilen işlem sonucunda elde edilen yüzeyde ise aşınmanın daha az olduğu gözlemlenmektedir (Şekil 5.76b). T: 530 °C ve K_N : 0,2 işlem parametreleri ile gerçekleştirilen işlem ile elde edilen yüzeyde yapılan aşınma testi sonucunda ise iz genişliğinde dikkate değer bir azalma gözükmemektedir.

Aşınma yüzeylerinden daha büyük büyültmelerde alınan mikroskop görüntüleri Şekil 5.77'de gösterilmiştir.



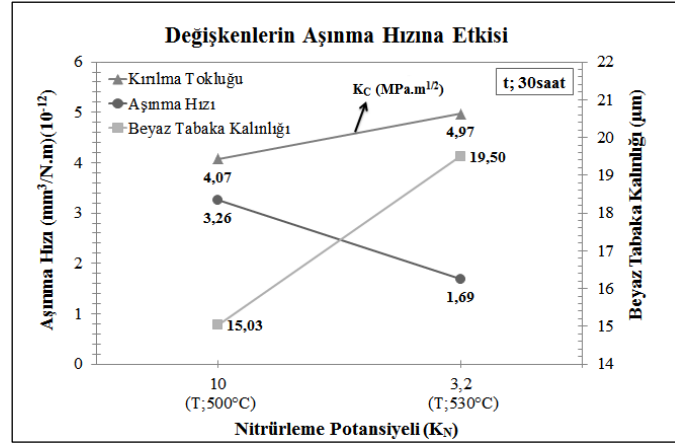
Şekil 5.77. Toplam 30 saat gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde (a), (b): Beyaz tabakasız numune yüzeyindeki aşınma bölgesi (c), (d): Beyaz tabakaya sahip numune yüzeylerindeki örnek aşınma bölgesi optik mikroskop görüntüleri (500x/1000x)

Şekil 5.77'de gösterildiği üzere, beyaz tabaka oluşumunun gerçekleştiği ve aşınmanın beyaz tabaka bölgesinde meydana geldiği tüm işlemler için aşınmış bölgelerde benzer çatlaklar tespit edilmiştir (Şekil 5.77c, d). 530 °C'de K_N : 0,2 nitrüleme potansiyeli ile nitrürlenmiş numunenin aşınma yüzeyinde ise çatlak oluşumu gözlemlenmemiştir (Şekil 5.77a, b).

Aşınan beyaz tabakalarda tespit edilen çatlaklar dikkate alındığında, beyaz tabakanın yaklaşık 430 MPa temas basıncı etkisinde kırılmış olması ve kopan aşınma ürünlerinin bilye ile yüzey arasına girerek üç gövdeli abrazif aşınmaya neden olduğu muhtemel gözükmemektedir. Beyaz tabakası aşınmış yüzeylerde oluşan derin abrazif yivler ve beyaz tabakasız yüzeyde elde edilen yüksek aşınma direnci de bu yaklaşımı doğrular niteliktedir. Alüminyum alaşımlı ticari çeliklerin, alüminyum bünyesinde barındıran γ' fazı ve ϵ fazından oluşan sertliği yüksek, tokluğu düşük ve gevrek yapıda bir beyaz tabaka oluşumuna neden olduğu bilinmektedir [35, 41, 57]. Dolayısıyla kuru ortamda ve yüksek temas basıncında yapılan aşınma testlerinde aşınma hızı, kırılma tokluğu ve beyaz tabaka kalınlığı arasında bir ilişki söz etmek mümkündür. Beyaz tabaka oluşumunun gerçekleştiği nitrüleme işlemleri arasında 530°C'de K_N : 3,2 nitrüleme potansiyeli ile 30 saat tek aşamalı nitrürlenmiş numunenin en düşük aşınma hızına sahip olduğu gözlemlenmiştir.

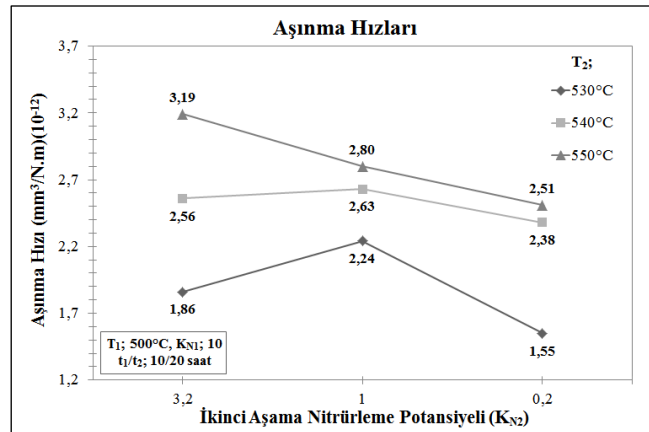
Tüm deneyler içerisinde aşınma hızı en düşük bulunan numunede yüzey sertliği 1109 HV₁'dir. Belirtilen sertlik değerine karşılık elmas piramit ucun batma derinliğinin yaklaşık 5,80 μm olduğu ve aşınma derinliğinin 2,39 μm olarak hesaplandığı dikkate alındığında, yüksek sertliğe sahip bölgenin yüksek aşınma direnci gösterdiği görülmektedir. Beyaz tabakasız numune yüzeyinde bazı bölgelerde yüzeyden içeriye doğru tespit edilen γ' nitrürlerinin yüksek yüzey sertliği ile birlikte aşınma direncini artırıcı yönde etki etmiş olması muhtemel gözükmemektedir. (Bkz. Şekil 5.40)

Şekil 5.78'de, nitrüleme potansiyelinin düşürülmesi ve işlem sıcaklığının artırılması ile daha kalın ve kırılma tokluğu daha yüksek elde edilen beyaz tabakanın aşınma hızına etkisi gösterilmiştir.



Şekil 5.78. Tek aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde nitrürlenme potansiyelinin ve sıcaklığının kırılma tokluğu ve beyaz tabaka üzerinde meydana getirdiği değişimin aşınma hızına etkisi

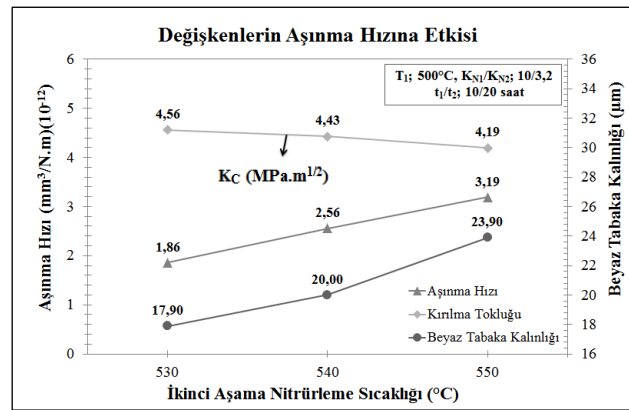
Lehrer diyagramına göre her iki nitrürlenme potansiyeli de beyaz tabaka içeriğindeki epsilon fazının ağırlıklı büyümesi için yüzeyde yeterli azot aktifliğini sağlamaktadır. Beyaz tabaka büyümesine rağmen kırılma tokluğundaki artış, nitrürlenme potansiyelinin düşürülmesi ile beyaz tabakadaki epsilon fazının içerdiği azot miktarının düşüşü ile gerçekleşmiştir. Artan tokluk değerine karşılık aşınma hızında gözlemlenen düşüş, artan bileşke tabaka tokluğunun aşınma direncini iyileştirdiğini göstermektedir. Beyaz tabakadaki azot konsantrasyonundaki artışın tabaka gevrekliğini arttırdığı düşünüldüğünde elde edilen sonuç tutarlı gözükmektedir.



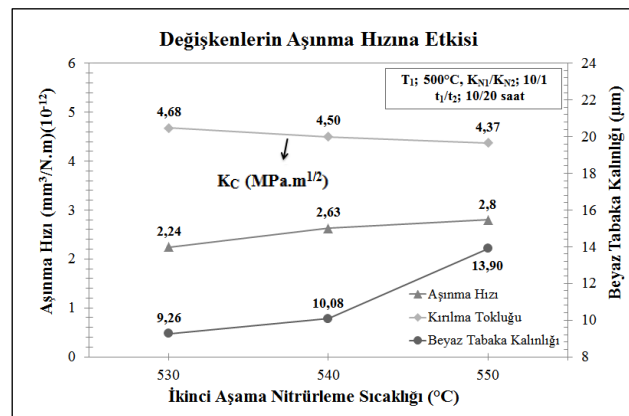
Şekil 5.79. Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrürlenme potansiyeli ve sıcaklığının aşınma hızına etkisi

Şekil 5.79'a göre aynı ikinci aşama nitrürlenme potansiyeli için artan ikinci aşama nitrürlenme sıcaklıkları, aşınma hızında artışa neden olmuştur. Sabit ikinci aşama nitrürlenme sıcaklığı için değişen ikinci aşama nitrürlenme potansiyelleri

değerlendirildiğinde, Lehrer diyagramına göre epsilon faz bölgesinde bulunan 3,2 değerindeki potansiyel 1'e düşürüldüğünde, ikinci aşama sıcaklıkları 530 °C ve 540 °C olan işlemler için aşınma hızında artış gözlemlenmiştir. İkinci nitrürleme aşama sıcaklığı 550 °C olan işlemde aynı nitrürleme potansiyeli değişimine bağlı olarak aşınma hızı, azalan nitrürleme potansiyeli ile düşmüştür. En düşük ikinci kırılma tokluğuna ve aşınma direncine sahip işlemin T_2 : 550 °C, K_{N2} : 3,2 işlem parametreleri ile yapılan çift aşamalı nitrürleme işlemi olduğu düşünüldüğünde, bulunan sonuçların tutarlı olduğu görülmektedir. Tüm iki aşamalı nitrürleme işlemleri için ikinci aşama nitrürleme potansiyelinin 0,2'ye düşmesi ile sabit ikinci aşama sıcaklığı için en iyi aşınma direnci elde edilmiştir. Belirtilen işlem parametreleri ile işlem görmüş numunelerin kırılma tokluğu ölçümlerinde yüzeyde çatlak tespit edilmemesi, tokluk değerlerindeki artışa bağlı olarak aşınma hızlarında düşüş gerçekleşmesini doğrulamaktadır.

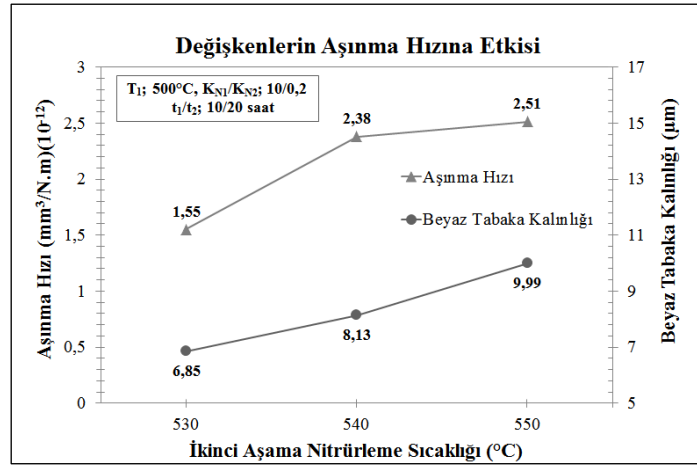


(a)



(b)

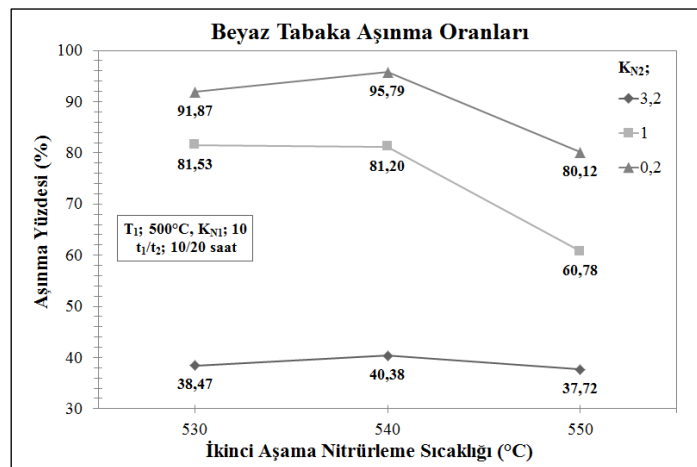
Şekil 5.80. Çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrürleme potansiyelinin ve sıcaklığının kırılma tokluğu ve beyaz tabaka kalınlığı üzerinde meydana getirdiği değişimin aşınma hızına etkisi (a), (b), (c)



(c)

Şekil 5.80. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığının kırılma tokluğu ve beyaz tabaka kalınlığı üzerinde meydana getirdiği değişimin aşınma hızına etkisi (a), (b), (c) (Devamı)

Şekil 5.80’de, çift aşamalı nitrüleme parametrelerinin ve işlemler ile elde edilen kırılma tokluğu ve beyaz tabaka kalınlığının aşınma hızına etkisi gösterilmiştir. Sabit ikinci aşama nitrüleme potansiyeli için artan ikinci aşama sıcaklığı sonucunda aşınma hızındaki artışın, beyaz tabaka kalınlığının artmasıyla ve aynı zamanda kırılma tokluğunun düşmesi ile doğru orantılı olduğu gözükmektedir. Çift aşamalı nitrüleme işlemleri karşılaştırıldığında, en düşük ikinci aşama nitrüleme sıcaklığı ve potansiyeli ile nitrülenen numunede elde edilen en az kalınlığa sahip olan beyaz tabaka ile en iyi aşınma direncinin elde edildiği görülmektedir. Kırılma tokluğundaki artışın ve beyaz tabaka kalınlığındaki azalmanın belirtilen aşınma şartlarında aşınmayı azaltıcı yönde etki ettiği görülmektedir.

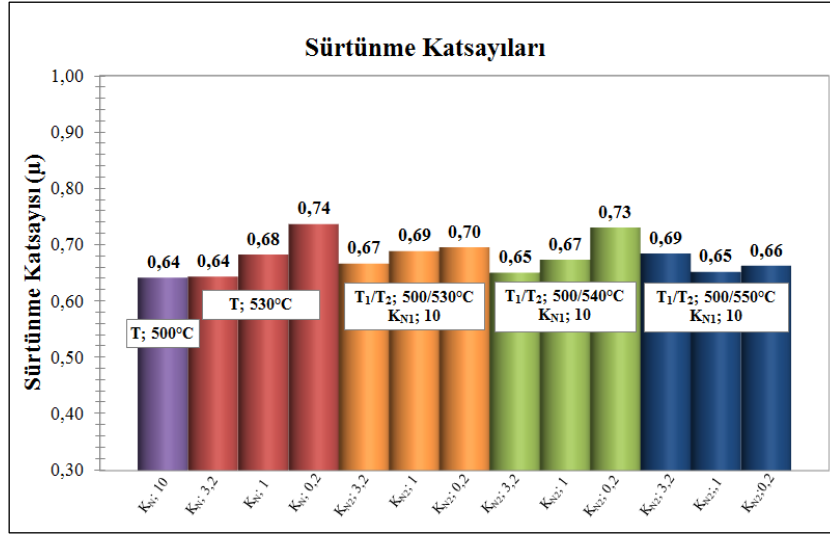


Şekil 5.81. Çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde çift aşamalı gaz nitrüleme yöntemi ile farklı işlem parametreleri sonucunda oluşan beyaz tabakaların aşınma yüzdeleri

Şekil 5.81’de, aşınma derinlikleri ve beyaz tabaka kalınlıkları dikkate alınarak aşınma testleri sonucunda numune yüzeylerindeki beyaz tabakaların aşınma oranları hesaplanmış ve grafiksel olarak karşılaştırılmıştır. Beyaz tabakanın aynı zamanda yüzeye yapılan bir kaplama olduğu varsayılırsa, işlem parametreleri ile istenilen kalınlıkta oluşturulan tabakanın aşınma testi sonucunda ne kadarının aşındığı ise farklı bir değerlendirme kriteri olarak alınabilmektedir. K_{N2} : 0,2 nitrürleme potansiyeli ile değişken sıcaklıklarda oluşan 6-10 μm arasındaki beyaz tabakanın % 80 ila % 96’sının aşındığı fakat K_{N2} : 3,2 nitrürleme potansiyeli ile yapılan nitrürlemede tabakanın % 35 ila % 40’ının aşındığı görülmektedir.

