

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GAZ KARIŞIMLARININ İYON NİTRÜRASYON İŞLEMİ ÜZERİNE
ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Mehmet KARAKAN

Yönetici: Doç. Dr. Ayhan ÇELİK

Yüksek Lisans Tezi

ÖZET

İyon nitrürleme, metallerin yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi için yaygın olarak kullanılması gereken bir yöntemdir. Bu işlemle numune yüzeyinde yüksek sertliğe sahip difüzyon tabakası oluşturularak aşınmaya ve yorulmaya karşı direnç artırılır. Yüzey sertliğini artırmak ve daha iyi aşınma ve korozyon özellikleri elde etmek için çoğunlukla küçük miktarlardaki alaşım elementleri ilavesiyle metallerin yüzey özellikleri iyileştirilir. İlave edilen alaşım elementleri genellikle azot ve karbon gibi arayer elementleridir.

İyon nitrürleme, gaz ve tuz banyosunda nitrürleme gibi bilinen nitrürleme işlemlerinin bir nitrürleme plazması kullanılarak geliştirilmiş bir şeklidir. İşlem sırasında, yüksek voltajda yapılan bir elektrik boşalmasından yararlanılır. Bu yüksek voltaj sırasında azot iyonları, iş parçası yüzeyine çarpmaları için hızlandırılırlar. Bu işlem bilinen tuz banyosu ve gaz nitrürleme işlemlerinden farklı olarak, çevre kirliliğine neden olmama, sertleşme kalınlığının hassas olarak kontrolü, işlem sonrası yüzeyde çok az pürüzlülük, enerji tasarrufu sağlama, işletim masrafı azlığı ve çok üstün aşınma ve yorulma dayanımı gibi avantajlara sahiptir.

Bu çalışmada, AISI 8620 çeliği farklı gaz karışımlarında sertleştirilerek, optimum sertlik değerleri, difüzyon derinliği ve beyaz tabaka değişimleri incelenmiştir. Karışım gazları olarak azot, hidrojen ve argon seçilmiştir. Belirli oranlarda ikili ve üçlü karışım oluşturularak deneyler yapılmıştır. Deneysel sonuçlar X-Ray Difraktometre, optik mikroskop ve mikrosertlik cihazları ile incelenmiştir.

SUMMARY

Ion nitriding is a process that has been used extensively for improving surface properties of metals. By this treatment, the diffusion layer with a high hardness is formed on the specimen surface and the resistivity to wear and fatigue is improved. Surface properties of metals are often modified by the addition of small amounts of alloying elements for increased surface hardness, better wear and corrosion properties. The added alloying elements are usually interstitial element, such as nitrogen and carbon.

Ion nitriding is an extension of conventional nitriding processes, like gas and salt bath nitriding, using a nitriding plasma. The process utilizes a glow discharge operated at high voltage through which nitrogen ions are accelerated to impact on the work piece. This treatment has many advantages such as no environmental pollution, controlling the hardness thickness sensitively, leaving very small roughness after process, saving energy, having very low business expense, and very high wear and fatigue resistance unlike conventional salt bath or gas nitriding.

In this study, optimum hardness values, case depth, and change in the white layer thickness were investigated by hardening AISI 8620 steel using different gas mixtures. Nitrogen, hydrogen and argon were selected as mixture gases. Forming the double and ternary mixtures at certain ratios, the tests were carried out. Experimental results were examined by using X-Ray Diffraction, optical microscopy, and microhardness equipment.

TEŞEKKÜR

Çalışmamın başından itibaren gerek literatür temini ve gerekse yönlendirmelerinden istifade ettiğim kıymetli hocam Doç. Dr. Ayhan ÇELİK' e teşekkürlerimi sunarım.

Deney düzeneğinin kurulması, deneylerin yapımı ve özellikle deney sonuçlarının analizlerinde sürekli yardımlarını gördüğüm bölümümüz hocalarından Doç. Dr. İhsan EFEOĞLU' na, ayrıca çalışmada emeği geçen bölümümüz Arş. Gör. arkadaşlarıma ve teknisyenlerine teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Erzurum-1998

Mehmet KARAKAN

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET.....	I
SUMMARY.....	II
TEŞEKKÜR.....	III
İÇİNDEKİLER.....	IV
1. GİRİŞ.....	1
2. KAPLAMA VE YÜZEY İŞLEM TEKNİKLERİ.....	8
2.1. Kaplama Teknikleri.....	8
2.1.1. Sert Kaplamalar.....	12
2.1.1.1. Termal Püskürtme.....	13
2.1.1.2. Kaynak.....	13
2.1.1.3. Zırlama.....	14
2.1.2. Buhar Çöktürme Kaplamalar.....	14
2.1.2.1. Fiziksel Buharla Kaplama (PVD)	15
2.1.2.2. Kimyasal Buharla Kaplama (CVD)	16
2.1.2.3. Fiziksel-Kimyasal Buhar Kaplama (P-CVD)	17
2.1.3. Çeşitli Kaplama Teknikleri.....	18
2.2. Yüzey İşlem Teknikleri.....	20
2.2.1. Mikroyapısal İşlemler.....	20
2.2.1.1. Termal İşlemler.....	20
2.2.1.1.1. İndüksiyon ile Yüzey Sertleştirme.....	20
2.2.1.1.2. Alev ile Yüzey Sertleştirme.....	20
2.2.1.1.3. Lazer ile Yüzey Sertleştirme.....	21
2.2.1.2. Mekanik Sertleştirme İşlemleri.....	21
2.2.1.2.1. Soğuk İşlem.....	21
2.2.2. Kimyasal İşlemler.....	22
2.2.2.1. Difüzyon İşlemleri.....	22

2.2.2.1.1. Sementasyon ile Yüzey Sertleştirme.....	22
2.2.2.1.2. Karbonitrürasyon ile Yüzey Sertleştirme.....	23
2.2.2.1.3. Nitrürasyon ile Yüzey Sertleştirme.....	23
2.2.2.1.4. Nitrokarbürleme ile Yüzey Sertleştirme.....	25
2.2.2.1.5. Borlama ile Yüzey Sertleştirme.....	25
2.2.2.1.6. Kromlama ile Yüzey Sertleştirme.....	26
2.2.2.1.7. Silikonlama ile Yüzey Sertleştirme.....	26
2.2.2.1.8. Alüminyumlama ile Yüzey Sertleştirme.....	26
2.2.2.1.9. Çinkolama ile Yüzey Sertleştirme.....	27
2.2.2.2. İmplantasyon.....	27
2.2.2.2.1. İyon İmplantasyon.....	27
2.2.2.2.2. İyon-Işın Karışımı.....	29
2.2.3. Plazmakimyasal İşlemler.....	30
2.2.3.1. Plazma Nitrürleme.....	30
2.2.3.2. Plazma Karbürleme.....	31
2.2.3.3. Plazma Nitrokarbürleme.....	31
2.2.3.4. Plazma Borlama.....	32
3. PLAZMA.....	33
3.1. Plazmanın Elde Edilmesi	34
3.2. Elektrik Boşalması ve Mekanizması.....	34
3.3. DC Glow Discharge’ de Oluşan Bölgeler.....	36
3.4. Plazmanın Özellikleri.....	39
3.5. Plazmanın Kullanım Alanları.....	40
4. İYON NİTRÜRASYON.....	41
4.1. Nitrürlenebilirlik.....	41
4.2. İyon Nitrürasyon Mekanizması.....	42
4.2.1. Sputtering (Saçınma).....	43
4.2.2. Isınma	43

4.2.3. Birikme.....	43
4.3. İyon Nitrürasyon Yönteminin Avantajları.....	44
4.4. İyon Nitrürasyon Yönteminde Oluşan Metalurjik Yapılar ve Özellikleri.....	44
4.4.1. Karışık Bölge (Beyaz Tabaka)	45
4.4.2. İşlemden Elde Edilen Difüzyon Bölgesi.....	46
4.5. İyon Nitrürasyon Sonrası Elde Edilen Sertlik.....	46
4.6. İyon Nitrürasyon İşleminde Kullanılan Gazlar ve Özellikleri	47
4.6.1. Azot.....	47
4.6.2. Hidrojen.....	47
4.6.3. Argon.....	48
4.7. İyon Nitrürasyon ve Gaz Nitrürasyonunun Karşılaştırılması.....	48
4.8. Difüzyon Olayı.....	49
5. MATERYAL VE YÖNTEM.....	50
5.1 Çalışmanın Amacı.....	50
5.2. Deney Düzenek ve Ekipmanları.....	50
5.3. Deney Öncesi Numunelerin Hazırlanması.....	51
5.4. İyon Nitrürasyon İşleminin Yapılışı.....	52
5.5. İşlem Sonrası Numunelerin İncelenmesi.....	52
6. DENEYDE ELDE EDİLEN BULGULAR.....	53
6.1. X-Ray Difraktometre Analiz ve Sonuçları	53
6.2. Mikrosertlik Ölçüm Değerleri	57
6.3. Optik Mikroskop İncelemeleri ve Yapıların Görünüşü.....	60
7. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	64
8. KAYNAKLAR.....	65

1. GİRİŞ

Gelişen teknolojiyle beraber gerek kullanım yerinden dolayı istenen özellikler ve gerekse ekonomiklik gibi nedenlerden dolayı artan isteklere cevap vermek için aynı paralelde malzemeyi tamamen değiştirmek yerine malzemenin kısmen ve yalnızca gerekli olan yerlerinde değişiklik yapılma yoluna gidilmektedir. Bu bağlamda şüphesiz malzemenin yüzeyinde bir takım değişiklikler yaparak hem istenen mukavemet özellikleri sağlama hem de daha ekonomik malzeme elde etme yöntemleri olan kaplama ve yüzey işlem teknikleri gelmektedir.