Daha düşük olan ikinci aşama nitrürleme potansiyeli ile nitrürlenmiş numune yüzeyinde aşınma daha yavaş gerçekleşse bile, aşınmanın difüzyon bölgesinde başlamasını en fazla geciktirecek olan, aynı zamanda kalınlığı yüksek ve aşınma hızı daha fazla olan yüksek ikinci aşama nitrürleme potansiyeli ile oluşturulmuş bir beyaz tabakadır.

Sürtünme katsayısı sonuçları ve değerlendirmeler: Tek ve çift aşamalı nitrürlemeler sonucunda elde edilen sürtünme katsayılarının birbirine yakın olduğu tespit edilmiş ve değerlerin 0,64 ila 0,74 arasında değiştiği gözlemlenmiştir. Aşınma testleri sırasında sürtünme katsayılarının sabit ve kararlı hale geçmediği gözlemlenmiştir. Dolayısıyla test cihazına ait yazılımın hesaplamış olduğu ortalama sürtünme katsayıları dikkate alınmıştır. En yüksek sürtünme katsayısının, en yüksek aşınma direncini gösteren gaz nitrürleme parametreleri ile elde edildiği tespit edilmiştir. Belirtilen parametreler ile nitrürlenmiş numunede beyaz tabaka oluşumu gözlemlenmediği için, sürtünme katsayısının yüksek elde edilmesi beklenen bir durumdur. Diğer numunelerde elde edilen daha düşük sürtünme katsayıları, beyaz tabakanın sürtünme katsayısını düşürdüğünü göstermektedir (Şekil 5.82).

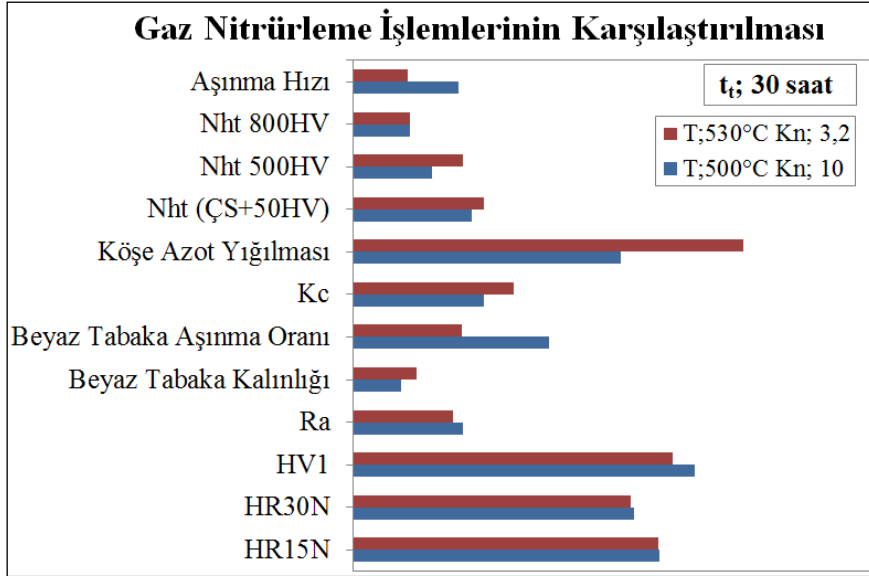


Şekil 5.82. Tek ve çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde aşınma testleri sonucunda ölçülen ortalama sürtünme katsayıları

Şekil 5.82’de görüldüğü üzere, tek ve çift aşamalı gaz nitrüleme işlemlerinde azalan nitrüleme potansiyeli sonucunda sürtünme katsayılarında artış eğilimi gözükmemektedir. ϵ nitrürünün sürtünme katsayısının, γ' nitrürüne göre daha az olduğu bilinmektedir [16, 24]. Azalan nitrüleme potansiyeli, beyaz tabaka bünyesindeki ϵ/γ' oranındaki azalmaya sebebiyet vereceği için, sürtünme katsayısının düşüş eğilimi tutarlı gözükmemektedir.

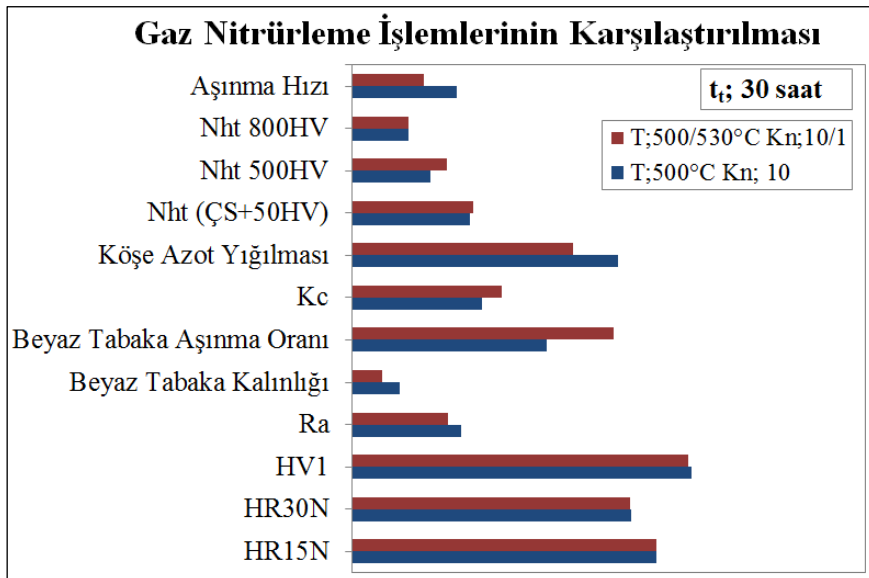
5.3. Gaz Nitrüleme Yöntemlerinin ve Sonuçlarının Karşılaştırılması

Tek ve çift aşamalı gaz nitrüleme deneyleri kapsamında yapılan test ve analiz sonuçları, aşağıdaki şekiller yardımı ile karşılaştırılmıştır. Bu bölümde yapılan karşılaştırmalar, aktif nitrüleme süresi toplam 30 saat olan tek ve çift aşamalı gaz nitrüleme işlemleri için seçilen parametrelerin 34CrAlNi7 çeliğinde geliştirdiği mekanik özelliklerin birbirleri ile kıyaslanmasını ve yorumlanmasını sağlamak için yapılmıştır. 30 saatlik aktif nitrüleme zamanına sahip işlem sonrası, nitrürlenmiş tabakada talep edilen mekanik özelliklere ulaşmak için doğru nitrüleme yöntemi ve uygun işlem parametrelerinin seçimindeki önem, yapılan karşılaştırmalar neticesinde vurgulanmak istenmiştir. Aşınma hızı karşılaştırmaları yaklaşık 430 MPa temas basıncı altında kuru ortam şartları için geçerlidir. Grafikler üzerinde bulunan boş sütunlar köşe yığılması ve beyaz tabaka için sıfır değerini, kırılma tokluğu için ise karşılaştırma yapılan işlemde daha yüksek bir değer olduğunu ifade etmektedir.



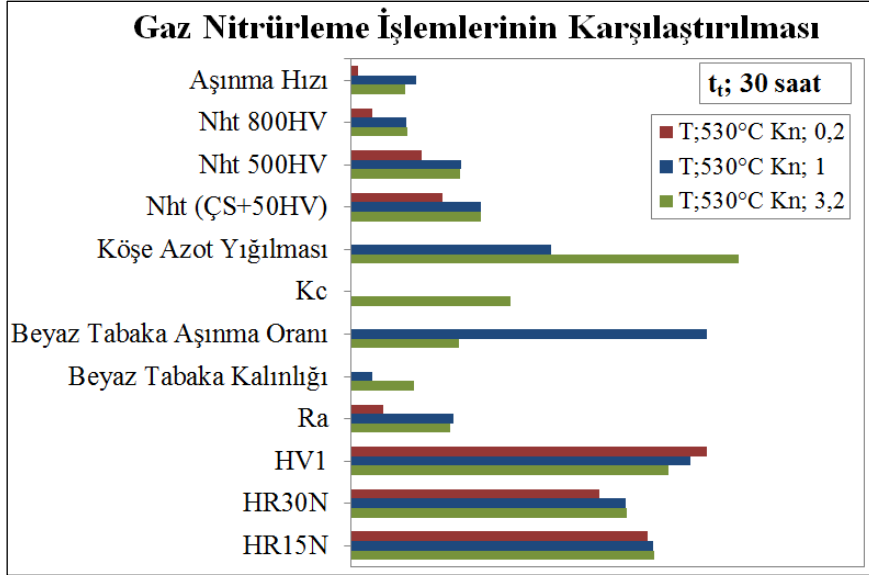
Şekil 5.83. Farklı işlem parametreleri ile toplam 30 saat tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması

Şekil 5.83'e göre, işlem sıcaklığının yükseltilmesi ve nitrüleme potansiyelinin düşürülmesi ile yüzey sertliklerinde azalma ve köşe azot yığılmasında artış kabul edilebilir sınır değerler arasında ise; parametrelerin değişimi ile aşınma direnci, kırılma tokluğu, efektif sertlik derinlikleri ve difüzyon derinliğinde artış sağlanacağı gözükmektedir.



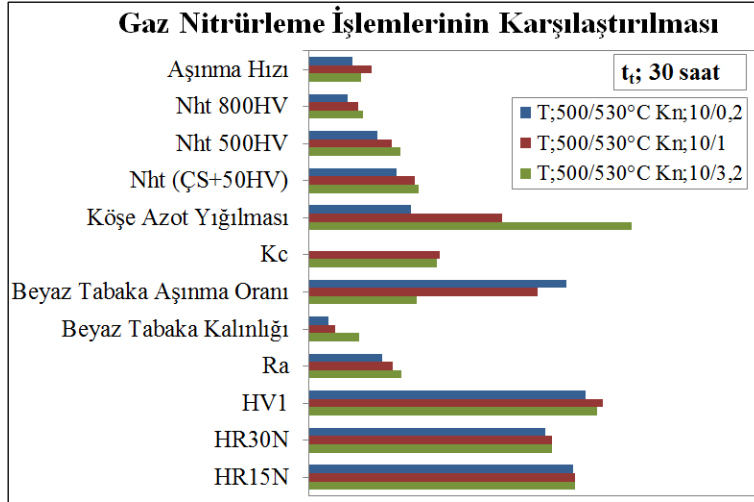
Şekil 5.84. Farklı işlem parametreleri ile toplam 30 saat tek ve çift aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması

Şekil 5.84'e göre gaz nitrüleme yönteminin tek aşamalıdan çift aşamalıya geçişi, ikinci aşamadaki sıcaklığın yükseltilmesi ve uygun nitrüleme potansiyeli seçimi ile yüzey sertliklerinde dikkate değer bir düşüş olmadan diğer tüm özelliklerde iyileşme sağlanacağı gözükmemektedir.



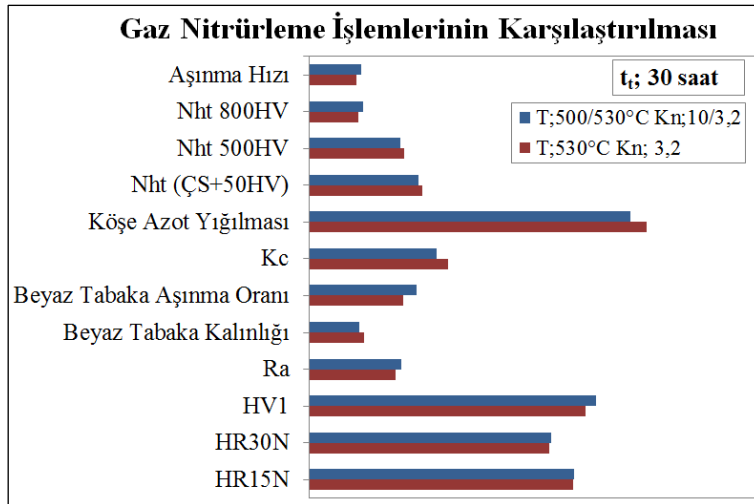
Şekil 5.85. 530 °C'de 30 saat farklı nitrüleme potansiyellerinde tek aşamalı gaz nitrülenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması

Şekil 5.85'e göre, tek aşamalı gerçekleştirilen nitrüleme işleminde nitrüleme potansiyelinin 3,2'den 1'e değişimi ile aşınma direncinde düşüşe karşılık, köşe azot yığılmasında ve kırılma tokluğunda iyileşme meydana geldiği ve diğer özelliklerin yakın değerlerde elde edildiği görülmektedir. Nitrüleme potansiyelinin 0,2'ye düşürülmesi ile aşınma direnci, kırılma tokluğu ve köşe azot yığılmasında yüksek oranda iyileşme gözlemlenirken, özellikle efektif sertlik derinlikleri ve HRN yüzey sertliklerinde düşüş görülmektedir.



Şekil 5.86. 500 °C ve 530 °C’de toplam 30 saat farklı ikinci aşama nitrüleme potansiyelleri ile çift aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması

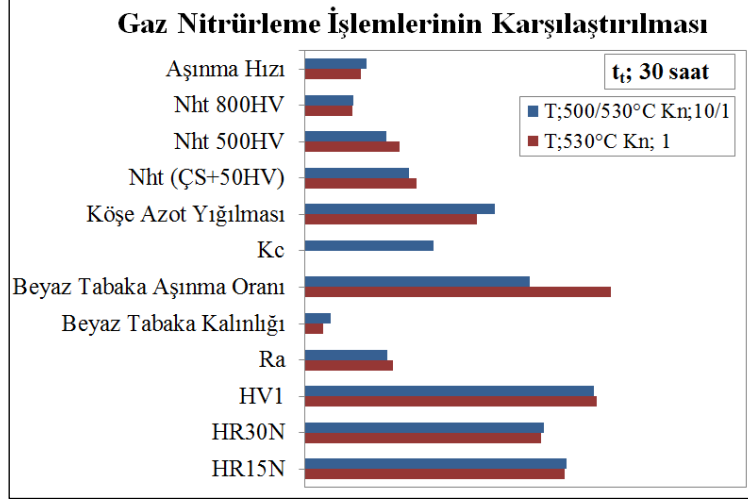
Şekil 5.86’ya göre çift aşamalı gerçekleştirilen nitrüleme işleminde ikinci aşama nitrüleme potansiyelinin değişimi ile efektif sertlik derinlikleri ve difüzyon derinliğinde düşüş gözlemlenirken, yüzey sertliklerinde belli oranda düşüş gerçekleşmiş fakat köşe azot yığılması, yüzey pürüzlülüğü, kırılma tokluğu ve aşınma direncinde iyileşme tespit edilmiştir.



Şekil 5.87. 500 °C ve 530 °C işlem sıcaklıkları için $K_N: 10$ ve $K_N: 3,2$ nitrüleme potansiyelleri kullanılarak tek ve çift aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması

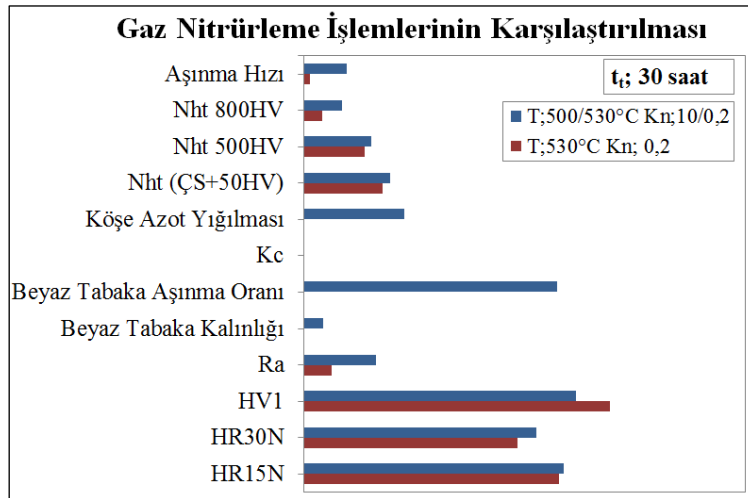
Şekil 5.87’ye göre, 530 °C’de 30 saat süre ile $K_N: 3,2$ nitrüleme potansiyelinde yapılan tek aşamalı nitrüleme işlemi, ilk aşaması 500 °C’de $K_N: 10$ nitrüleme potansiyelinde 10 saat ve ikinci aşaması 530 °C’de 3,2 değerindeki aynı nitrüleme

potansiyelinde 20 saat süre ile çift aşamalı olarak gerçekleştirilmiştir. Nitrüleme yönteminin değişimi ile tüm yüzey sertliklerinde artışa, köşe azot yığılması iyileşmesine ve 800 HV sertlik sınırı derinliğindeki artışa karşılık diğer özelliklerde düşüş meydana geldiği görülmektedir.



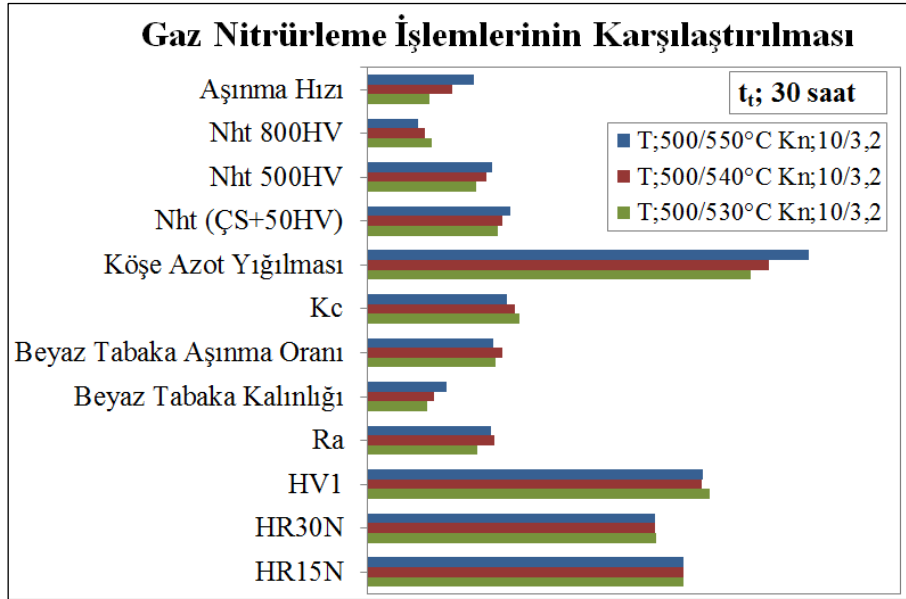
Şekil 5.88. 500 °C ve 530 °C işlem sıcaklıkları için K_N : 10 ve K_N : 1 nitrüleme potansiyelleri kullanılarak tek ve çift aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması

Şekil 5.88’de yapılan karşılaştırmaya benzer K_N : 1 nitrüleme potansiyeli için nitrüleme yöntemi değiştirildiğinde, Şekil 5.86 için de benzer yorumlar yapılabilir. Bu karşılaştırmada farklı olarak HRN yüzey sertliklerinde artışa bağlı olarak HV_1 sertliklerinde düşüş ve köşe azot yığılmasındaki artış dikkati çekmektedir.

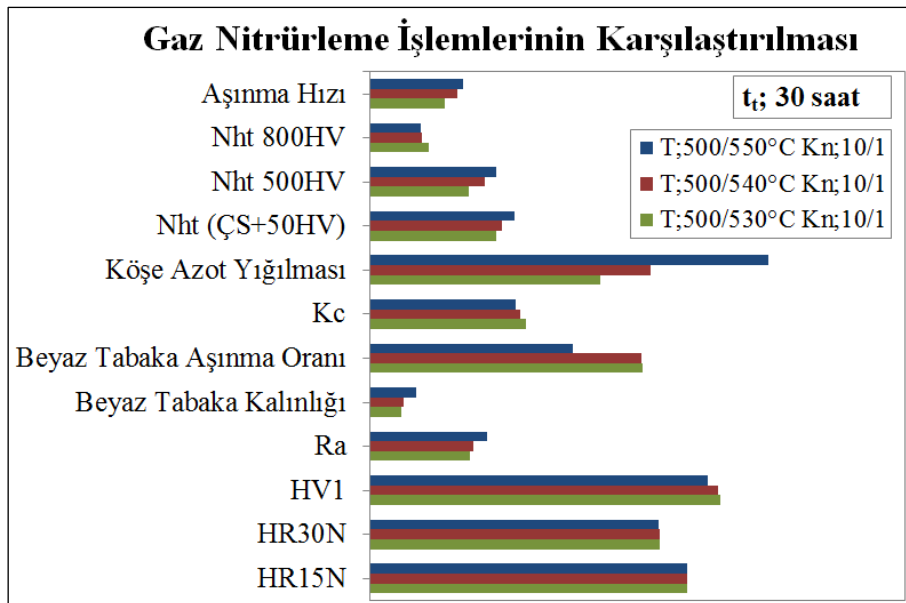


Şekil 5.89. 500 °C ve 530 °C işlem sıcaklıkları için K_N : 10 ve K_N : 0,2 nitrüleme potansiyelleri kullanılarak tek ve çift aşamalı gaz nitrülenen 34CrAlNi7 çeliğinde işlemler sonucunda geliştirilen özelliklerin karşılaştırılması

Şekil 5.89’da görüldüğü üzere 10 saat süre ile azot aktifliği yüksek gaz atmosferinde yapılan ilk aşama nitrürleme ile efektif sertlik derinlikleri, difüzyon derinliği ve HRN yüzey sertliklerinde önemli ölçüde artış gözlemlenirken, yüzey pürüzlülüğünde ve köşe yığılmasında artış, HV₁ yüzey sertliğinde ve aşınma direncinde önemli ölçüde düşüş görülmektedir.

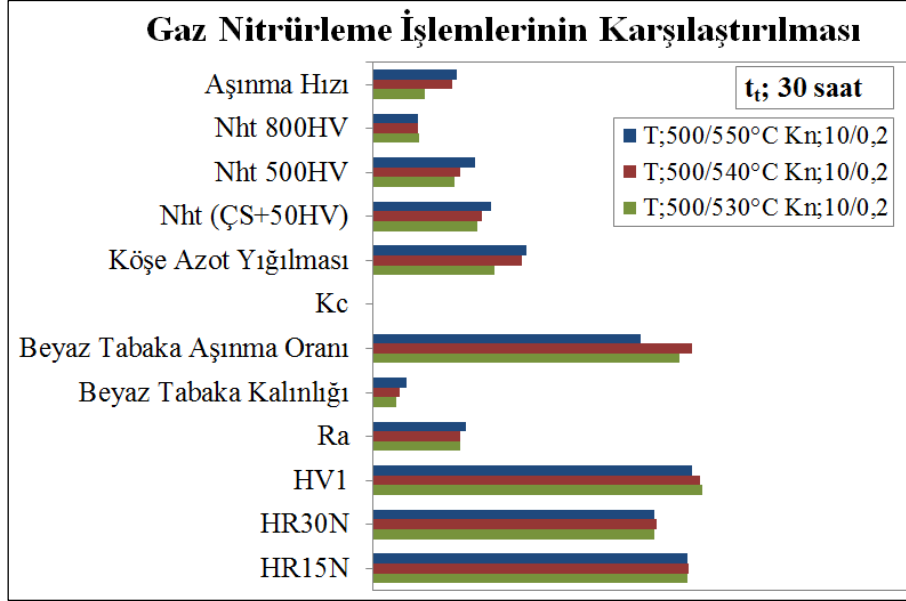


Şekil 5.90. K_N: 10 ve K_N: 3,2 nitrürleme potansiyelleri kullanılarak çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama sıcaklığının yükseltilmesi ile geliştirilen özelliklerdeki değişim ve karşılaştırma



Şekil 5.91. K_N: 10 ve K_N: 1 nitrürleme potansiyelleri kullanılarak çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama sıcaklığının yükseltilmesi ile geliştirilen özelliklerdeki değişim ve karşılaştırma

Şekil 5.90-91’de görüldüğü üzere ikinci nitrürleme aşama sıcaklığının yükseltilmesi ile aynı aktif nitrürleme süresi ve nitrürleme potansiyeli için HRN yüzey sertliklerinde bir düşüş olmadan 500 HV efektif sertlik derinliği ve difüzyon derinliğinde artış sağlanmış fakat 800 HV efektif sertlik derinliği, aşınma direnci ve kırılma tokluğunda düşüş meydana gelmiştir. Ayrıca köşe azot yığılması artmıştır.



Şekil 5.92. K_N : 10 ve K_N : 0,2 nitrürleme potansiyelleri kullanılarak çift aşamalı gaz nitrürlenmiş 34CrAlNi7 çeliğinde ikinci aşama sıcaklığının yükseltilmesi ile geliştirilen özelliklerdeki değişim ve karşılaştırma

Şekil 5.90-91’de yapılan karşılaştırmaya benzer K_N : 0,2 nitrürleme potansiyeli için ikinci aşama nitrürleme sıcaklığı değiştirildiğinde, Şekil 5.92 için de benzer yorumlar yapılabilir. Kırılma tokluk değerleri hesaplanamadığı için, ilgili sütunlar boş bırakılmıştır.

BÖLÜM 6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada TS EN 10085 standardına göre nitrülenebilen çelikler gurubunda olan 34CrAlNi7 çeliği için tek aşamalı ve çift aşamalı gaz nitrüleme deneyleri yapılmış olup, yöntem olarak K_N kontrollü gaz nitrüleme yöntemi seçilmiştir. Deneysel çalışmalardaki işlem parametreleri, L. Maldnzinski tarafından tekrar düzenlenen Lehrer diyagramı kullanılarak belirlenmiştir. Deneysel çalışmalar iki bölümde ele alınmış olup, birinci bölüm deneysel çalışmalar tek aşamalı gaz nitrüleme metodu, ikinci bölüm deneysel çalışmalar tek ve çift aşamalı gaz nitrüleme metodu kullanılarak yapılmıştır.

6.1. Birinci Bölüm Deneysel Çalışma Sonuçları ve İrdelemeler

Birinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamında 34CrAlNi7 çeliğinden üretilen numuneler sırasıyla 500 °C, 520 °C ve 540 °C işlem sıcaklıklarında ve her sıcaklık için sırasıyla 10, 20 ve 30 saat süre ile tek aşamalı gaz nitrüleme işlemine tabi tutulmuştur. Sıcaklık kademeleri için nitrüleme potansiyelleri sırasıyla 5,6, 4,9 ve 4,2 değerlerinde seçilmiştir. Her sıcaklık kademesi için Lehrer diyagramına göre seçilen nitrüleme potansiyeli, gaz nitrüleme işlemlerinde aynı yüzey azot konsantrasyonunu sağlayacak değerdedir. (Bkz. Şekil 4.3) 3 farklı sıcaklıkta ve 3 farklı sürede yapılan toplam 9 deneysel çalışma ile nitrülenmiş tabaka üzerinde kinetik çalışmalar yapılmış olup, aynı azot yüzey konsantrasyonu için işlem sıcaklığı ve süresindeki değişimin, nitrülenmiş tabaka özelliklerine etkisi incelenmiştir.

Yapılan kinetik çalışmalar sonucunda, azotun 34CrAlNi7 çeliğindeki difüzyon katsayıları 500 °C'de $1,03 \times 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{sn}$, 520 °C'de $1,11 \times 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{sn}$, 540 °C'de $1,40 \times 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{sn}$ olarak hesaplanmıştır. Difüzyon katsayılarının artan işlem sıcaklığı ile doğru orantılı olarak arttığı tespit edilmiştir.

Arrhenius denklemi kullanılarak yapılan kinetik çalışmalarda, azotun difüzyonu için gereken aktivasyon enerjisi 39.425 J/mol, difüzyon sabiti $4,66 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{sn}$ olarak bulunmuştur. Belirlenen değerlere göre 34CrAlNi7 çeliği için sıcaklığa bağlı difüzyon katsayısının hesaplanabileceği denklem Eşitlik 6.1'deki gibi elde edilmiştir.

$$D = 4,66 \times 10^{-6} \exp\left(\frac{-39.425}{RT}\right) \quad (6.1)$$

34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrürleme işlemi sırasında meydana gelen azot difüzyonunun düşük aktivasyon enerjisi ile gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Saf demirin nitrülenmesinde gereken aktivasyon enerjisi ise 77.900 J/mol olup, bu değer yaklaşık iki katı kadardır. Al ve Cr alaşımlı ticari çeliklerde gaz nitrürleme sonrasında yüzeyden 125 mikron derinliğe kadar olan difüzyon bölgesinde hesaplanan ağırlıkça azot miktarının % 2,6 ila % 1,8 arasında değiştiği farklı araştırmacılar tarafından tespit edilmiştir. Bu değer, saf demirin içerisinde çözüdürebileceği maksimum ağırlıkça % 0,1 olan azot miktarının yaklaşık 18 ila 26 katı arasında olması da dikkati çekmektedir. Al, çeliğin ostenitleme işlemi sırasında yüksek enerjili tane sınırlarına doğru yayılım gerçekleştirmekte ve sertleştirme işleminden sonra yoğunlukla bu bölgelerde birirmektedir. Tane sınırlarına yerleşen Al, gaz nitrürleme sırasında azotun alüminyumca zengin ve yüksek enerjili tane sınırları boyunca olan difüzyon eğilimini arttırmakta ve bazı durumlarda difüzyonun tane içi yerine öncelikli olarak tane sınırları doğrultusunda gerçekleşmesine neden olmaktadır. Alüminyum elementi ayrıca gaz nitrürleme sırasında çelik yüzeyinde oluşan $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ nitrürünü alaşımlamakta ve nitrürlerin $(\text{Fe}, \text{Al})_4\text{N}$ formunda oluşumuna neden olmaktadır. Al içerikli γ' nitrürler, difüzyon bölgesinde tane sınırlarına doğru ve kayma düzlemleri doğrultusunda lifli ve iğnesel yapıda yayılım gerçekleştirmekte ve bölgenin azot konsantrasyonunu önemli ölçüde arttırmaktadır.