Kullanılan malzemenin boyutunda herhangi bir değişiklik yapmaksızın yalnızca yüzeyde çok ince bir kısmın fiziksel ve kimyasal özelliklerini değiştirmede son yıllarda plazmanın sıkça kullanıldığını görüyoruz. Plazma kimyasal işlemler olarak adlandırılan plazma ile nitrüleme, karbürleme, nitrokarbürleme ve borlama işlemlerinin, özellikle sanayileşmiş batı ülkelerinde yaygın olarak kullanılmakta olduğunu görüyoruz. Bilinen işlemlere göre bir çok avantajlara sahip olan bu işlemler konusunda araştırmalar hızla devam etmekte ve bazı özelliklerin geliştirilmelerine çalışılmaktadır.

Makina elemanlarının yüzey sertliği, yorulma, aşınma, korozyon gibi özelliklerinin iyileştirilmesinde kullanılan ve yüzeye azot emdirme yada yüzey civarlarında alaşım elementleriyle nitrür oluşturmaya dayanan yüksek vakum altında dc gerilim kullanılarak elde edilen değişik gaz plazmalarında yapılan iyon nitrürasyon işlemi bu çalışmada incelendi. Bu işlem üzerine plazmayı oluşturan gaz karışım oranlarının etkisinin ele alındığı bu çalışmada konu hakkında yapılan çalışmalar aşağıdaki gibidir.

Çelik ve Karadeniz, 1992, AISI 4140 çeliğini 400-600 °C sıcaklık aralığında 10 mbar basınçta 0.5-12 saat zaman aralığında ve %66.6 N₂-%33.3 H₂ gaz karışımı ortamında iyon-nitrüleyerek, nitrülenen parçaların mikrosertliği, beyaz tabaka kalınlığı, difüzyon tabakası derinliği ve nitrülenen bölgelerdeki tanelerin yapılarını incelemişlerdir. Difüzyon tabakası derinliğinin ile beyaz tabaka kalınlığının zaman ve sıcaklıkla doğru orantılı olarak arttığını ancak yüzey sertliğin 450 °C de maksimum olduktan sonra daha yüksek sıcaklıklarda düşüş gösterdiğini tespit etmişlerdir.

Nomoto ve arkadaşları, 1992, Al ve Al-Mg alaşımlarını 16 Pa gaz basıncı, 500 °C sıcaklık ve 2.5 kV' luk d.c. plazmasında 6 saat iyon nitrürleme ve 0.133 Pa vakum, 875×10^{-4} T magnetik alan altında 2.45 GHz mikrodalgada ECR plazma nitrürlemeye ve Zymet Z-100 iyon implantasyon cihazı ile yüzeye azot implantasyonu gerçekleştirmişler ve neticede numunelerin tribolojik özelliklerini inceleyerek işlemlerin kıyaslamasını yapmışlardır. Her iki malzemede de sertlikte artış gözlenmiş ve iyon implantasyon ve iyon nitrürasyonun birleştirildiği işlemde saf alüminyumun aşınma mukavemetinin daha fazla arttığını tespit etmişlerdir. Al-Mg alaşımı içinse ECR plazma nitrürlemenin aşınma mukavemetine daha fazla fayda sağladığını bulmuşlardır.

Chu ve Wu, 1996, içerisine % 25, %40, %50 ve %53 değerlerde alüminyum kattıkları titanyum numuneleri 700-900 °C sıcaklık aralığında 4-24 saat zaman dilimi için iyon nitrürlemişler ve nitrürlenen numunelerin fazları ve mikroyapılarını XRD, SEM, EPMA ve optik mikroskopla incelemişlerdir. Neticede sıcaklık ve zamanın yüzey sertleştirmede ana parametrelerden olduğu sonucuna varmışlar ve Al muhtevası arttıkça sonuçta oluşan Ti_2AlN fazının XRD yoğunluğunun daha fazlaştığını tespit etmişlerdir.

Çelik ve Karadeniz, 1995, işlem öncesi su verme, temperleme ve normalize tavlama işlemlerine tabi tutulmuş düşük alaşımlı AISI 4140 çeliğini 500-600 °C sıcaklık aralığında 0,5-12 saat zaman aralığında ve %50 N_2 -%50 H_2 gaz karışımı ortamında iyon-nitrürleyerek, nitrürlenen parçaların yorulma mukavemetlerini incelemişler ve neticede difüzyon tabakası sertliğine bağlı olarak yorulma mukavemetinin de %35 daha iyileştiğini tespit etmişlerdir. Ayrıca SEM' de yorulma çatlaklarının merkezi ve kırılma yüzeylerini incelemişlerdir.

Ichii ve arkadaşları, 1991, işlem öncesi saçılmaya tabi tuttıkları ostenitik 18-8 çeliğini, 400 °C, 450 °C ve 550 °C sıcaklıkta, 6.67×10^2 Pa basınç ve 4,8, 40 saat zaman dilimlerinde azot-hidrojen gaz atmosferinde iyon nitrürlemişler ve saçılma, kaplama, difüzyon durumlarını SEM, EPMA, enerji ayırıcı X-ray analizlerinde incelemişlerdir. Yüzeyde oluşan metalik olmayan nitrürlerde meydana gelen çatlakların korozyon mukavemetini düşürdüğünü tespit etmişlerdir.

Takahashi ve arkadaşları, 1993, ostenitik paslanmaz çelik numuneyi % 10 H₂ ihtiva eden azot plazmasında akım, voltaj ve gaz basıncı parametrelerini değiştirerek iyon nitrürleme işlemine tabi tutmuşlardır. Plazma yoğunluğunun bu parametreler ile değiştiğini tespit etmişlerdir. Bu değişimin iyon yoğunluğu ve katod düşüm voltajıyla kontrol edilebileceğini tespit etmişlerdir.

Tanaka ve arkadaşları, 1994, titanyum ve ostenitik paslanmaz çelik numuneleri iyon nitrürleyerek plazma morfolojisi, XRD analizleriyle metal yüzeylerinin nitrürlenme durumlarını ve yüzey sertliğini incelemişler ve paslanmaz çeliğin saçılmayla yüzeydeki oksit filminin çıkarılmasında plazmanın kolaylaştırıcı rol oynadığını tespit etmişlerdir.

Tanaka ve arkadaşları, 1994, ostenitik paslanmaz çelik (SUS304) numuneleri optimum voltaj oranı olarak seçtikleri 600-800 volt voltaj şartlarında iyon nitrürleyerek yüzey üzerinde oksitsiz nitrür tabakası elde ettiklerini ifade etmişler ve bu voltaj oranların yüzeydeki oksit filmlerinin kesin olarak saçılması ve oksijenin difüze olmasını engellemek için gerekli oran olduğunu tespit etmişlerdir.

Blucher ve arkadaşları, 1989, bakır numuneleri 450-530 °C de hidrojen-azot gaz atmosferinde iyon nitrürleyerek bu malzemede de diğer metalik malzemelerde olduğu gibi ara ızgara atomu olarak Cu₄N nitrürünün oluşabildiğini tespit etmişler ve güçlü nitrür oluşumunun 510 °C civarında meydana geldiğini ortaya çıkarmışlardır.

Meletis ve Yan, 1991, saf alüminyum hızlandırılmış glow discharge plazmasında, düşük basınçlar altında iyon nitrürlemişler ve Al₃N' in meydana gelebileceğini tespit etmişlerdir. Oluşan nitrür yapısının çok ince tanecik boyutlarına sahip tok bir yapıya sahip olduğu sonucuna varmışlardır. X-ray ve elektron difraksiyon sonuçları neticesi bu yapının yüzey merkezli kübik bir yapı olduğunu ortaya çıkarmışlardır. Bu arada yüzeyde azot difüzyonunu engelleyen Al₂O₃ olduğunu tespit etmişlerdir.

Metin ve İnal, 1989, saf titanyum numuneleri çeşitli azot kısmi basınçlarında 800 °C – 1080 °C sıcaklık aralığında iyon nitrürleyerek işlem esnasında titanyum nitrürler (TiN ve Ti₂N) ve azot katı solüsyon tabakaları (α ve β) denge diyagramlarıyla uygun olarak

oluşturmuşlar ve bu tabakaların büyüme kinetiğini, sıcaklıkla birlikte iyon nitrürleme parametreleri olarak ele alıp bir analitik model geliştirmişlerdir. Azot konsantrasyon profillerini 900 °C de iyon nitrürlenmiş numunelerde ölçmüşler ve profillerin yüksek azot konsantrasyonlarında tahmin edilenlerden biriyle uyuşma içinde olduğunu tespit etmişlerdir. Düşük azot konsantrasyonlarında ise α titanyumda azot difüzyonlarının konsantrasyonuna bağlılığından dolayı bir sapma gözlemlendiğini bulmuşlardır.

Muraleedharan ve Meletis, 1992, saf titanyum ve Ti-6Al-4V numuneleri düşük basınçlı şiddetlendirilmiş glow discharge plazmasında nitrürleyerek şiddetlendirilen plazma şartlarında nitrürleme etkisinin daha düşük basınçlarda meydana gelebileceğini bularak bilinen tekniğe oranla beyaz tabakadaki büyüme kinetiğindeki artışı tespit etmişlerdir. İşlenen numunelerde üç kata yakın sertlik artışı ve yüzey pürüzlülüğünde de azalmayı gözlemlemişlerdir. Sonuçlara bakarak titanyum ve alaşımlarında şiddetlendirilmiş plazmanın önemli bir yüzey modifikasyon metodu olduğu kanaatine varmışlardır.