% 1,01 oranında Al içeren 34CrAlNi7 çeliği gaz nitrürleme öncesi ıslah edilmiş yani sertleştirilmiş ve temperlenmiş bir çeliktir. Çeliğe yapılan ostenitleme işlemi sırasında tane sınırlarının alüminyumca zengin hale gelmiş olduğu muhtemeldir. Tüm bu oluşumlar dikkate alındığında, 34CrAlNi7 çeliğinin gaz nitrülenmesi sırasında azotun, düşük aktivasyon enerjisi ile yüksek enerjili tane sınırları öncelikli olarak difüzyonun gerçekleştiği tespit edilmiştir.

Gaz nitrüleme işlemleri sonrasında beyaz tabaka kalınlıkları 4,38 μm ila 28,80 μm arasında elde edilmiş, beyaz tabaka büyüme hızları ve büyüme ivmeleri hesaplanmıştır. Aynı azot yüzey konsantrasyonu için, artan gaz nitrüleme sıcaklığının beyaz tabaka büyüme hızında ve ivmesinde artışa, artan gaz nitrüleme süresinin ise düşüğe neden olduğu tespit edilmiştir (Tablo 5.6). Artan işlem sıcaklığı ve süresi, yüzeyde beyaz tabaka oluşumunu ve büyümesini mümkün kılacak nitrüleme potansiyelinin seçilmesi şartıyla tabaka kalınlığını arttırmaktadır.

Nitrülenmiş tabakalarda yapılan metalografik incelemelerde, tüm deneylerde tane sınırı nitrür ağlarının oluştuğu, işlem süresinde ve sıcaklığında gerçekleşen artış ile yoğunluğunun arttığı gözlemlenmiştir. 34CrAlNi7 çeliğinde, tane sınırlarına çökelen γ' -Fe₄N nitrürlerin oluşumunun ve yoğunluğunun nedeni, seçilen nitrüleme potansiyellerinin yüzeyde oluşturduğu yüksek azot konsantrasyonu, alüminyumun etkisi ile azotun tane sınırları boyunca difüzyon eğilimi ve bölgelerde demir nitrür çökeltilerini oluşturmasıdır. Bu oluşum, difüzyon bölgesinde taneler arası gevrekliği arttırmakta ve difüzyon bölgesindeki tokluğu düşürmektedir.

Mikrosertlik ve difüzyon derinliği incelemelerine göre, en yüksek difüzyon derinliği 540 °C'de 30 saat süre ile yapılan işlem ile elde edilmiştir. İşlem sıcaklığının ve işlem süresinin artışı, difüzyon ve sertleşme derinliğini arttırmıştır. Artan difüzyon derinliğine bağlı artan azot konsantrasyonu, yeni kompleks nitrürlerin oluşumunu ve çökmesini mümkün kılmış ve sertleşme derinliğinin artmasına sebebiyet vermiştir. 520 °C ve 540 °C'de yapılan işlemlerde artan nitrüleme süresine bağlı olarak yüzeye yakın bölgede mikrosertlik değerlerinin düştüğü tespit edilmiştir. 500 °C'de yapılan işlemde ise difüzyon bölgesinde elde edilen mikrosertlikler artan nitrüleme süresine bağlı tüm derinliklerde artış göstermiştir. Kısa nitrüleme sürelerinde yüzeye yakın bölgede elde edilen yüksek azot konsantrasyonu, işlem sıcaklığının etkisi ile artan difüzyon hızına bağlı çekirdeğe doğru yayılım göstermektedir. Bölgesel azot konsantrasyonu sertleşebilirlik ile ilişkili olduğundan, işlem sıcaklığının artışı ile yüzeye yakın bölgedeki sertlik düşüşünün nedeni bu şekilde açıklanmaktadır. Aynı işlem süreleri için artan gaz nitrüleme sıcaklığının sertleşme derinliğini arttırdığını fakat 200 μm derinliğe kadar olan bölgedeki mikrosertliklerde önemli ölçüde düşüğe neden olduğu gözlemlenmiştir. Düşük işlem sıcaklıkları, difüzyon bölgesinde alaşım

elementlerinin oluşturduğu nitürlerin daha ince taneli ve daha küçük boyutta çökmesini sağlamak ve boyutlarındaki büyümeyi kısıtlamaktadır. Dolayısıyla işlem sıcaklığının artışı ile yüzeye yakın bölgede daha büyük boyutta oluşan ve çökelen nitürler sertlik düşüşüne sebep olmuştur. Ayrıca artan difüzyon hızı, yüzeye yakın bölgedeki azot konsantrasyonunun çekirdeğe doğru yayılımını sağlayacağından dolayı, sertliklerdeki düşüşün diğer bir nedeni bu şekilde açıklanmaktadır.

Efektif sertlik derinliği ölçümlerine göre, en yüksek Nht 500HV ve Nht 700HV sınır sertlik derinlikleri 540 °C'de 30 saat süre ile yapılan gaz nitürleme işlemi sonucunda elde edilmiştir. En yüksek Nht 800HV sınır sertlik derinliği 520 °C'de, en yüksek Nht 900HV sınır sertlik derinliği ise 500 °C'de 30 saat süre ile yapılan gaz nitürleme işlemleri sonucunda elde edilmiştir. 540 °C'de yapılan işlemde, artan nitürleme süresi 800 HV ve 900 HV efektif sertlik derinliğini değiştirmemektedir.

34CrAlNi7 çeliği için, 10 saat süre ile yapılan nitürleme işlemlerinde işlem sıcaklığının yükselmesi ile 800 HV sertleşebilirlik sınırı yükselmektedir. 20 saat ve 30 saat süre ile gerçekleştirilen işlemlerde ise, 520 °C işlem sıcaklığına kadar sınır sertlik derinliği artmakta fakat sıcaklığın 540 °C'ye yükselmesi ile birlikte efektif sertlik derinliğinde düşüş meydana gelmektedir. 540 °C'ye kadar olan işlem sıcaklıklarında 800 HV efektif sertlik derinliğinin yükselen sıcaklığa bağlı olarak sürekli artışını sağlayan işlem süresinin 10 saat olduğu görülmüştür. 10 saatin üzerinde yapılan nitürleme işlemleri için sertliğin elde edildiği difüzyon derinliğini azaltıcı yönde etki edecek kritik sıcaklıkların, 520 °C ve üzerinde yapılan nitürleme sıcaklıkları olduğu tespit edilmiştir.

500 °C ve 520 °C'de yapılan gaz nitürleme işlemleri, artan süre ve artan sıcaklık ile 900 HV sertliğin elde edildiği difüzyon derinliğini arttırmaktadır. 20 saat ve 30 saat süre ile yapılan işlemlerde ise artan nitürleme sıcaklığı her iki süre için 900 HV efektif sertlik derinliğini azaltmaktadır. 10 saat süre ile yapılan gaz nitürleme işlemlerinde artan işlem sıcaklığının, efektif sertlik sınırını önemli ölçüde değiştirmedeği tespit edilmiştir. 10 saatin üzerinde yapılan nitürleme işlemlerinde

900 HV efektif sertlik derinliğini azaltıcı yönde etki edecek kritik sıcaklıkların, 500 °C'nin üzerinde yapılan işlem sıcaklıkları olduğu tespit edilmiştir.

Gaz nitrüleme işlemleri sonrasında HV₁ yüzey sertlikleri 975 ila 1132 değerleri arasında elde edilmiştir. En yüksek HV₁ yüzey sertliği, 500 °C'de 10 saat süre ile yapılan gaz nitrüleme işlemi sonucunda 4,38 µm değerindeki en düşük beyaz tabaka kalınlığına sahip yüzeyde, en düşük HV₁ sertlik ise 540 °C'de 30 saat süre ile yapılan gaz nitrüleme işlemi sonucunda 28,80 µm değerindeki en yüksek beyaz tabaka kalınlığına sahip yüzeyde elde edilmiştir. 34CrAlNi7 çeliğinde, artan işlem sıcaklığı ve artan işlem süresi, HV₁ yüzey sertliğini düşürmektedir. Yüzey sertliklerindeki değişim, beyaz tabaka kalınlığı ve karakteristiği ile ilgilidir. Ölçülen sertlik değerlerine göre vickers ucun batma derinliği 5,78 µm ila 6,23 µm arasında hesaplanmıştır. Batma derinliği sonuçları sertlik ölçümlerinin beyaz tabakadan alındığını göstermektedir. Tüm deneylerde seçilen nitrüleme potansiyeli Lehrer diyagramına göre epsilon faz bölgesinde bulunmakta, ε-Fe₂₋₃N ve γ'-Fe₄N nitrürlerini içeren çift fazlı bileşke tabakanın yüzeyde oluşmasını ve ε fazı ağırlıklı büyümesini sağlayacak azot denge konsantrasyonunu yüzeyde oluşturmaktadır. Beyaz tabaka içerisinde hacimce ε/γ' faz oranının artışı ise tabaka tokluğunu azaltmaktadır. Beyaz tabaka bünyesinde ε nitrürün γ' nitrürü üzerinde olduğu dikkate alındığında, artan gaz nitrüleme işlem süresi ve sıcaklığı ile birlikte artan beyaz tabaka kalınlığı için ε/γ' oranı artmakta ve sertlik ölçümlerinin alındığı derinlik ağırlıklı olarak ε faz bölgesine denk gelmektedir. ε, γ' nitrürüne göre azot içeriği daha yüksek, daha kırılğan ve daha pürüzlü bir yapıya sahiptir. Metalografik incelemelerde de beyaz tabakada artan kalınlık ile yüzeye paralel çatlakların artışı dikkati çekmiştir ve daha kalın oluşan tabakalarda, sertlik izi etrafındaki radyal çatlakların artmış olduğu gözlemlenmiştir. Çelik, alüminyum alaşımlı olduğundan ayrıca yüzeyde gevrek ve kırılğan bir beyaz tabaka karakteristiği oluşturmaktadır. Dolayısıyla 34CrAlNi7 çeliğinde gaz nitrüleme sonucunda artan sıcaklığa ve süreye bağlı kalınlaşan ve ε/γ' faz oranı artan beyaz tabaka, epsilon faz bölgesinde seçilen nitrüleme potansiyelleri için HV₁ sertliklerin süre ve sıcaklık artışına bağlı düşmesine sebebiyet vermektedir. 500 °C'de ve 540 °C'de benzer kalınlıkta elde edilen tabakalarda aynı sertliklerin bulunması da bu sonucu doğrulamaktadır.

HRN yöntemi kullanılarak alınan yüzey sertliklerinde, HV₁ sertliklere göre farklı bir davranış mevcuttur. HRN yöntemi ile alınan sertlikler, ölçüm yüklerinin daha büyük olması nedeni ile yüzeye yakın difüzyon bölgesinden alınan yüzey sertliğini tanımlamaktadır. Dolayısıyla 34CrAlNi7 çeliğinde yapılan nitrüleme işlemlerinden sonra ölçülen HRN yüzey sertlikleri, difüzyon bölgesinde yüzeye yakın bölgenin sertleşebilirliği ve sertleşme derinliği ile ilgili olup ölçülen yüzey sertliklerinin yükselmesinin, difüzyon bölgesindeki mikrosertliklerin ve sertlik derinliğinin yükselmesi ile ilgili olduğu tespit edilmiştir. 15 kg yük ile alınan HR15N yüzey sertlikleri, işlem süresinin artışı ile 500 °C işlem sıcaklığı için artmakta, 520 °C işlem sıcaklığı için değişmemekte ve 540 °C işlem sıcaklığı düşüş göstermektedir. Aynı işlem parametreleri ile 500 °C’de nitrülenmiş yüzeylerde artan nitrüleme süresi ile HV₁ sertlikleri azalmış fakat HR15N sertlikleri yükselmiş ve işlemler arasında en yüksek HR15N sertliği olan 95,1, 30 saat nitrüleme işlemi sonucunda elde edilmiştir. Benzer davranışlar ve değişimler HR30N ve HR45N sertlikler için de tespit edilmiştir. Tablo 5.7-5.10’da verilmiş sonuçlara ve yorumlamalara istinaden, 34CrAlNi7 çeliğinin nitüleme işleminden sonra nitrülenmiş tabakanın yüzey sertliğini tanımlarken ölçüm yönteminin ve ölçüm yükünün önemi tespit edilmiştir. Nitrülenmiş yüzeyde ısıl işlem sonrasında gereksinim duyulan yüzey sertliğin hangi bölgede ve ne kadar derinlikte olması gerektiği önemlidir.

Ra yüzey pürüzlülük ölçümlerine göre, tüm işlemlerde pürüzlülük değerleri 0,28 µm ila 0,33 µm arasında ve birbirine çok yakın değerlerde elde edilmiştir. Beyaz tabaka bünyesindeki ε nitrürün içerdiği azot miktarındaki artış, yüzey pürüzlülüğünü arttırmaktadır. Deneysel çalışmalarda, Lehrer diyagramına göre uygun ve doğru seçilen nitrüleme potansiyelleri ise her sıcaklık için yüzey ile atmosfer arasındaki denge azot konsantrasyonunu ya da diğer bir ifade ile beyaz tabaka bünyesindeki ε nitrürü içerisinde çözünmüş azot miktarını aynı değerde tutmuştur. Dolayısıyla artan işlem sıcaklığına bağlı olarak 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme atmosferi Lehrer diyagramına göre doğru seçilecek nitrüleme potansiyelleri ile nitrülenmiş tabaka yüzeyindeki pürüzlülüğün aynı değerlerde elde edilebileceği tespit edilmiştir.

6.2. İkinci Bölüm Deneysel Çalışma Sonuçları ve İrdemeler

İkinci bölüm deneysel çalışmalar kapsamında 34CrAlNi7 çeliğinden üretilen numuneler tek ve çift aşamalı nitrüleme yöntemleri kullanılarak gaz nitrülenmiştir. Tek aşamalı gaz nitrüleme işlemleri, 500 °C'de K_N : 10 nitrüleme potansiyelinde ve 530 °C'de sırasıyla 3,2, 1 ve 0,2 değerlerindeki nitrüleme potansiyelleri seçilerek 30 saat süre ile yapılmıştır. Tüm çift aşamalı nitrüleme deneylerinin ilk nitrüleme aşaması 500 °C sıcaklıkta K_N :10 nitrüleme potansiyelinde 10 saat süre ile gerçekleştirilmiştir. İkinci nitrüleme aşamaları sırasıyla 530 °C, 540 °C ve 550 °C işlem sıcaklıklarında ve her sıcaklık aşamasında sırası ile 3,2, 1 ve 0,2 değerlerindeki nitrüleme potansiyelleri kullanılarak 20 saat süre ile gerçekleştirilmiştir. Tüm deneylerdeki aktif nitrüleme süresi sabit ve 30 saat olup, işlem parametreleri ve nitrüleme yöntemi değişikliği yapılarak elde edilen sonuçlar incelenmiş ve karşılaştırılmıştır. Tüm işlem sıcaklıkları için, Lehrer diyagramına göre seçilen 10 ve 3,2 değerindeki nitrüleme potansiyelleri diyagramda ϵ bölgesinde bulunmakta, ϵ -Fe₂₋₃N ve γ' -Fe₄N nitrürlerini içeren çift fazlı bileşke tabakanın yüzeyde oluşmasını ve ϵ fazı ağırlıklı büyümesini sağlamaktadır. K_N : 1 değerindeki nitrüleme potansiyeli diyagrama göre γ' bölgesinde bulunmakta ve sadece γ' -Fe₄N nitrürün yüzeyde oluşmasını ve büyümesini sağlayacak azot konsantrasyonunu yüzeyde oluşturmaktadır. K_N : 0,2 değerinde seçilen nitrüleme potansiyeli diyagrama göre α bölgesinde bulunmakta ve yüzeyde demir nitrür oluşumunu sağlamadan sadece difüzyon bölgesi için gerekli azot konsantrasyonunu sağlayacak değerdedir. (Bkz. Şekil 4.6)

X-ışınları difraksiyon analiz sonuçlarına göre, 34CrAlNi7 çeliğinde 500 °C'de K_N : 10 nitrüleme potansiyelinde ve 530 °C'de K_N : 3,2 nitrüleme potansiyelinde gerçekleştirilen tek aşamalı gaz nitrüleme işlemleri sonucunda, yüzeyde oluşan beyaz tabakanın çift fazlı ve ϵ -Fe₂₋₃N ve γ' -Fe₄N nitrürlerini içeren yapıda olduğu tespit edilmiştir. 530 °C'de nitrüleme potansiyelinin 1'e düşürülmesi ile bileşke tabakanın sadece γ' -Fe₄N nitrüründen oluşan tek fazlı yapıda olduğu tespit edilmiştir. Nitrüleme potansiyelinin 0,2'ye düşürülmesi ile beyaz tabakasız ve sadece difüzyon bölgesinden oluşan bir tabaka elde edilmiştir. Beyaz tabakasız numune üzerinde yapılan metalografik incelemelerde yüzeyin bazı bölgelerinde ve az

oranda yüzeyden difüzyon bölgesine doğru γ' nitrür çekirdeklenmelerinin olduğu tespit edilmiştir. XRD sonuçlarında beyaz tabaka yüzeyinde elde edilen çok düşük şiddetteki γ' pikleri de bu sonucu doğrulamaktadır. Lehrer diyagramına göre seçilen nitrürleme potansiyelleri ile elde edilmesi beklenen tabaka karakteristikleri, deneysel çalışma sonuçları ile tutarlılık göstermiştir. 0,2 nitrürleme potansiyelinde yüzeyde gerçekleşen γ' nitrür çekirdeklenmesinin, nitrürleme sıcaklığına ısıtma sırasında meydana gelen kontrolsüz ve yüksek değerdeki nitrürleme potansiyelleri sonucunda olduğu sonucuna varılmıştır. Çift aşamalı nitrürleme işlemleri sonucunda yüzeyde oluşan beyaz tabakaların hepsinin çift fazlı ve ϵ -Fe₂₋₃N ve γ' -Fe₄N nitrürlerini içeren karakteristikte olduğu tespit edilmiştir. İlk aşamada yüksek nitrürleme potansiyeli ile yapılan nitrürleme sonucunda, azot konsantrasyonu ve ϵ/γ' oranı yüksek çift fazlı bir bileşke tabaka oluşmuştur. İkinci aşamada seçilen daha düşük nitrürleme potansiyelleri, atmosfer ile yüzey arasında oluşan yeni termodinamik dengeye bağlı olarak yüzeydeki denge azot konsantrasyonunun azalmasına bağlı tabaka bünyesindeki γ'/ϵ oranının artmasını, ϵ nitrürün atmosfere doğru ayrışmasını ve aynı zamanda γ' nitrüre dönüşümünü sağlamıştır. XRD sonuçlarına göre tüm ikinci aşama sıcaklıklarında azalan nitrürleme potansiyeli ile yüzeyden alınan γ' piklerinin şiddetindeki artış ve ϵ piklerinin şiddetindeki azalış, $\epsilon \rightarrow \gamma$ dönüşümünü ve γ'/ϵ oranındaki artışı doğrulamaktadır.

Tek ve çift aşamalı gaz nitrürleme işlemleri sonucunda oluşan beyaz tabaka kalınlıkları 6,50 μm ile 23,90 μm arasında elde edilmiştir. 530 °C'de 3,2 nitrürleme potansiyeli ile 19,50 μm kalınlığında oluşan beyaz tabaka, nitrürleme potansiyelinin 1'e düşürülmesi ile 6,50 μm kalınlığında oluşmuş, 0,2 nitrürleme potansiyelinde ise oluşmamıştır. Tek aşamalı gerçekleştirilen işlemde nitrürleme potansiyelinin değişimi ile istenilen kalınlıkta ve faz bileşiminde beyaz tabaka oluşturulabileceği ve tamamen beyaz tabakasız bir yüzey elde edilebileceği tespit edilmiştir. 500 °C'de K_N : 10 nitrürleme potansiyelinde 10 saat sonucunda elde edilen 8,54 μm kalınlığındaki tabaka, çift aşamalı nitrürleme işlemleri için aynı zamanda ikinci aşama öncesindeki beyaz tabaka kalınlığıdır. Lehrer diyagramında epsilon faz bölgesinde bulunan nitrürleme potansiyeli K_N : 3,2, ilk aşamada oluşturulan 8,54 μm kalınlığındaki beyaz tabakanın, artan sıcaklığa ve süreye bağlı olarak yaklaşık üç katına kadar büyümesine neden olmuştur.

İkinci aşama nitrürleme potansiyelinin 1'e düşürülmesi ile ilk aşamada oluşturulan tabaka kalınlığı artmış fakat artan sıcaklıkla birlikte az oranda bir büyüme sergilemiştir. Seçilen nitrürleme potansiyelinin Lehrer diyagramına göre γ' faz bölgesinde olması ve tek fazlı γ' -Fe₄N nitrür oluşumunu ve büyümesini sağlayacak azot kimyasal potansiyeline sahip olması, ilk aşamada oluşan ϵ nitrürlerin γ' nitrüre dönüşümünü ve aynı zamanda da atmosfere doğru ayrışmasını sağlamış ve tabakanın az oranda büyümesine neden olmuştur. İkinci aşama nitrürleme potansiyelinin 0,2'ye düşürülmesi ile ilk aşamada oluşan beyaz tabaka kalınlığının, 530 °C ve 540 °C ikinci aşama sıcaklıklarında azaldığı, 550 °C'de ise az miktarda arttığı tespit edilmiştir. 0,2 değerindeki nitrürleme potansiyeli, çelik yüzeyinde oluşan ϵ ve γ' nitrürlerini kararsız hale getirmekte, atmosfere ve difüzyon bölgesine doğru ayrışma ve yayılım davranışı göstermesine sebep olmaktadır. Dolayısıyla başlangıçta 8,54 μm değerindeki beyaz tabaka kalınlığı, ikinci aşamada α bölgesinde seçilen 0,2 değerindeki nitrürleme potansiyeli ile azaltılabilmektedir. İkinci aşama işlem süresinin uzatılması ile beyaz tabakanın tamamen ayrışması beklenen bir durumdur. Elde edilen sonuçlara göre, 34CrAlNi7 çeliği için yapılan çift aşamalı nitrürleme yöntemi sonucunda ikinci aşamada seçilen nitrürleme potansiyeli ile beyaz tabaka kalınlığı istenilen değerlerde oluşturulabilmekte ve tabaka bünyesindeki ϵ/γ' oranı değiştirilebilmektedir.

Yapılan metalografik incelemelerde, tek ve çift aşamalı gaz nitrürleme işlemleri sonucunda difüzyon bölgesinde yapılan incelemelerde, 530 °C'de K_N : 0,2 nitrürleme potansiyelinde 30 saat süre ile yapılan işlem dışında diğer tüm deneyler için tane sınırı nitrür ağlarının oluşumu gözlemlenmiştir. 34CrAlNi7 çeliğinde, Lehrer diyagramına göre γ' faz bölgesinde bulunan ve düşük bir nitrürleme potansiyeli olan K_N : 1 değerinde dahi tane sınırı nitrür çökeltileri oluşmuştur. Nitrür ağlarının oluşumu Al alaşımının tane sınırı nitrür oluşumuna etkisi ile ilgilidir. Aynı zamanda beyaz tabaka oluşumunu gösteren tüm gaz nitrürleme deneylerinde elde edilen karakteristik bileşke tabaka, difüzyon bölgesine doğru dallanmış şekilde büyüme gösteren γ' -Fe₄N ve aynı zamanda Al içerikli γ' -(Fe, Al)₄N nitrürlerini içermektedir. Özellikle 15 μm kalınlığın üzerinde elde edilen beyaz tabakalarda, yüzeye paralel ve tane sınırları doğrultusunda yoğun çatlak oluşumu gözlemlenmiştir. Düşük tabaka kalınlığına sahip yüzeylerde dahi bölgesel çatlak oluşumları tespit edilmiştir. Bu

sonuç, 34CrAlNi7 çeliğinde oluşan beyaz tabakanın gevrek bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir.

Lehrer diyagramına göre α faz bölgesinde seçilen ikinci nitrürleme potansiyeli ile 20 saat yapılan ikinci gaz nitrürleme aşamaları sonucunda, artan ikinci nitrürleme sıcaklığına bağlı derinleşen ve % 3'lük nital çözültisi ile yapılan dağlama işlemine difüzyon bölgesine göre daha farklı tepki gösteren ve yüzeye yakın bir geçiş bölgesi olduğu gözlemlenmiştir. Geçiş bölgesinde birinci nitrürleme aşamasında varolan nitrür ağlarının ayrışması, tane sınırlarının belirgin olarak görülmesi ve dağlama sonucunda nitrürlenmemiş bir mikroyapı karakteristiği gözlemlenmesi, 0,2 nitrürleme potansiyeli ile gerçekleştirilen çift aşamalı nitrürleme işlemlerinde yüzeye yakın bölgede azot konsantrasyonunun önemli ölçüde düştüğünü göstermiştir. Difüzyon bölgesinde ölçülen mikrosertliklerdeki önemli ölçüdeki düşüş bu sonucu doğrulamaktadır.

Difüzyon bölgesinde yapılan mikrosertlik ölçümlerine göre, 530 °C'de yapılan tek aşamalı nitrürleme işlemlerinde, 3,2 ve 1 değerindeki nitrürleme potansiyelleri, difüzyon bölgesindeki sertleşebilirliğe aynı oranda etki etmektedir. Nitrürleme potansiyelinin 0,2 olarak seçildiği durumda ise difüzyon bölgesindeki sertlikler fark edilebilir oranda azalmaktadır. Seçilen düşük nitrürleme potansiyeli, çelik için sadece α fazının bünyesinde çözüdürebileceği azot miktarını sağlamakta ve aynı zamanda yüzeyde bileşke tabakanın oluşmamasına neden olmaktadır. Alüminyum alaşımlı çeliklerde difüzyon bölgesindeki sertleşme için gerekli toplam azot miktarı, matris içerisinde çözünen azot dışında alaşım elementlerinin nitrür oluşumu için ihtiyaç duyduğu azot miktarını da içermektedir. Literatürde yapılan çalışmalarda bölgedeki azot ihtiyacının ağırlıkça % 2,6 değerine kadar yükseldiği dikkate alındığında; difüzyon bölgesindeki sertliklerin düşük elde edilmesi, nitrürleme potansiyeline bağlı difüzyon bölgesinin ihtiyacı olan azot miktarının altında azot alımı ve difüzyon bölgesindeki azot konsantrasyonundaki düşüşün nitrür oluşum oranına ve sertleşmeye etkisi ile gerçekleşmiştir.

İkinci aşama nitrürleme potansiyelleri 3,2 ve 1 seçilen iki aşamalı nitrürlemelerde, aynı ikinci aşama nitrürleme sıcaklığı için benzer mikrosertlik eğrileri elde

edilmektedir. İkinci nitürleme potansiyelinin 1'den 3,2'ye artması ile elde edilen tabakaların difüzyon derinliğinde az oranda artış meydana gelmektedir. Tüm ikinci aşama nitürleme sıcaklıkları için, seçilen 0,2 değerindeki nitürleme potansiyeli, difüzyon bölgesindeki mikrosertliklerde ve sertleşme derinliğinde fark edilebilir oranda düşüşe neden olmaktadır. Mikrosertliklerdeki düşüş, yüzeye yakın difüzyon bölgesindeki azot konsantrasyonunun düşüşü ile ilgilidir.

Aynı ikinci aşama nitürleme potansiyelleri için artan ikinci aşama nitürleme sıcaklığı, difüzyon ve sertleşme derinliğini arttırmakta fakat 100 mikron ile 250 mikron arasında olan difüzyon derinliklerindeki mikrosertliklerde düşüş meydana getirmektedir. 250 mikron difüzyon derinliğinden çekirdeğe doğru artan derinliklerde ise artan ikinci aşama sıcaklığına bağlı sertlik artışı gerçekleşmektedir. Artan sıcaklıklar ile eğri üzerinde gözlemlenen mikrosertlik değerlerindeki genel düşüş, artan difüzyon katsayısına bağlı azotun daha fazla derinliğe difüzyonunun gerçekleşmesi ve artan difüzyon hızına bağlı yüzeye yakın bölgedeki azot konsantrasyonunun çekirdeğe doğru yayılımıdır. Aynı zamanda yüksek sıcaklık ile difüzyon bölgesinde daha kaba taneli oluşan nitür çökeltileri, sertliklerdeki düşüşün diğer bir nedenidir.

Tüm çift aşamalı nitürlemelerde yüzeye yakın bölgedeki sertlikler, 530 °C'de tek aşamalı nitürleme yöntemi ile elde edilen sertliklere göre daha yüksek ve birbirine yakın değerlerde elde edilmektedir. Düşük sıcaklıkta yüksek nitürleme potansiyelinde uygulanan birinci nitürleme aşaması, belirtilen bölgelerde ince taneli ve kararlı kompleks nitürlerin oluşumunu sağlamaktadır. Artan ikinci aşama sıcaklığına rağmen Al içerikli YMK kafes yapısında oluşan ve (Cr, Fe, Al, Mo)N bileşiminde kararlı kompleks nitür çökeltileri yaşlanma etkisi göstermemektedir. Bu aynı zamanda HRN yüzey sertliklerinin yüksek elde edilmesini de sağlamıştır.

Yüzey sertlik ölçüm sonuçlarına istinaden tek ve çift aşamalı nitürleme işlemleri arasında en yüksek HV₁ yüzey sertliği olan 1109 HV, 530 °C'de K_N: 0,2 nitürleme potansiyelinde 30 saat süre ile yapılan ve beyaz tabaka oluşumu gözlemlenmeyen gaz nitürleme işlemi ile elde edilmiştir. Yüzeyden alınan sertlik izinin, difüzyon bölgesinin atmosfer ile temasta olduğu ve azot konsantrasyonunun en yüksek olduğu

yüzeye yakın olan bölgede oluştuğu dikkate alındığında, sertlik değerinin yüksek çıkması beklenen bir durumdur. Yüzeyde bölgesel olarak çekirdeklenen γ' nitrürlerin sertlik değerlerini yükseltmiş olması da muhtemel bir sonuçtur. Aynı işlem sıcaklığı için artan nitrürlenme potansiyeline bağlı olarak oluşan ve kalınlaşan beyaz tabaka HV₁ vickers sertliklerinin 990 HV'e kadar düşmesine sebep olmaktadır. HRN yüzey sertlik sonuçları dikkate alındığında, azalan nitrürlenme potansiyeli ile birlikte HV₁ sertliklerinin aksine yüzey sertliklerinde düşüş gerçekleşmiştir. Bu düşüş, difüzyon bölgesinde ölçülen daha düşük mikrosertlik değerleri ile ilgilidir.