Hudis, 1972, 4340 sıcak işlem çeliğini 500 °C sıcaklık, değişik terkiplerde azot-hidrojen-argon gaz karışımlarında çalışmıştır. Azot iyonları, azot-hidrojen moleküler iyonlarını aktif plazma terkipleri olarak tespit etmiş ve azot hidrojen moleküler iyonları, azot veya azot-asal gaz karışımlarıyla üretilen özelliklerle karşılaştırıldığında bir azot – hidrojen plazmasıyla üretilen nitrürleme özelliklerinin daha üstün olduğu sonucuna varmıştır.

Albaran ve arkadaşları, 1992, AISI H-12 takım çeliğini, 500 °C sıcaklık, 500 volt gerilim, %80 H₂- %20 N₂ gaz karışımı şartlarında iyon nitrürleyerek yüzey mikrosertliği, nitrürleme zamanı ile değişimi incelemişler ve ayrıca malzemenin yapısındaki tungstenin rolünü tartışmışlardır.

Özbaysal ve İnal, 1986, 410 martenzitik paslanmaz çelik, 430 ferritik paslanmaz çelik, 321 ostenitik paslanmaz çelik malzemelerden yapılmış numuneleri 400-600 °C sıcaklık, 2-10 saat zaman aralığında iyon nitrürlemişler ve işlenen numuneleri SEM, TEM mikroskoplarında incelemişler, aynı şekilde mikrosertliklerini de ölçmüşlerdir. Sonuçta en yüksek sertliği ve difüzyon tabakası derinliğinin martenzitik paslanmaz çelikte

olduğunu, en düşük tabaka derinliğinin ostenitik paslanmaz çeliklerde olduğunu bulmuşlar ve genelde martenzitik ve ferritik paslanmaz çeliklerin birbirine benzer olduğunu tespit etmişlerdir. Her üç çelikte de iyon nitrürleme zaman ve sıcaklığının artışıyla yüzey sertliklerinde düşme ve difüzyon tabakası derinliklerinde artışı gözlemlemişlerdir. Nitrürleme derinliğinin tüm nitrürleme sıcaklıkları için zamanla parabolik artışını ortaya çıkararak nitrürleme hızının en yüksek martenzitik paslanmaz çelikte olduğunu kaydetmişlerdir.

Chu ve Wu, 1996, içerisine % 25-53 arası değerlerde alüminyum içeren titanyum alüminyum numuneleri iyon nitrürlemişler ve nitrürlenmiş numunelerin korozyon mukavemeti asit daldırma testleri ve elektrokimyasal potansiyodinamik testlerle incelemişlerdir. İnceleme neticesi hazırlanmış oldukları asit solüsyonunda (%10' luk H_2SO_4) nitrürlenmemiş numunelerin tamamı kolayca aşınırken bunun %10' luk HCl solüsyonundakinden daha büyük olduğunu tespit etmişlerdir. Alüminyum oranı yükseldikçe ağırlık kayıplarının da arttığı ve bu solüsyonlarda iyon nitrürleme işlemiyle korozyon oranının belirgin bir şekilde azaldığını gözlemlemişlerdir. Bunu TiN ve Ti_2AlN fazlarına bağlayarak, buradan TiN' in hazırlanan asit solüsyonlarında Ti_2AlN ' den daha çok korozyon mukavemetli olduğu sonucuna varmışlardır.

Çelik ve Karadeniz, 1996, düşük alaşımlı AISI 4140 çeliğini 500, 550 ve 600 °C sıcaklık aralığında, çeşitli zamanlar için, %50 N_2 -%50 H_2 gaz karışımı ortamında iyon-nitrürlemişler ve oluşan beyaz tabakanın yapısını X-ray difraksiyometre ve optik mikroskopla çalışmışlardır. XRD analizleri üç sıcaklık oranı içinde yüzeyde beyaz tabaka olarak $\gamma-Fe_4N$ ' in olduğunu ve beyaz tabaka kalınlığının 500 ve 550 °C de zaman artışıyla arttığı, bununla birlikte 600 °C de artan zamanla düşme gösterdiği sonucuna varmışlardır.

Çelik ve Karadeniz, 1993, AISI 4140 çeliğini 400-600 °C sıcaklık aralığında 10 mbar basınçta 0.5-12 saat zaman aralığında ve %33 N_2 -%67 H_2 gaz karışımı ortamında iyon-nitrürlemişler ve optik mikroskop ve mikrosertlik cihazı ile malzemenin işlem esnasındaki davranışını incelemişlerdir. Aynı çalışmada ayrıca değişik N_2 ve H_2 oranlarında da çalışılarak gaz karışımının etkisi de irdelenmiştir.

Yasumarı ve arkadaşları, 1993, ostenitik 304 paslanmaz çeliği 823-853 K , $N_2 - H_2$ gaz atmosferinde iyon nitrürlemişler ve işlem sonrası oluşan beyaz tabaka zımpara kağıdı ile alınıp bu nitrürlenen numune iyon kaplama tekniği kullanılarak 623 K' de 0.1 μm ' den daha ince TiN filmle kaplamışlar ve iyon nitrürleme sonrası TiN kaplamanın mekanik özellikleri işlem uygulanmamış, yalnızca iyon nitrürlenmiş, yalnızca TiN kaplanmış numunelerle kıyaslanmışlardır. Sonuçta bileşik kaplanan (iyon nitrürleme + TiN kaplama) aşınma mukavemetlerinin diğerlerine göre arttığı, korozyon mukavemeti için yalnızca TiN kaplanan numunelerde görüldüğünü ve bunun işlem görmeyenlere göre daha iyi olduğunu tespit etmişlerdir. Numunelerin kırılma limiti yalnızca iyon nitrürlenen numunelere göre azaldığı, ama işlem görmemişle karşılaştırıldığında daha iyi olduğu sonucuna varmışlardır.

Cohen ve arkadaşları, 1986, 15-5 PH paslanmaz çelik numunelerini çeşitli değerlerde basınç, zaman ve gaz oranı şartlarında iyon nitrürlemişler ve parametrelerin değişimiyle nitrür tabakalarının kalınlığında değişimi tespit etmişlerdir. Sonuçta beyaz tabaka ve difüzyon tabakası kalınlığının kontrol edilebileceğini ve de seçilen şartlar altında beyaz tabakanın tamamıyla yok edilebileceği sonucuna varmışlardır.

Michalski, 1993, çeşitli plazma şartları altında armco demirinden yapılmış numuneleri anod, katod olarak ve de anod-katoddan izole ederek (sadece plazmaya temas ettirerek) iyon nitrürlemiştir . Sonuçta nitrürleme yerine bağlı olarak nitrür tabakasının yüzey morfolojisi ve büyüme kinetiğinde farklar olduğunu tespit etmiş ve bu amaçla plazma nitrürleme işleminde düşük sıcaklığın rolünü çalışmıştır.

Musil ve arkadaşları, 1993, paslanmaz çelikten imal ettikleri numuneleri d.c. magnetron saçılma yöntemiyle Ti kapladıktan sonra 8 torr toplam basınç, 1/1 oranında N_2-H_2 gaz karışımında iyon nitrürlemişlerdir. X-Ray kullanarak filmlerin faz kompozisyonlarındaki değişimler, EDAX kullanarak kimyasal kompozisyonları ve SEM kullanarak da yüzey topografisini incelemişlerdir.

Kurny ve arkadaşları, 1988, armco demirinde yapılmış numunelerini 475-550 °C sıcaklık oranlarında 25 N₂- 75 H₂ gaz karışımlarında iyon nitrürlemişler ve optik mikroskop, X-Ray difraktometre kullanarak oluşan yapıyı incelemişlerdir. 500-550 °C sıcaklıklar için kısa işlem zamanlarında ostenit fazı tespit etmişler ancak artan işlem zamanıyla bunun ortadan kaybolduğunu gözlemlemişlerdir.

Metin ve İnal, 1987, saf demir numuneleri 500-600 °C sıcaklık, %20-80 azot-hidrojen plazmasında, 0.5, 2 ve 6 saat süreyle iyon nitrürlemeye maruz bırakmışlar ve iyon nitrürleme esnasında yüzey üzerinde demir nitrürlerin (Fe₂N, Fe_{2.3}N ve Fe₄N) oluşum ve büyüme kinetiğini RED, optik mikroskop ve XRD yardımıyla incelemişlerdir. Nitrür tabakası oluşum mekanizmasını gaz nitrürlemeyle karşılaştırmışlardır.

Özbaysal ve arkadaşları, 1986, D2 ve D3 soğuk iş çelikleri, M2 yüksek hız takım çeliği ve H13 sıcak iş çeliklerinden üretilmiş numuneleri 673-793 K sıcaklık, 10 torr basınç, 2-12 h arası zaman dilimleri için nitrürleyerek, XRD, optik mikroskop ve TEM yardımıyla yüzey sertliği ve difüzyon derinliğine sıcaklık, alaşım durumu, zaman parametreleriyle değişimini incelemişlerdir.

İyon nitrürasyon işlemi hakkında yapılan çalışmaların daha çok işlem parametrelerinden sıcaklık ve zaman üzerinde yoğunlaştığı görülmektedir. Bu işlemin diğer parametrelerinden biri, ancak yeterince incelenmemiş olan gaz karışım oranlarının sonuçlar üzerindeki etkisinin ve daha iyi yüzey özelliğinin araştırılmasının gereği düşünülerek bu çalışmada azot-hidrojen gaz karışımına alternatif karışım ve optimum gaz karışım oranının tespiti araştırıldı.

2. KAPLAMA VE YÜZEY İŞLEM TEKNİKLERİ

Yüzey karakteristiklerinin değiştirilmesi için birçok kaplama ve yüzey işlemi mevcuttur. Eğer yüzeye malzeme eklenecekse, kaplama tekniği işlemlerine başvurulur; bununla birlikte eğer yüzey mikroyapısı ve/veya kimyasal kompozisyonu değiştirilecekse, o zaman yüzey işlemi tekniklerine bakılır.

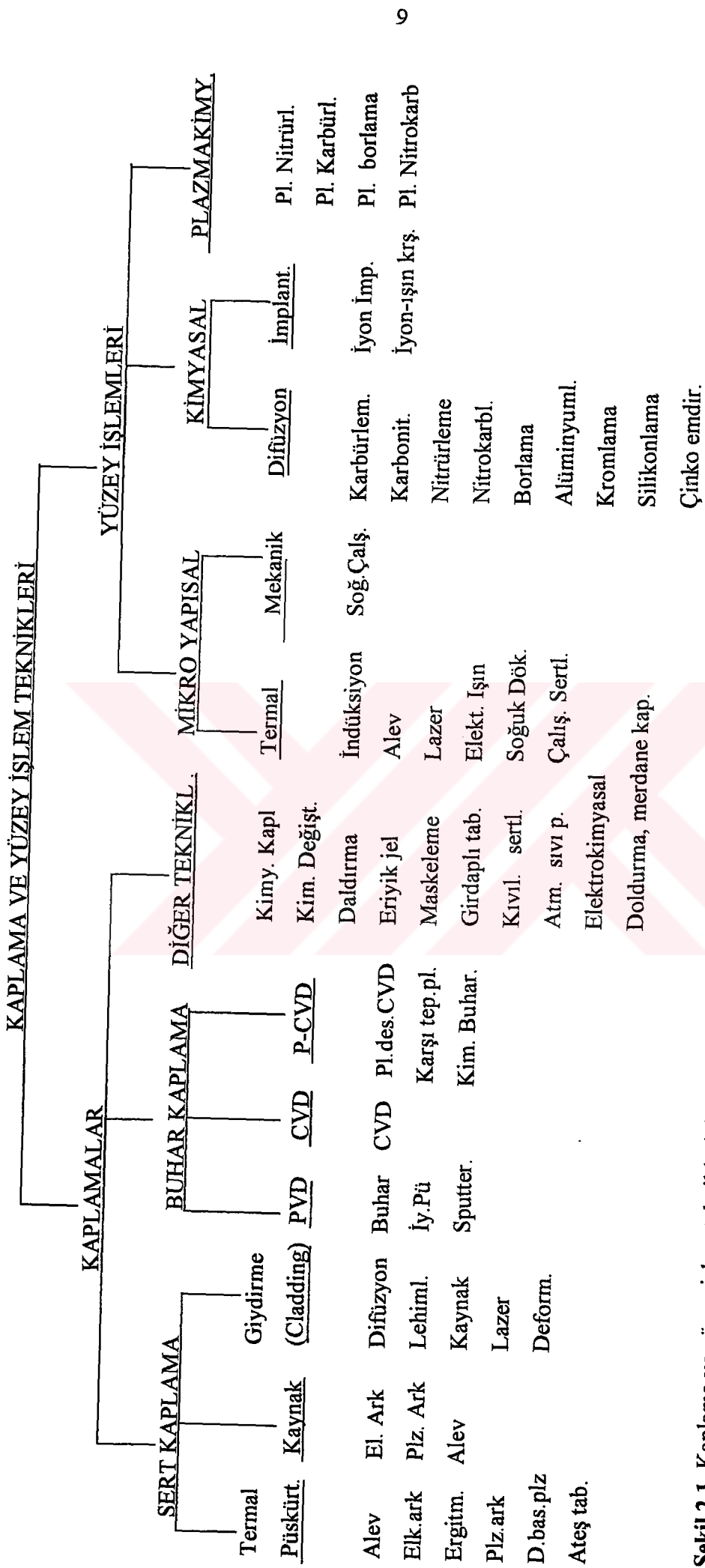
Kaplama veya yüzey işlemi tekniklerinin seçimi; çalışma yerine ait istekler, şekil, ölçü ve ana malzemenin metalurjisi, istenen şekilde kaplama malzemesinin mevcudiyeti, teknik için kaplama maddesinin uygunluğu, istenen yapışma düzeyi, kaplama ekipmanlarının mevcudiyeti ve ekonomikliğe bağlıdır. Kaplama ve yüzey işlem teknikleri, ana malzemeyle uyumlu olmak zorundadır. Örneğin; yüksek sıcaklıklarda yüzey değişimleri (farz edelim 1000 °C) ince ana malzemenin çarpılmasına veya mekanik özelliklerini azaltabilen bir etkiye sebep olabilir.

Şekil 2.1' de yaygın bir şekilde kullanılan kaplama ve yüzey işlem teknikleri görülmektedir. Uygun olan kaplama veya yüzey işlem tekniğinin seçimi çoğunlukla zordur ve her bir tekniğin iyi ve eksik yönlerinin bütün şartları göz önünde bulundurulmak zorundadır. Bu tekniklerin avantaj ve dezavantajlarıyla çalışma şartlarının karşılaştırılması Tablo 2.1 ve Tablo 2.2' de görülmektedir.

2.1. Kaplama Teknikleri

Tribolojik uygulamalar için yüzey karakteristiklerine yeni biçim vermede son yıllarda ekonomik işlem ve istenen önemli esneklikleriyle bir çok yeni kaplama tekniği geliştirilmiştir.

Bu tekniklerden genellikle önemli esneklik ve mükemmel yapışmayla birlikte, ince ve tekrar üretilebilir (birkaç mikrometre veya daha az) kaplamalar başlangıç maliyetinin fazlalığına rağmen daha çok önem kazanmıştır. Kaplama yapışması, CVD, Sputterengin İon beam ve iyon kaplamanın ion beam tipinde daha üstündür, bunu plazma destekli



Şekil 2.1. Kaplama ve yüzey işlem tekniklerinin sınıflandırılması

Tablo 2.1 Muhtelif kaplama ve yüzey işlem tekniklerinin değerlendirilmesi

Kaplama Tekniği	Kaplanan Met. Tipi	Ana Metal	Kaplama Sıcaklığı(°C)	Kalınlık Oranı(µm)	Ön İşlem	Son İşlem	Yapışma Durumu	Yorum
Termal sprey	Hemen her malz.	Hemen hepsi	100-150	50-500	Dağlama	Taşlama	iyi	Deforme olayının önüne geçmek için nispeten kalın zemin(≥250µm)
Kaynak	Çoğu metal ve alş.	Çoğu metal ve alş.	900-1400	750-3000	Mekanik temizlik	Taşlama	iyi	Deforme olayının önüne geçmek için nispeten kalın zemin(≥500µm)
Zırhlama	Çoğu metal ve alş.	Çoğu metal ve alş.	50-1200	50-100000	Mekanik temizlik	yok	mükemmel	Kap. malz. ana malz. ile aynı öz. Taşınması, çok geniş kul. al.
Buharlaştırma	Hemen her malz.	Gaz olmayan her malzeme	200-1600	0.1-1000	Mek. Ve kim. Tem.	Yok	İyi	İnce kaplamalarda normal kullanım
İyon plating	Hemen her malz.	Gaz olmayan her malzeme	100-500	0.02-10	Mek. Ve kim. Tem.	Yok	Mükemmel	Kompleks proseslerde, ince kaplamalarda normal kullanım
Saçılma Çok.	Hemen her malz.	Gaz olmayan her malzeme	100-500	0.02-10	Mek. Ve kim. Tem.	Yok	Mükemmel	Kompleks proseslerde, ince kaplamalarda normal kullanım
Kimyasal buhar kap.	Hemen her malz.	Kapl.sıc.day. her malz.	150-2200	0.5-1000	Mek. Ve kim. Tem.	Yok	Mükemmel	ince kaplamalarda normal kullanım
Plazma dest. CVD	Çoğu metallerde	Gaz olmayan her malzeme	100-600	0.5-10	Mek. Ve kim. Tem.	Yok	Mükemmel	normalde ince kaplamalarda kullanılır, kompleks uygulamalar
Atm.sıvı püs., dald.	Katı yağlar, metaller	Çoğu malz.	25-200	7.5-50	Dağlama	parlatma	Zayıf	Çok ekonomik, hızlı
Girdaplı tabaka	Polimerler	Hemen her malz.	90-300	20-500	Dağlama	Parlatma	Zayıf	Çok ekonomik, hızlı
Eriyik jel	Seramikler	Metaller ve alaşımları	25-850	0.3-10	Dağlama	Parlatma	Zayıf	Çok ekonomik, hızlı
Elektro-kim. kapl.	Metaller, kompozitl.	İletken malz.	25-100	0.1-5000	Kimyasal temizle.	yok	orta	Çok ekonomik, hızlı
Kimyasal kaplama	Metaller, kompozitl.	Hemen her malz.	25-100	0.1-50	Kimyasal temizle.	Yok	Orta	Ekonomik, kaplama yüzeyini izole edebilir
Kimyasal değiştirme	P,Cr,oksit, sülfid değ. ve metaller	Çoğu metaller	0-600	0.1-10	Kimyasal temizle.	Yok	İyi	Taban malzemesi (substrate) sınırlıdır
Met. Olmayan bileşikler	Cu-Sn, Sb-Sn-Cd, Cu-Zn	Demir, çelik, bronz, Al, pirinç	120-600	20-50	Kimyasal temizle.	Yok	İyi	İmalat işlemleri
Kıvılcım sertleştir.	Karbid	Ni,Ti, yük. Hız çelikleri	1000	-	Kimyasal temizle.	Parlatma	iyi	Son işlem gerektirir