Tüm çift aşamalı nitrürlenme işlemlerinde ikinci aşama nitrürlenme potansiyelinin 3,2'den 1'e düşmesi ile HV₁ yüzey sertlikleri, tabaka tokluğundaki artışa ve kalınlığındaki azalışa bağlı olarak artmaktadır. Potansiyelin 0,2'ye düşürülmesi ile yüzey sertlikleri düşmekte ve sertliklerin 955 HV-986 HV arasında elde edilmesine neden olmaktadır. Çift aşamalı gaz nitrürlenme işlemleri kapsamında aynı ikinci aşama nitrürlenme potansiyelleri için artan ikinci nitrürlenme aşama sıcaklığı sonucu HV₁ yüzey sertlikleri düşmektedir. Bunun nedeni; sıcaklığın artışına bağlı artan beyaz tabaka kalınlığı, artan tabaka azot konsantrasyonu ve düşen tabaka tokluğudur. İkinci aşama nitrürlenme potansiyeli 1 ve sıcaklığı 540 °C olan işlem sonucunda ölçülen HV₁ sertliğinin, ikinci aşama nitrürlenme sıcaklığı 530 °C ve nitrürlenme potansiyeli 3,2 olan işleme oranla daha yüksek olması, seçilen ikinci aşama nitrürlenme potansiyelinin yüzey sertliği üzerindeki etkisini iyi şekilde açıklamaktadır.

En yüksek HR15N ve HR30N yüzey sertlik değerleri, yüzeye yakın bölgedeki mikrosertlik değerleri en yüksek bulunan 500 °C'de K_N: 10 nitrürlenme potansiyelinde 30 saat süre ile yapılan işlem ile elde edilmiştir. Sıcaklığın 530 °C'ye artışı ile sertlikler düşmektedir. Düşük sıcaklıklarda ince taneli nitrür oluşumu ve çökmesine bağlı yüzeye yakın bölgede elde edilen daha yüksek mikrosertlikler, ölçüm yüküne bağlı olarak yüzeyden 15 kg ve 30 kg yük ile yapılan sertlik ölçümünde daha yüksek yüzey sertliklerinin elde edilmesini sağlamıştır. Çift aşamalı nitrürlenmelerde ise ikinci aşama nitrürlenme sıcaklığının artışına rağmen HR15N yüzey sertliklerinde fark edilebilir oranda bir düşüş gerçekleşmemiş ve 500 °C sıcaklıktaki nitrürlenme ile elde edilen yüzey sertliğine yakın değerler elde edilmiştir. Çift aşamalı yöntemin kullanılması ile ilk aşama sıcaklığı 500 °C ve nitrürlenme

süresi 10 saat olan birinci işlem kademesi sonrasında elde edilen yüksek yüzey sertliği korunarak, artan ikinci nitrüleme aşama sıcaklıklarına bağlı difüzyon katsayısındaki artış ile de sertleşme derinliğinin daha fazla elde edilmesi mümkündür. Tüm çift aşamalı nitrülemelerde, ikinci nitrüleme potansiyelinin 0,2'ye düşürülmesi ile HRN yüzey sertliklerinde fark edilebilir oranda düşüş tespit edilmiştir. Yüzey sertliklerindeki düşüş, difüzyon bölgesindeki mikrosertliklerdeki düşüşün neticesinde gerçekleşmiştir.

Tek ve çift aşamalı gaz nitrüleme işlemleri için düşen işlem sıcaklıkları ile HV₁ yüzey sertliğinde artış beklenmesine rağmen bulunan sonuçlardaki farklılık beyaz tabaka karakteristiğinin, kalınlığının ve tokluğunun HV₁ yüzey sertliği için önemli olduğunu göstermiştir.

Efektif sertlik derinliği ölçümlerine göre, tek aşamalı nitrülemeler sonucunda ölçülen efektif sertlik derinlikleri, artan nitrüleme süresi ile artmaktadır. 530 °C'de yapılan nitrüleme işlemleri için 3,2 ve 1 değerlerindeki nitrüleme potansiyelleri ile yapılan işlemlerde, aynı efektif sertlik derinlikleri elde edilmektedir. Nitrüleme potansiyelinin α faz bölgesindeki 0,2 değerine düşürülmesi ile efektif sertlik derinliklerinde önemli ölçüde düşüş gerçekleşmektedir. Çift aşamalı nitrülemelerde, aynı ikinci nitrüleme potansiyeli ile yapılan ikinci nitrüleme aşamaları için, sıcaklığın artışı ile nitrüleme derinliklerinde ve 500 HV sınır sertlik derinliklerinde artış gerçekleşmekte fakat 800 HV efektif sertlik derinliklerinde düşüş meydana gelmektedir. Sabit ikinci aşama nitrüleme sıcaklığı için daha yüksek seçilen ikinci nitrüleme potansiyeli, difüzyon bölgesindeki sınır sertlik derinliklerinin artışına olumlu yönde etkide bulunmaktadır. İkinci nitrüleme aşama potansiyelinin 0,2'ye düşürülmesi sonucunda ise nitrüleme derinliğinde ve tüm efektif sertlik derinliklerinde önemli ölçüde düşüş gerçekleşmektedir.

90° açığa sahip ve pah kırılmamış köşelere sahip numunelerde, nitrüleme işlemleri sonucunda köşe bölgesinde oluşan azot yığılmasına bağlı oluşan beyaz tabaka kalınlık incelemeleri sonucunda tek aşamalı nitrüleme işleminde azalan nitrüleme potansiyelinin köşe bölge azot yığılmasını azalttığı görülmüştür. Nitrüleme potansiyelinin 0,2 seçildiği işlemde ise köşelerde beyaz tabaka oluşmamaktadır.

Çift aşamalı nitrürleme işlemlerinde ise sabit ikinci aşama sıcaklığı için nitrürleme potansiyeli artışı ve sabit ikinci nitrürleme potansiyeli için sıcaklığın yükselmesi, 90° açılı köşe bölgelerde oluşan azot yığılmasında artışa sebebiyet vermektedir. İlk nitrürleme aşamasında elde edilen 30,22 mikron kalınlığındaki yoğunluk, ikinci nitrürleme aşaması öncesi köşe bölgesindeki başlangıç durum olarak kabul edildiğinde, tüm ikinci nitrürleme sıcaklıkları için nitrürleme potansiyeli 0,2'ye düşürülse dahi tabaka kalınlığında ve azot yığılmasında artış gerçekleşmektedir. İlk nitrürleme aşamasında azot içeriği yüksek olan beyaz tabakanın, sıcaklığın ve mevcut olan beyaz tabaka konsantrasyonunun etkisi ile köşeden içeriye doğru yayılımı sonucunda büyüme engellenememekte fakat yüksek nitrürleme potansiyelleri ile oluşan kalınlıktan daha düşük değerler elde edilebilmektedir. Köşe bölgelerde düz yüzeylere nazaran daha yüksek ölçülen beyaz tabaka kalınlığı ve oluşan azot yığılması, köşelerin 90° açıya sahip olması ve köşe bölgesinde 270° açı ile birleşen iki yüzeyde difüzyonun hakim olmasından kaynaklanmaktadır. Çelik bünyesinde bulunan alüminyum, düşük nitrürleme potansiyellerinde dahi köşe azot yığılmasının oluşumuna sebebiyet vermektedir.

Yüzey pürüzlülük sonuçlarına göre, tek aşamalı nitrürleme işlemleri sonucunda sabit sıcaklık için artan gaz nitrürleme süresi ve nitrürleme potansiyeli, ortalama yüzey pürüzlülük değeri olan Ra değerinin artmasına neden olmaktadır. Gaz nitrürleme süresinin artmasına bağlı olarak artan beyaz tabaka kalınlığı, aynı nitrürleme potansiyeli için yüzey pürüzlülüğünün artışına neden olmaktadır. 530 °C'de 0,2 değerindeki nitrürleme potansiyeli ile yapılan işlemde, nitrürlemeden sonra yüzeyde beyaz tabaka oluşumunun gerçekleşmemesi sonucunda yüzey pürüzlülüğü değişmemiştir.

500 °C'de K_N : 10 nitrürleme potansiyelinde yapılan nitrürleme sonucunda 15,03 μm beyaz tabaka kalınlığına karşılık ölçülen pürüzlülük, 530 °C'de K_N : 3,2 nitrürleme potansiyelinde yapılan nitrürleme sonucunda 19,50 μm beyaz tabaka kalınlığına karşılık ölçülen pürüzlülük değerinden daha düşüktür. Beyaz tabakanın daha kalın oluşmasına rağmen aynı nitrürleme süresinde daha düşük elde edilen yüzey pürüzlülük değeri, beyaz tabakanın içerdiği maksimum azot konsantrasyonu ile ilgilidir. Yüksek nitrürleme potansiyeli ile nitrürlenen yüzeyde beyaz tabaka denge

azot konsantrasyonuna baėlı daha yksek azot ieriėi, atmosfer ile temasta olan ve belirtilen iřlem sıcaklıklarında yarı kararlı yapıda olan ϵ nitrrn yzeyinden atmosfere doėru transfer olan N_2 molekllerinin oluřumunu ve miktarını arttırmakta ve yzeyin przllėinin daha fazla artıřına neden olmaktadır.

ift ařamalı nitrrleme iřlemlerinde, artan ikinci nitrrleme ařama sıcaklıėı przllk deėerlerinin artıřına sebep olmaktadır. İkinci nitrrleme ařamasında seilen nitrrleme potansiyellerinin dřmesi ise R_a deėerlerinin dřřne sebep olmaktadır. İkinci nitrrleme ařaması iin seilen nitrrleme potansiyeli, iřlem sonucundaki beyaz tabaka kalınlıėını ve beyaz tabaka % azot ieriėini belirleyeceėi iin, nitrrleme potansiyelinin dřřne baėlı daha ince oluřan beyaz tabaka ve tabakanın azot ieriėindeki dřř, yzey przllk deėerlerinde dřřne sebebiyet vermektedir. γ' nitrrn, ϵ nitrre gre daha przsz bir yapıya sahip olduėu ve XRD sonularına gre dřen potansiyel ile birlikte artan γ' nitrr pik řiddeti dikkate alındıėında, γ'/ϵ oranı yksek bileřke tabakanın yzey przllk deėerinin dřk olması tutarlı bir sonutur. Aynı nitrrleme potansiyeli iin artan ikinci ařama sıcaklıėına baėlı przllk deėerlerindeki artıř, beyaz tabaka kalınlıėının artmasından, sıcaklıėın etkisi ile yzey azot konsantrasyonunun fazlalařması ve N_2 oluřumunun hızlanmasından kaynaklanmaktadır.

Kırılma tokluėu lmlerinde, 530 °C'de 1 ve 0,2 deėerindeki nitrrleme potansiyelleri ile tek ařamalı gaz nitrrlenmiř numunelerde ve ikinci nitrrleme ařama potansiyeli 0,2 olan ift ařamalı nitrrlenmiř numunelerde, yzeylerden alınan mikrosertlik izlerinde radyal atlakların oluřmadıėı gzlemlenmiř ve kırılma tokluėu tayini yapılamamıřtır. Fakat bu sonu, atlak oluřumunun gzlemlenmediėi yzeylerin daha fazla enerjiyi absorbe edebilme kabiliyetine sahip olduėunu ve diėer yzeylere gre kırılma tokluklarının daha yksek olduėunu gstermiřtir. atlak oluřan yzeylerde kırılma tokluėu deėerleri 4,07 MPa.m^{1/2} ile 4,97 MPa.m^{1/2} arasında elde edilmiřtir. En dřk kırılma tokluėu, 500 °C'de K_N : 10 nitrrleme potansiyelinde yapılan iřlem sonucunda, en yksek kırılma tokluėu ise 530 °C'de K_N : 3,2 nitrrleme potansiyelinde yapılan iřlem sonucunda elde edilmiřtir.

Tek aşamalı nitrürleme yöntemi ile elde edilen en yüksek kırılma tokluğu, çift aşamalı nitrürleme yönteminin kullanılması ile ikinci aşama nitrürleme potansiyeli 3,2 ve 1 olan işlemlerde düşmektedir. İkinci aşama nitrürleme potansiyelinin 0,2'ye düşürülmesi ile numune yüzeylerinde çatlak gözlemlenmemekte ve kırılma tokluğu yükselmektedir. Çift aşamalı nitrürlemelerde ilk nitrürleme aşamasında seçilen nitrürleme potansiyelinin yüksek olması, ilk aşamada oluşan beyaz tabakanın azotça zengin ve kırılma yapıda oluşmasına neden olduğundan, ikinci aşamada 3,2 ve 1 olarak seçilen daha düşük nitrürleme potansiyelleri kırılma tokluğunda artışa neden olmuştur. Elde edilen değerler, tek aşamalı nitrürleme yöntemleri ile aynı potansiyellerde elde edilen tokluk değerlerinin altında kalmıştır.

Kırılma tokluklarındaki değişim hem beyaz tabaka kalınlığı hem de seçilen nitrürleme potansiyeli ile ilgilidir. Aynı işlem sıcaklığı için ikinci nitrürleme potansiyelinin azalması beyaz tabaka büyümesini yavaşlatmakta, XRD sonuçlarından da görüldüğü üzere beyaz tabakadaki ϵ/γ' faz oranının düşmesine ve artan γ' nitrür oranına bağlı olarak tokluk değerlerinin artışına neden olmaktadır. 0,2 nitrürleme potansiyeli ile yüzeyde çatlak gözlemlenmemesinin nedeni de bu şekilde açıklanmaktadır. Aynı nitrürleme potansiyelleri için yükselen ikinci nitrürleme aşama sıcaklığına bağlı artan beyaz tabaka kalınlığı, kırılma tokluklarında azalmaya neden olmaktadır. Aynı nitrürleme potansiyeli için artan sıcaklık, beyaz tabaka büyümesini hızlandırmış ve aynı zamanda ϵ nitrürü bünyesindeki ağırlıkça % azot oranını arttırmıştır.

Nitrürlenmiş tabakalarda yapılan aşınma testleri sonucunda, en düşük aşınma hızı ve aşınma hacmi 530 °C'de K_N : 0,2 nitrürleme potansiyelinde yapılan işlem ile en yüksek aşınma hızı ve aşınma hacmi en düşük kırılma tokluğunun ölçüldüğü 500 °C'de K_N : 10 nitrürleme potansiyelinde yapılan işlem elde edilmiştir. 530 °C'de K_N : 1 ve 0,2 nitrürleme potansiyellerinde tek aşamalı nitrürlenen numuneler dışında diğer tüm numune yüzeylerinde aşınmanın sadece beyaz tabaka bölgesinde gerçekleşmiş olduğu tespit edilmiştir. 0,2 değerindeki nitrürleme potansiyeli ile nitrürlenen numune yüzeyinde ise beyaz tabaka oluşumu gözlemlenmediği için aşınma, difüzyon bölgesinde gerçekleşmiştir. Nitrürleme potansiyelinin 0,2 değerine düşürülmesi ile beyaz tabakasız fakat bölgesel olarak γ' çekirdeklenmesinin

gözlemlendiği numune yüzeyinde aşınma hızının önemli ölçüde düşmesi, yüzeyden içeriye doğru tespit edilen bölgesel γ' nitrür çekirdeklenmelerinin yüksek yüzey sertliği ile birlikte aşınma direncine olumlu yönde etkide bulunmuş olduğu sonucunu muhtemel kılmaktadır.