Tablo 2.2. İyon nitritleme ile diğer yüzey işlemlerinin karşılaştırılması

İşlem	Taban malz.(substrate)	Difüzyon elementleri	İşlem sıcaklığı (°C)	Kaplama derinliği (µm)	Yorum
Isıl	Çelik	-	750-1300	250-3000	Hızlı, ucuz, otomatik uygulanabilir, yüksek işlem sıcaklığı
Mekanik	Demir alaşımları	-	20	100-500	Yalnızca çalışma sertleşmeli çeliklerde
Difüzyon	Demir alaşımları	C, N, B, Zn, Cr, Al, Si	500-1300	5-500	Hızlı, ucuz, mikro yapıdaki değişimle yüksek sertleşme, yüksek işlem sıcaklığı
İyon implantasyon	Hemen her malz.	Çok	50-200	0.01-0.5	Büyük parasal yatırım, çevre sıcaklığında uygulama, çok ince tabaka
İyon nitürasyon	Çoğu iletken malzeme	N	400-600	50-600	Hızlı, ucuz, düşük işlem sıcaklığı, çok sert yüzey

CVD prosesi takip ederken daha sonra sputtering ve iyon kaplamanın glow discharge tipleri gelmektedir.

Diğer vakum kaplama teknikleriyle karşılaştırıldığında buharlaştırma ile kaplama muhtemelen daha az yapışmakta olduğu sonucuna varılır; bununla birlikte, yüksek nüfuziyete sahiptir. CVD, yüksek sıcaklıklara ($>800\text{ }^{\circ}\text{C}$) dayanabilen yüzeylerde kullanılabilirken, bununla birlikte plazma destekli CVD (PECVD) oda sıcaklığı veya buna yakın sıcaklıklarda kaplamalar için kullanılabilir. İşlemin ion beam tipi oldukça kompleks ve pahalı olduğundan yalnızca istisnai durumlarda kullanılır.

Bunların dışında sert kaplama çeşitleri ve ayrıca bu guruplara girmeyen atomik püskürtme, daldırma, elektrokimyasal kaplama, kimyasal kaplama, eriyik jel gibi kaplama teknikleri de mevcuttur.

2.1.1. Sert Kaplamalar

Sert kaplama, aşınmış bir parça veya serviste aşınmaya maruz bırakılan yeni bir parçanın kaynak, termal püskürtme veya zırhlamayla sert aşınmaya dayanıklı malzemelerin kalın kaplanmasıdır.

Termal püskürtme metotları, iş parçalarının minimum distorsiyon ve iyi işlem kontrolü gerektiren uygulamalarda tercih edilir. Kaynak işlemleri, yüksek bağ kuvvetiyle, kalın kaplamalara oranla kalınlık kontrolü gerektiren uygulamalar için tercih edilmektedir. Termal püskürtme prosesleri pratikte uygulanmaktadır, ancak kaynak kaplama ve zırhlama metotları genellikle metal ve alaşımlarının kaplanması daha çok tercih edilmektedir. Parçalar, uygun pürüzlülüğü sağlamak için nihai parlatmaya termal püskürtme ve kaynak metotlarıyla üretildiğinde ihtiyaç duyarken, giydirmeye (zırhlama yapılmış) parçalar genellikle parlatılmaz.

2.1.1.1. Termal Püskürtme

Daha önceden hazırlanmış olan bir yüzeye çeşitli yöntemlerle eritilen metal tozlarının yüksek hızlarda püskürtülmesi ve orada bu yolla bir tabaka meydana getirilmesi işlemine termal püskürtme denmektedir. Bu yöntem uygulamada imalat ve tamirat maksadıyla kullanılabilmektedir.

Termal püskürtmede, kaplama malzemesi erimenin olduğu yerdeki sıcak bölgeye beslenir, daha sonra ön işleme tabi tutulmuş ana malzeme (kaplanacak malzeme)' ye sevk edilir. Püskürtme malzemesini eritmek için gerekli termal enerji, yanma gazlarının meydana getirdiği alevle, bir buji tarafından yanma gazlarının patlatılması, bir elektrik boşalmasıyla üretilen elektrik plazması veya bir elektrik arkı ile üretilebilir. Kapsama malzemeleri çoğunlukla toz şeklindedir, fakat bazen malzemeler çubuk veya tel şeklinde olabilir.

Termal püskürtme işlemi, püskürtme malzemesinin hazırlanması ve kaplanacak yüzeye sevki farklılıklarından dolayı ; Alev, ergitme, plazma ark, düşük basınçlı plazma, ateşleme tabancası ve elektrik arkı yöntemleri olmak üzere alt guruplara ayrılmaktadır.

2.1.1.2. Kaynak

Kaynak, kullanım amacına göre genel olarak birleştirme kaynağı ve doldurma kaynağı olmak üzere ikiye ayrılır. Kaynak ile kaplama işlemi bunlardan doldurma kaynağı ile yapılmaktadır.

Doldurma kaynağı, lehimleme, metal püskürtme veya eritme kaynağı usullerinin biriyle bir ara metal üzerine, bileşimi ve özellikleri bilinen bir metalin bir veya birkaç tabaka halinde doldurulmasıdır. Tamir veya eksik kısımların tamamlanması maksadıyla yapılan doldurmada dolgu malzemesi, esas metale çok yakın veya aynı bileşimdedir. Esas metale yeni özellikler kazandırmak için yapılan doldurmada, dolgu malzemesi değişik bileşimdedir. Genel olarak dolgu malzemesinin; sertlik, çalışma sıcaklığında sertlik,

aşınmaya karşı dayanıklılık, korozyona karşı dayanıklılık, darbelere karşı dayanıklılık gibi özellikleri sağlaması gerekir. Genelde bu özelliklerin çoğunun bir malzemede bulunması istenir. Ancak bu özelliklere aynı anda sahip olan malzeme bulmak oldukça zordur. Bu yüzden yakın özellikte malzemeler kullanılır. Doldurma malzemesinin verdiği özellikler, kaynak usulüne ve tatbik şartlarına göre değişmektedir.

Doldurma kaynağı yöntemleri alev, elektrik ark ve plazma ark şeklinde sınıflandırılabilir.

2.1.1.3.Zırhlama

Zırhlama metodunda, bir metalik yaprak veya tabaka (birkaç on mikrometreden birkaç milimetreye veya daha ince oranda) kompozit bir yapı üretmek için bir metale metalurjik olarak yapıştırılır. Metalik tozlar veya diğer dolgularda metalik ana malzemeye giydirilebilir. Metaller ve alaşımları; deformasyon girdirme, difüzyon yapıştırma, lehim giydirmeye, kaynak giydirmeye ve lazer giydirmeye metodlarından birisiyle kaplanabilmektedir.

Zırhlama ve bilinen kaplama teknikleriyle kaplanan kaplamalar arasındaki fark kalınlıktır. Zırhlama genellikle, nispeten yüksek kalınlıkta (1 mm veya daha fazlası) uygulanır, halbuki kaplamaların daha ince olduğu gözlenir. Bu metodun sınırlaması, çoğu giydirmeye işlemlerinde giydirmeye malzemesinin sac formunda olmak zorunluluğudur. Ayrıca kompleks şekle sahip ve aşırı büyük ölçülerdeki kaplama parçaları için bu zordur.

2.1.2. Buhar Çöktürmeyle Kaplama

Çoğu yumuşak ve sert kaplamalar buhar fazında uygulanabilir. Buhar kaplama teknikleri üç kısma ayrılır: PVD, CVD ve P-CVD (veya plazma destekli CVD). Her bir kaplama tekniği tercih edilme oranında avantaj ve dezavantajlara sahiptir. CVD prosesi ana malzeme eğer yüksek sıcaklıklara dayanabiliyorsa kullanılabilir (tipik $>800^{\circ}\text{C}$),

bununla birlikte plazma destekli CVD oda sıcaklığı yada oda sıcaklığına yakın sıcaklıklarda kaplamalarda kullanılabilir.

Bu yöntemler yüksek kaplama hızlarında yüksek temizlik, yüksek yapışma ve olağan üstü mikroyapı veya kendine has şekliyle çok ince (nanometre seviyesinde kalınlıkta) üretilme yeteneğine sahiptir. Buhar kaplama metotları yüzey topoğrafisi üretir ve nihai parlatmaya genellikle ihtiyaç duymaz. Buhar kaplama metotlarının önemli bir dezavantajı, vakum sistemleriyle pahalı birleştirme işlemi ve yüksek sermaye ihtiyacıdır.

2.1.2.1. Fiziksel Buharla Kaplama (PVD)

PVD, ana malzeme yüzeyinde atomik düzeyde, yüksek vakum altında (10^{-8} - 10^{-1} torr) buharın yoğunlaşmasıyla kaplama işlemleridir. Kaplama malzemelerinin buharlaştırılması ya ısıtma ile yada iyonların bombardımanı ile meydana gelmektedir. Çökme sıcaklığı genelde 500°C ' nün altındadır ve yapışma oranı çökme başlangıcında malzeme kinetik enerjisi ve kaplanacak yüzeyin temizliğine bağlıdır.

Günümüzde yaygın olarak kullanılan PVD yöntemleri ana hatlarıyla; termal buharlaştırma, iyon kaplama ve saçılma çöktürmesi (sputtering). Bunlardan iyon kaplama ve sputtering metodu hem elektrik boşalması (glow- discharge) hemde iyon demetleriyle (beam) olmak üzere kendi aralarında ayrılmaktadır. İyon kaplamanın iyon beam metodu, sputtering metoduyla karşılaştırıldığında daha iyi koruma ve daha yüksek kaplama oranı vermektedir. İyon kaplama işleminin iyon beam tipinde kaplama partiküllerinin yüksek kinetik enerjisi glow discharge metoduyla karşılaştırıldığında daha üstün yapışma ve ana malzemenin yüksek sıcaklığına ihtiyaç duymaksızın buharlaşma avantajına sahiptir.

Termal buharlaştırma prosesi, PVD kaplama yöntemlerinin en basit olanıdır. Optik, elektronik ve dekoratif uygulamalarda kullanılır. Kaplama yapışma oranı düşük çoğu tribolojik uygulamalar için yetersiz olabilir.

Saçılma çöktürmesi (sputtering) daha yavaş bir işlem olup (bu magnetron ve rf püskürtme tekniklerinin gelişmesiyle hızlandırılmıştır) sert ve aşınma dirençli olan bileşik kaplamalar için tasarlanmıştır.

Glow discharge metoduyla iyon kaplamada kompleks şekilli parçaların yüzeyinde üniform yapışmaya sahip kaplama elde edilmektedir. Başlangıçta kırılma riski olmaksızın korozyona karşı yüksek mukavemetli çökelme kaplamaları geliştirilmişken, son zamanlarda özellikle titanyum nitrit (yüksek hız çelikleri, kesici aletlerde bazı amaçlar için kullanılır) gibi reaktif iyon kaplamalar önem kazanmıştır.

Bütün PVD prosesleri cihazları pahalıdır ve enerji ihtiyaçları yüksektir. Çevresel problemleri yoktur, ayrıca tam kontrol sağlarlar.

2.1.2.2. Kimyasal Buharla Kaplama (CVD)

CVD olarak bilinen ve kimyasal olarak buhar çökertme yoluyla gerçekleştirilen bu kaplama metodunda, kaplanacak yüzeyler üzerinde birkaç mikron kalınlığında kaplanabilen bazı malzemeler sert ve ince bir yüzey tabakası meydana getirirler. Bu tabakalar ana malzemenin aşınma ve korozyon direncini artırdıkları gibi dekoratif bir estetikte sağlarlar. Bu yöntemi kabaca, çökeltmek istenen maddelerin buharının malzeme yüzeyinde, kimyasal bir reaksiyon oluşturmasıyla, uçucu olmayan bir çökelti yapması olarak açıklamak mümkündür.

CVD metodunun kullanımda görülen en önemli dezavantajı yüksek sıcaklıklardaki (1000 -1400 °C) işlemlerde malzeme yapısında bozulmaların gözlenmesidir. Bundan dolayı çelik takımların birçoğu bu metodun dışında bırakılmıştır. Bu metodun temelini genellikle gaz fazında olan kimyasal tepkimelerin katı ürünlerinin kaplanacak malzeme üzerinde çöktürülmesi oluşturur.

Bu metot, takım çeliklerinin ve sementit karpitlerin kaplanmasında endüstriyel olarak yaygın bir şekilde uygulanabilmektedir. Fakat genel amaçlı yapı çeliklerinde ve demir dışı alaşımlarda kullanımı sınırlıdır. Çünkü, bu malzemelerin kaplanacak yüzeye

yapışma kabiliyetine bağlıdır. Kaplanacak yüzey ile kaplanan malzeme arasında gerilmeler meydana gelmemeli ve kaplama yüzeye iyi yapışmalıdır.

Kimyasal reaksiyonlar, genellikle yaklaşık 0.5 torr - 760 torr basınç oranlarında 1500-2200 °C sıcaklık oranlarında meydana gelmektedir. Kaplanacak yüzey genellikle elektrik rezistans, indüktans veya kızılötesi ışınlarla ısıtılır. Düşük basınçlarda, CVD işlemi geniş kaplama yüzeyleri üzerinde üniform ve süper kaliteli kaplama sağlamaktadır. Isı kaynağı olarak lazerin kullanımı, çok küçük parçalı kaplama yüzeylerinde ısıtma ile avantajlı ve gereklidir.

CVD, yüksek kaplama hızlarında üretilen kaplamalarda kullanılan değişik bir metottur. Pratik olarak her bir gaz veya buhar, kaplama malzemesi olarak kullanılabilir. CVD kaplamalar, çoğunlukla diğer buhar veya glow discharge kaplama prosesleriyle karşılaştırıldığında mükemmel yapışma gösterir, ama yüksek işlem sıcaklığı gerektiren kaplama yüzeylerine uygulanmaları yüksek yüzey sıcaklığı gerektirir.

Uygulamada kullanılan CVD yöntemlerini; bilinen CVD, düşük basınçlı CVD, lazer indüklemeli CVD ve elektron destekli CVD şeklinde sıralamak mümkündür.

2.1.2.3.Fiziksel - Kimyasal Buhar Kaplama (P-CVD)

P-CVD, CVD işleminde aktif olarak glow dischajenin kullanıldığı melez işlemlerdir. Bunlar, kabaca plazma destekli CVD (PECVD) olarak adlandırılırlar. PECVD' nin çoğu çeşidi yüksek sıcaklıklı CVD prosesine benzemektedirler. PECVD prosesleri, kimyasal bağların bozunması ve kimyasal reaksiyonların ilerlemesinde glow discharge plazması (basınç oranı 0.01-5 torr) tarafından üretilen yüksek enerjili elektronların sayesinde dikkate değer bir şekilde düşük yüzey sıcaklıkları (100-600 °C) ' da meydana gelen kaplama uygulamalarına izin verir. Bununla birlikte, PECVD işlemi termal CVD' den daha komplekstir.

Termal CVD prosesine karşı, kaplamanın nispeten düşük yüzey sıcaklıkları ve yeterince yüksek kaplama hızlarında çöktilebilen PECVD' nin büyük avantajları sayesinde

yüksek sıcaklıklara dayanamayan yüzeyler üzerine kaplama yapmaya imkan verir. Örneğin, çoğu çelikler özelliklerindeki zararlı etkileri değiştirmeksizin bilinen termal CVD teknikleriyle kaplanamazlar.

PECVD, bilinen termal CVD' den çok daha yüksek çökeltme hızlarına sahip olması düşük sıcaklığının yanında bir diğer avantajıdır. Düşük çökeltme sıcaklığına ilave olarak, PECVD metodu, çok değişik kaplama yüzeylerinde kullanılabilir. Kaplamanın büyümesi esnasında iyon bombardımanının kinetik enerjisi nispeten yüksektir (10-1000 eV), bu ise kaplama yapışmasını kolaylaştırır. Bununla birlikte, termal CVD kaplamasındaki kuvvetli yapışma, çok yüksek yüzey sıcaklıklarında difüzyonun kolaylaşmasındandır.

PECVD prosesinde büyük sınırlama, kaplamanın gelişimiyle plazmanın kuvvetli etkileşimidir. PECVD' nin diğer büyük sınırlaması termal CVD' den çok daha kompleks olmasıdır, ama buharlaştırma veya sputtering gibi diğer vakum çökeltme tekniklerinden daha iyidir. Saf malzemelerin çökeltmesi PECVD ile çok zordur.

2.1.3. Çeşitli Kaplama Teknikleri

Bu teknikler, aşınma korozyon mukavemeti için polimer kaplamalarında, metalik ve metalik olmayan kaplamalar ve kompozit kaplamalarda geniş bir şekilde kullanıma sahiptir.