Beyaz tabaka oluşumunun gerçekleştiği ve aşınmanın beyaz tabaka bölgesinde meydana geldiği tüm işlemler için aşınmış yüzeylerde çatlakların var olduğu gözlemlenmiştir. 0,2 nitrüleme potansiyeli ile nitrürlenmiş numunenin aşınma yüzeyinde ise çatlak oluşumu gözlemlenmemiştir. Aşınan beyaz tabakalarda tespit edilen çatlaklar dikkate alındığında, beyaz tabakanın yaklaşık 430 MPa temas basıncı etkisinde kırılmış olması ve kopan aşınma ürünlerinin bilye ile yüzey arasına girerek üç gövdeli abrazif aşınmaya neden olduğu muhtemel gözükmektedir. Beyaz tabakası aşınmış yüzeylerde oluşan derin abrazif yivler ve beyaz tabakasız yüzeyde elde edilen yüksek aşınma direnci de bu yaklaşımı doğrular niteliktedir. Dolayısıyla kuru ortamda ve yüksek temas basıncında yapılan aşınma testlerinde aşınma hızı, kırılma tokluğu ve beyaz tabaka kalınlığı arasındaki bir ilişkiden söz etmek mümkündür. En düşük kırılma tokluğuna sahip yüzeyin en fazla aşınması, yaklaşımı doğrular niteliktedir.

500 °C'de yapılan nitrüleme işlemi ile kırılma tokluğu en düşük ve 15 μm beyaz tabaka kalınlığına sahip yüzeyin aşınma direnci, 530 °C sıcaklıkta K_N : 3,2 nitrüleme potansiyeli ile gerçekleştirilen işlem sonucunda elde edilen ve kırılma tokluğu daha yüksek fakat 19,5 μm beyaz tabaka kalınlığının olduğu yüzeyin aşınma direncinden daha düşüktür. Daha büyük kalınlıkta fakat kırılma tokluğu daha yüksek olan beyaz tabakanın aşınma direncinin daha yüksek olması, 34CrAlNi7 çeliğinde nitrüleme sonrasındaki beyaz tabaka tokluğunun aşınma direnci üzerinde önemli bir etkisinin olduğunu göstermiştir.

Çift aşamalı nitrüleme deneyleri kapsamında elde edilen aşınma testi sonuçlarına göre, sabit ikinci aşama nitrüleme potansiyeli için artan ikinci aşama sıcaklıkları sonucunda aşınma hızında artış meydana gelmektedir. Artan işlem sıcaklıkları beyaz tabaka kalınlığını arttırmış ve kırılma tokluğunu düşürmüştür. Aşınma direncinin kırılma tokluğu ile doğru orantılı olduğu görülmüştür. Ayrıca en düşük ikinci aşama

nitürleme sıcaklığı ve potansiyeli ile nitürlenen numunede elde edilen en az kalınlığa sahip olan beyaz tabaka ile çift aşamalı nitürlemeler arasında en iyi aşınma direnci elde edilmiştir. Beyaz tabaka kalınlığının ve tokluğunun aşınma direncine etkisi bu sonuç ile de tutarlı gözükmektedir.

Tek ve çift aşamalı nitürlemeler sonucunda elde edilen sürtünme katsayılarının birbirine yakın olduğu tespit edilmiş ve değerlerin 0,64 ile 0,74 arasında değiştiği gözlemlenmiştir. Tek ve çift aşamalı gaz nitürleme işlemlerinde azalan nitürleme potansiyeli sonucunda sürtünme katsayılarında genel bir artış eğilimi tespit edilmiştir. ϵ nitürün sürtünme katsayısının, γ' nitüre göre daha az olduğu bilinmektedir. Azalan nitürleme potansiyeli, beyaz tabaka bünyesindeki ϵ/γ' oranındaki azalmaya sebebiyet vereceği için, sürtünme katsayısının düşüş eğilimi tutarlı gözükmektedir. Elde edilen sürtünme katsayıları ile aşınma hızları arasında tutarlı bir ilişki tespit edilememiştir. Aşınma hızlarının; daha çok aşınma test şartları, 34CrAlNi7 çeliğinin yüzeyinde oluşan beyaz tabaka karakteristiği ve özellikle kırılma tokluğu ile ilgili olduğu muhtemel gözükmektedir. Yüzeyde oluşan tabakaların aşınma dirençleri ve karakteristikleri üzerinde daha fazla deneysel çalışma ve analiz yapılması gerektiği sonucuna varılmıştır. Çalışmada elde edilen sonuçlar araştırmaya değerlidir.

Birinci ve ikinci bölüm deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen veriler ve Al alaşımlı çeliklerin nitürlenme karakteristikleri üzerinde yapılan literatür araştırmaları neticesinde; önemli, kullanılabilir veriler ve bilgiler elde edilmiştir. Alüminyumun nitürleme esnasında sert AlN nitürlerini oluşturduğu ve çökeltme ile sertlik artışını sağladığı genel bir bilgi ve yaklaşımdır. Fakat alüminyum, nitürleme sırasında hegzagonal yapıda olan AlN bileşimindeki sert nitürleri oluşturarak difüzyon bölgesinde çökeltmek yerine, YMK kafes yapılı ve (Cr, Fe, Al, Mo)N bileşimindeki matrisle yarı uyumlu plaka formunda oluşan kompleks nitürlerin içeriğinde bulunup çökelti oluşturarak difüzyon bölgesinde sertlik artışını sağlamaktadır. Ayrıca çelik bünyesindeki $M_{23}C_6$ ve M_7C_3 karbürlerin, gene aynı bileşimde fakat matrisle uyumsuz ve küresel formda çökelen nitürlerle dönüşümü ile ikinci bir sertlik artışı sağlanmaktadır. Alüminyumun ostenitleme sırasında tane sınırlarına doğru yayılımı, nitürleme işleminde azot atomlarının tercihen yüksek

enerjili ve alüminyumca zengin tane sınırları doğrultusunda difüzyonunu teşvik etmektedir. Böylelikle tane sınırı nitrür ağlarının oluşumu hızlanmakta ve taneler arası gevrekliğe sahip bir difüzyon bölgesi oluşmaktadır. Ayrıca alüminyum, yüzeydeki γ' nitrürü alaşımlayıp $(Fe, Al)_4N$ nitrürün difüzyon bölgesi tane sınırlarına doğru lifli bir yapı ile yayılım gerçekleştirerek hem yüzeye yakın bölgedeki azot konsantrasyonunun önemli ölçüde artmasını sağlamakta hem de yüzeyde oluşan beyaz tabakanın kırılma ve düşük kırılma tokluğuna sahip olmasına neden olmaktadır. Çelik içeriğinde % 1 oranında bulunan Al ile difüzyon bölgesine alımı yapılan azot miktarının 125 μm derinliğe kadar ağırlıkça % 1,8'den % 2,6'ya kadar artmaktadır. Alüminyumun nitrüleme etkisi üzerinde bulunan tüm bu veriler ve bilgiler, Al alaşımlı ticari çeliklerde nitrüleme sonrasında gerçekleşen sertleşme mekanizmasının daha iyi anlaşılması için önemli ve aynı zamanda araştırmaya değerlidir.

Toplam aktif nitrüleme süresi 30 saat olan tek-çift aşamalı ve farklı işlem parametreleri ile tasarlanmış ısıtma işlem sonuçlarının karşılaştırılması neticesinde, 34CrAlNi7 çeliği için 500 °C işlem sıcaklığı kullanılarak yapılacak tek aşamalı nitrüleme işlemi, verimli ve ekonomik bir ısıtma işlem olmamaktadır. Yüksek HRN yüzey sertliklerinin elde edilmesine rağmen, düşük işlem sıcaklığına bağlı oluşan difüzyon derinliğindeki azalma ve yüzeyde oluşan tabaka tokluklarının düşük oluşu, ısıtma işlem prosesini uygulanabilir kılmamaktadır. Çift aşamalı yöntem kullanılarak işlemin 10 saatlik bölümünün ilk aşamada yüksek nitrüleme potansiyeli ile gerçekleştirilip, ikinci aşamasının 20 saat ya da daha uzun sürelerde ve daha yüksek işlem sıcaklığında uygulanması, yüzey sertliklerinin korunarak istenen nitrüleme derinliklerine ve efektif sertlik derinlerine ulaşılmasını mümkün kılmakta ve işlemi verimli hale getirmektedir. İkinci aşama için Lehrer diyagramına göre ϵ bölgesinde seçilecek nitrüleme potansiyeli, beyaz tabakanın daha kalın ve kırılma tokluğuna neden olmakta, α bölgesinde seçilen potansiyel yüzeye yakın bölgede ve sertleşme derinliğinde önemli ölçüde düşüşe neden olmaktadır. İkinci aşamada Lehrer diyagramına göre γ' bölgesinde seçilecek nitrüleme potansiyelleri, difüzyon derinliklerinde değişikliğe neden olmadan yüzeydeki beyaz tabakanın tokluğunu arttırmakta, köşe azot yığılmasını iyileştirmekte ve 34CrAlNi7 çeliği için en uygun çift aşamalı nitrüleme prosesini oluşturmaktadır.

Yüzeyde elde edilen HRN sertliklerde ve yüzeye yakın bölgelerde mikrosertliklerdeki düşüşün kabul edilebilir olduğu durumlarda, işlemin tek aşamalı yöntem kullanılarak Lehrer diyagramına göre γ' bölgesinde bulunan uygun değerdeki nitrüleme potansiyeli ile yapılması tutarlıdır. Aynı işlem sürelerinde daha tok bir yapıya sahip yüzeye ve difüzyon derinliğine benzer bir işlem sonucu ulaşılmaktadır.

Yüksek temas basıncı ve yüklerinin olduğu çalışma ortamına maruz kalan yüzeyler için, α bölgesinde seçilebilecek nitrüleme potansiyelleri ile uygun işlem sıcaklığında beyaz tabakasız nitrüleme yapılabilen ve yüksek HV₁ yüzey sertlikleri elde edilebilmektedir. Fakat difüzyon ve efektif sertlik derinliklerindeki düşüş, dikkate alınması gereken bir durumdur.

Sonuç olarak, 34CrAlNi7 çeliği için K_N kontrollü gaz nitrüleme yöntemi kullanılarak tek ve çift aşamalı gerçekleştirilen nitrüleme işlemlerinde, işlem parametrelerinin ve nitrüleme yönteminin değişimi ile birbirlerine göre metalurjik üstünlük sağlayan farklı özelliklerdeki nitrürlenmiş tabakaların elde edilebileceği tespit edilmiştir. İşlem için termodinamik bir parametre olan nitrüleme potansiyelinin ve sıcaklığın Lehrer diyagramına göre seçilmesi ve işlem parametrelerinin doğru bir şekilde kontrolü ile istenen mekanik özelliklere sahip yüzeyler elde etmek mümkündür. Çalışma sonucunda elde edilen veriler, 34CrAlNi7 çeliğinin nitrürlenmiş yüzeyinde gereksinim duyulan mekanik özelliklere ve tabaka karakteristiğine, doğru işlem parametreleri ve yöntemi kullanarak optimum sürede ve optimum maliyette ulaşılabilecek bir ısıl işlem için kaynak niteliği taşımaktadır.

6.3. Tartışma ve Öneriler

Bu çalışma için yapılan detaylı literatür arařtırmalarına baėlı olarak, Al ve Ni alařımlı ticari eliklerde gaz nitrüleme işlemleri sonucunda elde edilen yüzey özellikleri ve nitrürlenmiş tabakaların oluşum kinetiėi üzerinde çok az sayıda arařtırma ve yayının mevcut olduėu tespit edilmiştir. Nitrülenmiş yüzeyler üzerinde yapılan alıřmaların çoėunlukla saf demir ya da yakın dönemlerde demir bazlı ikili ve üçlü alařımlar üzerinde yapıldıėı görülmüştür. Nitrüleme işleminin bulunduėu tarihlerde, Al alařımlı Nitralloy gurubu eliklerin gaz nitrülemesinin yapıldıėı birçok alıřma olsa bile, alıřmaların çoėu geleneksel gaz nitrüleme yöntemi kullanılarak ve nitrüleyici atmosferin ayrışma oranı kontrol edilerek yapılmıştır. Ayrıca dönemdeki analiz ve test yöntemlerinin belli orandaki yeterliliėi, alıřmalar sonucunda elde edilen verilerin kısıtlı kalmasına neden olmuştur. Aynı zamanda Al alařımlı nitrülenebilen ticari elik üretiminin tutarlılıėı, bazı arařtırmacılar için tartışma konusu olmuştur. Bunun nedeni, Al elementinin nitrüleme işlemi sırasında diėer alařım elementlerine göre daha farklı etkiler oluřturmasıdır. Alüminyum, ierisinde % 1 oranında bulunduėu eliklerde nitrüleme sonrası difüzyon bölgesindeki ve yüzeyde elde edilen sertliklerin önemli oranda yükselmesine neden olurken aynı zamanda her iki bölgede de tokluk deėerlerinde düşüőe sebebiyet verecek oluřumları mümkün kılmaktadır. Bu alıřma kapsamında yapılan deneysel alıřmalarda elde edilen sonuçlar, bu yaklařımı doėrular niteliktedir. Aynı zamanda Al ieren eliklerde difüzyon bölgesinde sertleşme mekanizmasının tam olarak tanımlanması konusunda veri ve bilgi eksikliėi mevcuttur. Ayrıca, nikel alařımının nitrüleme esnasında difüzyonu geciktirici etki yaptıėı bilinmektedir fakat difüzyon mekanizması üzerinde nasıl ve ne şekilde bir etki ile hakim olduėu konusunda çok fazla arařtırma bulunmamaktadır. Karbon ve nitrür yapıcı elementleri aynı anda bünyesinde barındıran ve ön sertleştirilmiş düşük alařımlı nitrülenebilen eliklerde, nitrüleme sonrası elde edilen tabakaların büyüme ve oluşum kinetiėini iyi ölçüde tanımlamak mevcut dönemde yapılan alıřmalar ve sahip olunan bilgiler ışığında zor olarak kabul edilmektedir. Her elementin işleme tek başına oluřturduėu etkinin yanında, elementlerin eliėin ierisinde bulunma oranlarına göre birlikte oluřturduėu farklı etkiler de mevcuttur. Difüzyonun ön sertleştirme sonrası aslında kafes yapısı deėiřtirilmiş ve karbonca zengin α' fazı ierisinde gerekleşmesi ve ön sertleştirme

ile çelik bünyesinde oluşan karbürlerin ayrışıp matriste yarı uyumlu ve uyumsuz çökelen nitrürlere dönüşüm eğilimi, oluşumların ve etkilerinin net olarak tanımlanmasını güçleştirmektedir. Dolayısıyla nitrürlenebilen çelikler üzerinde ileri dönemde yapılacak bilimsel çalışmalar kapsamında daha fazla araştırmanın yapılacağı ve detayların tanımlanmaya çalışılacağı gözükmektedir.