Bu kısımda adı geçen çeşitli kaplama tekniklerinin çoğuyla üretilen kaplamaların yapışması ve aşınma direnci, buhar çöktürmeyle kaplamalardaki kadar iyi değildir ve kaplama yapışması, sert tribolojik uygulamalarda bazen yeterli değildir. Bununla birlikte, bunlar daha ucuz işlemlerdir ve kaplamanın çeşitli türlerinde muhtelif şartlar altında (kayma mukavemeti uygulamaları için metalik kaplamalar gibi) kullanılmaktadırlar. Kimyasal değiştirme işlemlerinin iyi yapışmalarıyla birlikte geçiş yüzeylerinde (ara yüzey) kaliteleri göze çarpmaktadır. Bunlar, korozyon mukavemeti, yumuşak aşınma mukavemeti ve sonraki kaplamalar için yapışmanın artırılmasının

istendiđi yerlerde geniř uygulama alanı bulmaktadır. Bu yöntemlerden yaygın olarak kullanılanlarını řu řekilde sıralamak mümkündür;

- Atomik Sıvı Püskürtme
- Daldırma Kaplamalar (DIP Coating)
- Girdaplı Tabaka Kaplama
- Spin Kaplama
- Fırçalama, Doldurma ve Haddeyle Kaplama
- Eriyik Jel (Sol- Gel) Kaplama Yöntemi
- Maskeleme ve Litografya
- Elektrokimyasal Çöktürme
- Kimyasal Çöktürme
- Kimyasal Deđiřtirme ile Kaplamalar
- Yarı İletken Bileřim Kaplamalar
- Kıvılcım Sertleřmesi

2.2. Yüzey İşlem Teknikleri

2.2.1. Mikroyapısal İşlemler

2.2.1.1. Termal İşlemler

2.2.1.1.1. İndüksiyon ile Yüzey Sertleştirilmesi

Yüksek frekanslı, indüktif akımdan faydalanarak parça yüzeyinde çok ince bir tabaka ani olarak kritik sıcaklık üzerine çıkarılıp hızlı olarak soğutarak yüzey sertleştirilebilir. En büyük yararı, yüzeyde sertleştirilmek istenen bölge sınırlandırılabilmekte, yani yalnızca istenilen bölgenin sertleştirilmesi sağlanabilmektedir. Bundan başka kısa ısıtma süreleri, minimum yüzey dekarburizasyonu ve oksidasyon, sadece hafif deformasyon, artan yorulma mukavemeti, bir üretim hattı ile birleştirilebilme imkanı ve düşük işlem maliyet gibi avantajlara sahiptir. Yöntem bunun yanında yüksek kalitede cihaz gereksiniminden dolayı yüksek başlangıç maliyeti, bu yönteme uygun şekle sahip olma gerekliliği ve sadece belirli sayıda çeliğe uygulanabilme gibi dezavantajlara sahiptir.

Bu metotla en kolay sertleşen çelikler, karbürlerin çelik içerisinde küçük tanecikler halinde dağılmış yapılarıdır. Alaşımsız çeliklerde % 0.4-0.5 C içeren ve tane boyutu pek büyük olmayan ferritik yapıya sahip çelikler de sertleştirilebilir.

2.2.1.1.2. Alev İle Yüzey Sertleştirme İşlemleri

Alevle ve indüksiyonla yüzey sertleştirme, bir çok konuda eşdeğer sonuçlar veren iki yöntemdir. İndüksiyonla sertleştirme işleminde sayılan avantajlar bu yöntemde de geçerlidir. Alevle sertleştirmenin başlangıç yatırım maliyetleri indüksiyonla sertleştirmeye oranla daha düşük; işlem maliyetleri ise daha yüksektir. Alevle yüzey sertleştirme, malzeme yüzeyinin hamlaç yardımıyla ısıtılıp ani olarak su veya yağ verilerek soğutulması sonucunda elde edilir.

İndüksiyonla sertleştirme için önerilen çelik tipleri, aşağı yukarı alaşımlı takım çeliklerinden yapılmış takımların, kısmi sertleştirmelerinde kullanılan çelikler alevle sertleştirmek için de uygundur. Eğer çelikler yeterli derecede yüksek sertleşebilirlikte iseler istenilen sertlik, havada soğutma ile sağlanabilir. Belirli hallerde alevle sertleştirme, indüksiyonla sertleştirmeye tercih edilmektedir. Çünkü seçilen yüzey alanlarını doğrudan ısıtmak daha kolaydır.

2.2.1.1.3. Lazer İle Yüzey Sertleştirme İşlemi

Lazer ışınları, parça yüzeyine çarptıklarında yüzeyde ısınma meydana gelecektir. Işın kesildiğinde veya hareket ettirildiğinde oluşan ısı iç kısımlara kısa sürede iletileceği için ısınan bu bölge ani olarak soğuyacak ve sertleşecektir. Bu yöntemle bilinen metotlardan daha fazla yüksek sertlik elde edilir. Çok dar ve girilemeyen bölgeler bu yöntemle sertleştirilir. Oldukça temiz yüzey, distorsiyona uğramayan seri üretime uygun ışın yöneltme ile küçük parçaların iç yüzeyleri, dişlilerde sadece sertleştirilmesi istenen kısımlar, istenen sertlik derinliği verilmek kaydıyla yapılabilir.

Ayrıca malzemede sertleşmeye yetecek kadar karbonun, austenit içerisinde çözülebilmesi gerekir. Genellikle sertleştirme işlemi vakum altında veya gaz atmosferi altında yapılabilir. Parçanın son boyutlarında olması gerekir. Çünkü sertleşen tabaka çok ince olduğu için herhangi bir taşlama işlemi yapılmaz. Lazerle yüzey sertleştirme işlemleri çelikler ve dökme demirlere uygulanır. Sıcaklık 1000 -1300 °C' de; difüzyon derinliği 1-100 µm; sertlik ise 600-750 HV olmaktadır.

2.2.1.2.Mekanik Sertleştirme İşlemleri

2.2.1.2.1. Soğuk İşlem

Duktil bir malzeme rekristalizasyon sıcaklığının altında soğuk çekme ile plastik deformasyona uğratılırsa deformasyon derecesiyle orantılı olarak dislokasyon yoğunluğu artar. Birbiri ile kilitlenen dislokasyonlar, dislokasyon hareketlerini engeller.

Bu engellemeden dolayı malzemenin mukavemeti artar. Bu olaya soğuk sertleştirme denir. Dislokasyonlar çok ince olarak dağıldığından sertleşme daha fazla olacaktır. Böylece akma mukavemeti ve sertlik artacak, aynı anda tokluk ve düktilite azalacaktır. Tokluk, çentik darbe deneyi; düktilite ise yüzde uzamayla tespit edilir. Isıtma ile soğuk işlemin sıcaklık aralığı 100-300 °C' dir. Karbürler ve nitrürler toplanarak dislokasyon hareketini engellerler. Bu durumda sertliğin artışı tokluğun düşüşüdür. Bu işlem takım çeliklerinde aşınma direncini artırmak için kullanılmaktadır. Ayrıca yüksek karbonlu martenzit çeliklerinde ve karbürizasyon çeliklerinde aşınma direncini artırmakta kullanılır.

2.2.2. Kimyasal İşlemler

2.2.2.1. Difüzyon İşlemleri

2.2.2.1.1.Sementasyon ile Yüzey Sertleştirme

Sementasyon da yüzey sertleştirme işlemi en eski ve en yaygın olarak kullanılan yüzey sertleştirme yöntemlerinden biridir. Bu işlem az karbonlu çelik parçasının yüzeyine karbon emdirilmesi esasına dayanır. Karbon emdirilmesi işlemi, çelik parçasının, karbonmonoksit içeren bir ortamda austenitleme sıcaklığında tutulmasıyla gerçekleştirilir. Bu işlemin yapıldığı sıcaklığa karbürizasyon sıcaklığı denir. Karbürizasyon normal olarak 825 - 925 °C sıcaklıkları arasında, katı karbürizasyon ortamında, tuz banyolarında ve gazlar içerisinde uygulanır. Yapı parçaları olarak kullanılan çelikler, genellikle kullanım ve maliyet ilişkileri dolayısıyla düşük karbon içerirler. Ancak bu tür çelikler, su verme sırasında hemen hemen hiç sertleşmezler. Bu nedenle yüzeye difüzyonla karbon emdirilerek, sementitli bir yapı eldesine çalışılır. Bu olaya sementasyon adı verilmiştir. Bunun ardından yapılacak su verme işlemi ile cam gibi sert bir yüzey elde edilir. Buna karşılık iç kısımlar karbon olmadığından su verme sonunda sertleşmeden kalırlar ve sünekliklerini korurlar. Böylece hem aşınmaya hem de değişken ve darbeli yüklere dayanıklı parçalar elde edilir.

2.2.2.1.2. Karbonitrürasyon ile Yüzey Sertleştirme

Bir tuz banyosunda veya gaz ortamında uygulanan karbonitrürasyon işlemi sırasında karbon ve azot aynı anda çelik içerisine absorbe edilir. Azot, karbürleşmiş tabakanın sertliğini artırır. Karbonitrürasyon sıcaklığı normal olarak 800-900 °C dir. Ancak bu sıcaklıklardan daha düşük ve daha yüksek sıcaklıklar da kullanılabilir. Bir tuz banyosunda uygulanan karbonitrürasyon, esas olarak siyanür tuz banyosundaki sertleştirme ile aynıdır. Siyanür banyo içerisinde azotun alınışına daha önceki yüzey sertleştirme bölümünde değinilmiştir. Bununla beraber, herhangi bir zıt fikir belirtilmediği sürece karbonitrürasyon demekle azotun karbonla beraber aynı ortamda alındığı karbürizasyon anlaşılır.

Darbe şeklinde olmayan düşük yüzey, basınç kuvvetlerinin aşınma etkisi altında olan parçalara uygulanır. Örneğin dikiş makineleri için delme veya otomat parçaları, büro makineleri, tekstil veya paketleme makineleri özellikle delici parçalarda şeklini koruma dayanımı yüksektir.

2.2.2.1.3. Nitrürasyon ile Yüzey Sertleştirme

Bu işlem çeliğe azot yayındırma işlemidir. Azot demir içinde yayınarak nitrürler oluşturur. Nitrürler, mikroskopla görülemeyecek kadar küçük parçacıklar halinde yapıya dağılmıştır. Yapıyı sertleştiren bu nitrürlerdir. Nitrürasyon işlemi için nitrürasyon çelikleri uygundur. Nitrürasyon, termokimyasal işlem olup genellikle atomik azotun 500-590 °C sıcaklıkları arasında ferrit faza geçişini kapsamakta ve sonuç olarak oda sıcaklığına yapılan soğutma sırasında herhangi bir faz dönüşümünün oluşması söz konusu değildir.