Bu çalışmada, Al, Ni ve Cr alaşımlı ticari bir nitrüleme çeliği olan 34CrAlNi7 çeliği K_N kontrollü gaz nitrüleme yöntemi kullanılarak tek ve çift aşamalı nitrüleme işlemlerine tabi tutulmuştur. Yapılan deneyler sonucunda elde edilen tabakalar üzerinde kinetik çalışmalar yapılmış, işlem sıcaklığının, süresinin ve nitrüleme potansiyelinin, nitrülenmiş tabakanın yüzey ve mekanik özelliklerinde oluşturduğu değişime etkisi çok sayıda yapılan deneysel çalışma sonucunda detaylı olarak incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre 34CrAlNi7 çeliği ve benzer alaşımlı ticari çelikler için, aşağıdaki konular üzerinde çalışmalar yapılması faydalı olacaktır.

1. Nitrülenmiş beyaz tabakanın morfolojisinin ve oluşum kinetiğinin detaylı olarak incelenmesi
2. Nitrüleme sonucunda elde edilen yüzeylerde temas alanı daha büyük ve ortalama temas basıncı daha düşük aşınma şartlarında kuru ve yağlayıcı ortamda yapılan aşınma testleri ile tabakalarda meydana gelen aşınma ve sürtünme davranışının karakterize edilmesi
3. Difüzyon bölgesinde elde edilen farklı nitrüleme ve efektif sertlik derinliklerinin yorulma ve burulma dayanımı üzerinde etkisinin incelenmesi
4. Nitrülenmiş yüzeylerdeki kırılma tokluğunun alternatif yöntemler ile tespit edilmesi ve işlem parametrelerinin kırılma tokluğuna etkisinin daha iyi anlaşılması
5. İlk aşama sıcaklığı ve ilk aşama nitrüleme potansiyeli değişken, ikinci nitrüleme aşama sıcaklığı daha yüksek seçilen işlem parametreleri ile yapılan nitrüleme sonucunda mekanik özelliklerdeki değişimin incelenmesi
6. Al, Cr, Ni, Mo ve C elementlerinin beyaz tabaka, difüzyon bölgesi büyüme kinetiğine ve Lehrer diyagramı faz sınırlarına etkisinin incelenmesi
7. İşlem sonrasında yapılabilecek oksidasyon işlemi neticesinde yüzeylerin korozyon ve aşınma dayanımlarındaki değişimin incelenmesi

KAYNAKLAR

- [1] PYE, D., Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing, ASM International, Materials Park, 2003.
- [2] GROSCH, J., Steel heat treatment metallurgy and technologies, TOTTEN, G., CRC Press, pp.446-537, USA, 2006.
- [3] DIN 17022-4, Heat treatment of ferrous materials Part 4: Nitriding and nitrocarburizing, Beuth Verlag GmbH, pp.4-10, 1998.
- [4] TIJANI, Y., Modeling and simulation of thermochemical heat treatment processes: a phase field calculation of nitriding in steel, PhD Thesis, Mathematik & Informatik der Universitat Bremen, Germany, 2008.
- [5] GREßMANN, T., Fe-C and Fe-N compound layers: growth kinetics and microstructure, PhD Thesis, Universitat Stuttgart, Max-Planck-Institut Für Metallforschung, Stuttgart, 2007.
- [6] JUNG, K., Nitriding of iron based ternary alloys: Fe-Cr-Ti and Fe-Cr-Al, PhD Thesis, Universitat Stuttgart, Max-Planck-Institut Für Metallforschung, Stuttgart, 2011.
- [7] Mikrosan Makina ve Kalıp San. A.Ş., Isıl İşlem Birimi, Literatür ve deneysel çalışmalar, 2012.
- [8] CONRAD, H., THOMAS, C., JAMES, H., Gas nitriding of steels, Heat Treating, ASM Handbook, Vol.4, pp.880-922, 1991.
- [9] KORWIN, M., MORAWSKI, C., TYMOWSKI, G., LILIENTAL, W., Design of nitrided and nitrocarburized materials, Handbook of Metallurgical Process Design, CRC Press, Chapter 14, pp.545-590, 2004.
- [10] http://www.nitrexmetaltech.com/docs/tech_brochure.pdf, Erişim Tarihi: 19.07.2012.
- [11] LILIENTAL, W., MALDZINSKI, L., MORAWSKI, C., TYMOWSKI, G., Potential gas nitriding applied to gears, Nitrex Metal Inc., Canada, 2000.
- [12] DAVIS, J., Surface hardening of steels understanding the basics, ASM International, Chapter 6, pp.141-187, USA, 2002.

- [13] <http://www.nitrex.com/english/Brochures/Broc046.pdf>, Eriřim Tarihi: 21.09.2012.
- [14] STURGEOFF, L., Ammonia in metallurgy, ICI Canada Inc., pp.2-6, Canada, 1991.
- [15] APPL, M., Ammonia principles and industrial practice, Wiley-Vch, Germany, 1999.
- [16] WINTER, K., Phase controlled gaseous nitriding and nitrocarburizing, Process Electronic GmbH, pp.2-8, Heiningen-Germany, 2007.
- [17] SOMERS, M., MITTEMEIJER, E., Layer growth kinetics on gaseous nitriding of pure iron: Evaluation of diffusion coefficients for nitrogen in iron nitrides, Metallurgical and Materials Transactions, Vol.26A, pp.57-74, 1995.
- [19] CHANDLER, H., Heat treaters guide practices and procedures for irons and steels, ASM International, 2nd edition, pp.60-64, 1995.
- [19] KORWIN, M., LILIENTAL, W., MALDZINSKI, L., CZELUSNIAK, A., TYMOWSKI, G., Nitreg controlled gas Nitriding an environment-friendly process for surface hardening of steel, Nitrex Metal Inc., Canada, 1999.
- [20] LILIENTAL, W., LARSON, M., Longer life for forging dies through nitreg potential controlled gas nitriding, Nitrex Metal Inc., Canada, 2000.
- [21] Source book on nitriding, ASM, USA, 1977.
- [22] CLAUB, A., Nitriding of Fe–Cr–Al alloys: nitride precipitation and phase transformations, PhD Thesis, Universitat Stuttgart, Max-Planck-Institut Für Metallforschung, Stuttgart, 2008.
- [23] SARIKAYA, Y., Fizikokimya, Gazi Kitabevi, 3.Baskı, Ankara, 2000.
- [24] WINTER, K., Gaseous nitriding: In theory and in real life, Process Electronic GmbH, pp.5-9, Heiningen-Germany, 2009.
- [25] KOOI, B., SOMERS, M., MITTEMEIJER, An evaluation of the Fe-N phase diagram considering long-range order of N atoms in γ' -Fe₄N_{1-x} and ϵ -Fe₂N_{1-z}, Metallurgical and Materials Transactions, Vol.27A, pp.1063-1071, 1996.
- [26] LIAPINA, T., Phase transformations in interstitial Fe-N alloys, PhD Thesis, Universitat Stuttgart, Max-Planck-Institut Für Metallforschung, Stuttgart, 2005.
- [27] SOMERS, M., Gaseous nitriding and nitrocarburizing; Fundamentals and current understanding, Nitriding Symposium-2, Las Vegas, 2010.

- [28] SOMERS, M., Kinetics of microstructure evolution during gaseous thermochemical surface treatment, *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, Vol.26, No.5, pp.520-528, 2005.
- [29] HOSMANI, S., SCHACHERL, R., MITTEMEIJER, E., Compound layer formation on iron based alloys upon nitriding; phase constitution and pore formation, Carl Hanser Verlag, HTM, pp.139-146, München, 2008.
- [30] SOMERS, M., Internal and external nitriding and nitrocarburizing of iron and iron-based alloys, PhD Thesis, Delft University of Technology, Netherlands, 1989.
- [31] ROZENDAAL, H., MITTEMEIJER, E., COLIJN, P., SCHAAF, P., The development of nitrogen concentration profiles on nitriding iron, *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol.14A, pp.395-399, 1983.
- [32] YANG, M., Nitriding-fundamentals, modeling and process optimization, PhD Thesis, Worcester Polytechnic Institute, 2012.
- [33] HOLM, T., Gas nitriding and nitrocarburising, Linde AG, *Furnace Atmospheres* No.3, 2009.
- [34] HOSSEINI, S., ASHRAFIZADEH, F., KERMANPUR, A., Calculation and experimentation of the compound layer thickness in gas and plasma nitriding of iron, *Iranian Journal of Science & Technology, Transaction B: Engineering*, Vol. 34, No. B5, pp.553-566, 2010.
- [35] LAKHTIN, Y., Diffusion foundations of the nitriding process, *Metal Science and Heat Treatment*, Vol.37, Nos.7-8, pp.276-279, 1995.
- [36] KURUKOVICH, M., Simulation of the nitriding process, *Metal Science and Heat Treatment*, Vol.46, Nos.1-2, pp.25-31, 2004.
- [37] KEDDAM, M., DJEGHLAL, M., BARRALLIER, L., A simple diffusion model for the growth kinetics of γ' iron nitride on the pure iron substrate, *Science Direct, Applied Surface Science* 242, pp.369–374, 2005.
- [38] KEDDAM, M., DJEGHLAL, M., BARRALLIER, L., A diffusion model for simulation of bilayer growth (ϵ/γ') of nitrated pure iron, *Materials Science and Engineering A378*, pp.475–478, 2004.
- [39] LAI, Y., High-temperature corrosion and materials application, ASM International, Chapter 4, pp.67-96, 2007.
- [40] TOPBAŞ, M., Çeliğin ısıtma işlemi, Yıldız Teknik Üniversitesi Yayınları, Sayı. 250, İstanbul, 1992.

- [41] GINTER, C., TORCHANE, L., DULCY, J., GANTOIS, M., MALCHERE, A., ESNOUF, C., TURPIN, T., A new approach to hardening mechanisms in the diffusion layer of gas nitrided alloyed steels. Effects of chromium and aluminium: experimental and simulation studies, *La Metallurgia Italiana*, 7-8, pp.29-35, 2006.
- [42] BANNYKH, O., ZINCHENKO, V., PRUSAKOV, B., SYROPYATOV, V., Development of nitriding in Russia. The third period (1960-1980): Low temperature thermochemical treatment, *Metal Science and Heat Treatment*, Vol.42, Nos.5-6, pp.174-182, 2000.
- [43] LAKHTIN, Y., SILINA, N., FEDCHUN, V., Nature of the high hardness and brittleness of the nitrided case on steel 38Kh2MYuA, Plenum Publishing Corporation, 0026-0673/81, pp.162-165, 1981.
- [44] Nickel alloy nitriding steels, The International Nickel Company Inc., Nickel Alloy Steel Data Book, Section 4A, New York, 1968.
- [45] LEPPANEN, R., JONSSON, H., Properties of nitrided components - A result of the material and nitriding process, Ovako Steel, Technical Report No.1, Sweden, 1999.
- [46] DIN 50190-3, Hardness depth of heat treated parts; determination of the effective depth of hardening after nitriding, Beuth Verlag GmbH, 1979.
- [47] AMS 2759-10A, Automated gaseous nitriding controlled by nitriding potential, SAE Aerospace, 2006.
- [48] KOLOZSVARY, Z., Handbook of residual stress and steel deformation, TOTTEN, G., HOWES, M., INOUE, T., ASM International, pp.209-219, 2002.
- [49] HOFFMANN, F., MAYR, P., Nitriding and nitrocarburizing, Friction lubrication and wear technology, ASM Handbook, Vol.18, pp.1783-1796, 1992.
- [50] MICHALSKI, J., TACIKOWSKI, J., WACH, P., LUNARSKA, E., BAUM, H., Formation of single-phase layer of γ' -nitride in controlled gas nitriding, *Metal Science and Heat Treatment*, Vol.47, Nos.11-12, pp.516-519, 2005.
- [51] SPIES, H., THIEN, H., BIERMANN, H., Nitriding and carbonitriding of steels, *Metal Science and Heat Treatment*, Vol.46, Nos.7-8, pp.272-276, 2004.
- [52] ENRIQUE, R., Fracture toughness determinations by means of indentation fracture, Nanocomposites with unique properties and applications in medicine and industry, (Ed.) CUPPOLETTI, J., pp.21-38, 2011.

- [53] FENGYZ, Y., ZHANGW, T., YANG, R., A work approach to determine vickers indentation fracture toughness, Rapid Communications of the American Ceramic Society, Vol.94, No.2, pp.332-335, 2011.
- [54] KRUZIC; J., RITCHIE, R., Determining the toughness of ceramics from vickers indentations using the crack-opening displacements: an experimental study, J. Am. Ceram. Soc., Vol.86, No.8, pp.1433–1436, 2003.
- [55] WRIEDT, H., GOKCEN, N., NAFZIGER, R., The Fe-N (iron-nitrogen) system, Bulletin of Alloy Phase Diagrams, Vol.8, No.4, pp.355-377, 1987.
- [56] Tribology, CSM Instruments, 2002.
- [57] LAKHTIN, Y., Control of the phase composition and nitrogen content in the nitride layer in the nitriding of steel 38Kh2MYuA, Metal Science and Heat Treatment, Vol.38, Nos.1-2, pp.6-11, 1996.
- [58] ASTM G 99-04, Standard test method for wear testing with a pin-on-disk apparatus, ASTM International, 2004.
- [59] ASTM G 133-02, Standard test method for linearly reciprocating ball-on-flat sliding wear, ASTM International, 2003.
- [60] TS EN 10085, Türk Standardı-Nitrürlenebilen çelikler-teknik teslim şartları, Nisan, 2002.
- [61] SHASKOV, D., GORYACHEV, A., Kinetics of formation of a diffusion layer on steel 38Kh2MYuA in gas-cyclic nitriding, Metal Science and Heat Treatment, Vol.41, Nos.5-6, pp.235-237, 1999.
- [62] TONG, W., HAN, Z., WANG, L., LU, J., LU, K., Low-temperature nitriding of 38CrMoAl steel with a nanostructured surface layer induced by surface layer induced by surface mechanical attrition treatment, Surface & Coatings Technology, 202, pp.4957–4963, 2008.
- [63] SCHNEIDER, R., HIEBLER, H., Influence of increased nitriding temperatures on the hardness profile of low-alloy steels, Journal of Materials Science, 33, pp.1737-1744, 1998.
- [64] ÇELEBİ, G., 31CrMoV9 ve 34CrAlNi7 çeliklerinin borlama kinetiklerinin incelenmesi, T.C. Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Haziran, 2005.

ÖZGEÇMİŞ

Kadir Göker ÖNDER, 15.06.1985 tarihinde Balıkesir’de doğmuştur. İlkokul, ortaokul ve lise eğitimini Bandırma ilçesinde tamamlamış, Vecihbey İlkokulu’nu ve Bandırma Anadolu Lisesi’ni bitirmiştir. 2003 yılında Yıldız Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’nde öğrenimine başlamış ve 2008 yılı bahar döneminde mezun olmuştur. Aynı yıl, Mikrosan Makina ve Kalıp San. A.Ş.’de gaz nitrürleme ve teknolojileri üzerine çalışan Isıl İşlem Birimi’nin kurulumunda yer almış ve ilgili birimde mühendis olarak çalışmaya başlamıştır. 2009 yılında, Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’nde Yüksek Lisans öğrenimine başlamıştır. Şu anda, Mikrosan Makina ve Kalıp San. A.Ş. bünyesindeki Isıl İşlem Tesisinde Isıl İşlem Birimi Sorumlusu olarak görevine devam etmektedir.