Nitrürasyon işlemi ile çeliğin geliştiren özellikleri aşağıdaki gibi özetlenebilir:

Temperlemeye karşı yüksek direnç ve yüksek sıcaklık sertliği.

Yüksek yorulma mukavemeti ve düşük yorulma çentik hassasiyeti.

Paslanmaz olmayan çelikler için iyileşmiş korozyon direnci.

Nitrür tabakasının derinliğine etki eden esas faktörler; işlem zamanı, sıcaklık, azot aktivasyonu ve çelik bileşimidir. Nitrürasyon işlemi çalışıldığında Fe-N denge diyagramından yararlanılabilir. Alışılmış olarak kullanılan nitrürleme sıcaklıklarında azot, demir içinde çözünür. Ancak bu değer % 0.1 gibi çok küçük bir yüzdendir. Bu orandan daha fazla azot içeriği, kimyasal formülü Fe_4N olan γ nitrür oluşturur. Eğer azot oranı % 6'yı aşarsa γ nitrür, ϵ nitrüre dönüşmeye başlar. 500 °C' nin altında ϵ nitrür oluşabilir. Bu fazın azot oranı yaklaşık % 11 ve kimyasal formülü de Fe_2N ' dir.

Optik mikroskopla γ ve ϵ nitrürler "beyaz tabaka" denilen bir yüzey tabakası olarak görülür. Nitrürasyon sırasında beyaz tabakanın kalınlığındaki artışla azotun çeliğe daha fazla yayılması aynı anda yürür. Çözünürlük sınırı azaldığında nitrür tane sınırlarında ve belirli kristalografik düzlemler boyunca çökeller.

Alaşım elementlerinden Al, Cr ve Mo nitrür oluşturuca olarak kullanılırlar. Azot, karbonla beraber karbonitrür yapar. Karbonitrürün miktarı azotun ve karbonun aynı anda çelik tarafından yapıya alınmasıyla artabilir. Tüm çelikler nitrürlenebilir.

Katı Ortamlarda Yapılan Nitrürleme İşlemi

Toz nitrürasyonunda parçalar kutu içine yerleştirilirler. Yaklaşık olarak ağırlıkça % 15 oranında nitrürasyonu hızlandırıcı malzeme, kutunun dibine ilk olarak koyulur. Daha sonra nitrürlenecek parçalar yerleştirilir. Nitrürasyon tozları da bir tabaka halinde bu parçaların üzerine koyulur. Kutular sıkıca kapatıldıktan sonra sıcaklığı 520-570°C olan bir mulf fırının içine yerleştirilir. Nitrürasyon işleminin 12 saati geçmemesi önerilir.

Gaz Ortamda Yapılan Nitrürleme İşlemi

Nitrürleme hassas sıcaklık kontrollü elektrik fırınında uygulanır. Nitrürlenecek parçalar çok iyi bir şekilde temizlenmeli ve yağdan arındırılmalıdır. Eğer parçanın bazı kıvrımlarının yumuşak kalması istenirse bunların Cu, Sn ve Ni kaplanması gerekir. Bu kaplama tabakası, azotun çeliğe girmesini engeller. Parçalar, nitrürasyon kutusuna

yerleştirildikten sonra kutu kapanır. İçindeki havanın tümü dışarıya atılıncaya kadar amonyakla yıkanır. Amonyak kutu içine bırakılır. Çıkış gazının kimyasal bileşimi de ayrışma pipetleri ile belirlenir. Nitrürasyon tamamlanınca kutu, fırından çıkarılır.

Tuz Banyosunda Nitrürasyon

Nitrürlenecek malzemeyi, içerisinde belirli yüzdelerde NaCN ve KCN ile birlikte az miktarda da karbonat ve siyanatlardan oluşan tuz karışımının 575 °C de 12 saat kadar yaşlandırılmasından sonra, 550-570 °C sıcaklık aralığında belirli bir süre bekletme işlemidir. Bu süre genelde 1-4 saattir. Ancak işlem süresinin kısa tutulma zorunluluğu zaman avantajı yanında gerekenden daha ince tabaka teşekkülüne sebep olmaktadır

2.2.2.1.4. Nitrokarbürleme ile Yüzey Sertleştirme

Bu işlem, 540-600 °C' de azot, karbon,ve çok az miktarda da sülfür ortamında yapılır. Nitrokarbürleme işleminde, karbon difüzyonundan daha yüksek düzeyde azot difüzyonu söz konusudur. İşlem genelde 570 °C' de yapılır. Bu sıcaklığın altında azot, karbondan daha fazla çelik içinde eriyik haldedir. Malzeme içine difüze olmuştur. Beyaz tabaka, yaklaşık 10-25 µm kalınlığındadır. Bu tabakanın altında alaşım nitrürlerinin olduğu difüzyon tabakası vardır. Bu tabakada yorulma mukavemetini artırmaya yarar. Nitrokarbürleme işleminin avantajı, karbürleme ve karbonitrürlemeye göre daha iyi aşınma direnci sağlar. Bu işlem sıvı ve gaz ortamlarda yapılmaktadır.

2.2.2.1.5. Borlama İle Yüzey Sertleştirme

Borlama işlemi, katı, sıvı, gaz ve plazma ortamlarında 900-1100 °C arasında, 1-6 saat sonucunda gerçekleştirilir. Nitrürasyonda olduğu gibi borlamada da borür ve bor karbonlarının meydana gelmesi sert tabakalar oluşturur. Borlama işleminde tabakanın kalınlığı, 100 µm' dir. Demir borla, FeB ve Fe₂B tabakası oluşur. Bunlardan FeB tabakası çok serttir. Orta karbonlu çeliklerde 1800-2000 HV sertlik çıkabilmektedir.

Fe₂B fazı ise yumuşak, duktıl ve oldukça homojendir. Sertliği 1500 - 1600 HV dolayındadır.

İşlem sırasında oluşan boyut değişimleri kontrol edilemediğinden bu yöntem yaygınlaşmamıştır. Erişilen sertlik değerleri yüksek olduğundan (HV= 1500 ... 2000 kp/mm²) sertleştirilmeden sonra herhangi bir işlemin yapılması güçtür.

2.2.2.1.6. Kromlama İle Yüzey Sertleştirme

Kromlama, kromun yüksek karbonlu çeliklere 950-1300°C sıcaklıklarında difüzyonu işlemidir. Bu işlem, oksidasyona ve aşınma direncine karşı dayanımı sağlar. 1300°C sıcaklıkta ve 3 saat sürede difüzyon tabakası kalınlığı 0,18 µm elde edilebilir. Sertlik 1200-1300 HV mertebesindedir. Çeliklerde bulunan karbon, kromun difüzyonunu engeller. W, Mo ve Si gibi elementler kromun difüzyonunu hızlandırmaktadır.

2.2.2.1.7. Silikonlama İle Yüzey Sertleştirme

Yüksek direnç ve aşınma için çelik veya dökme demire, silikon difüzyonu işlemidir. Bu işlem, 1100-1200°C' de, 2 veya 4 saat süre içinde yapılmaktadır. Difüzyon tabakası kalınlığı 0.2 - 0.8 µm dolayındadır.

2.2.2.1.8. Alüminyumlama İle Yüzey Sertleştirme

Düşük ve orta karbonlu çeliklerin yüzeylerine korozyon ve oksidasyon direncini arttırmak üzere yüksek sıcaklıkta alüminyum difüze işlemidir. Difüzyon tabakası düşük karbonlu, çelik için 0.2-0.5 µm arasındadır. Difüzyon tabakası aşınma ve korozyona karşı mükemmel direnç sağlar. Genellikle % 25 alüminyum bu işlem için yeterlidir. Daha düşük Al yüzdesinde alaşım tabakası iyi tokluk ve düktilite sağlar.

2.2.2.1.9. Çinkolama ile Yüzey Sertleştirme

Çinkonun, demir veya çelik içerisine, 350-450 °C' de ısıtma ile difüzyon işlemidir. Demir-çinko tabakası düzgün ve oldukça güçlü yapı sağlar. Korozyona karşı mukavimdir. Telekomünikasyonda, otomotiv endüstrisinde vb.. gibi tüm mühendislik endüstrilerinde kullanılmaktadır.

2.2.2.2. İmplantasyon

2.2.2.2.1. İyon İmplantasyonu

İmplantasyon işlemi, azotun iyonize edilmesi, bu iyonların tipik olarak 100 KeV' luk bir enerji ile hızlandırılmaları ve yüksek hızlı iyonların vakum altındaki hedef malzemeye yönlendirilmesiyle gerçekleştirilir. İyonlar yüzey içine implante olurlar ve yüzeye yakın bölgenin yapı ve bileşimini değiştirirler.

İmplant edilmiş malzemedeki değişimler;

- a) İmplant edilmiş iyonlar dislokasyonlar gibi yapı hatalarıyla etkileşerek bunların hareketini zorlaştırır ve önler,
- b) Yüzeye yakın bölgeye zorla enjekte edilen atomlar kalıcı basma gerilmeleri oluştururlar. Bu da, yüzey çatlaklarının aşınma koşullarında açılma eğilimini azaltır,
- c) İşlem esnasında azot iyonlarının krom ve vanadyum gibi alaşım elementleriyle birleşmesi sonucu yüksek sertliğe sahip nitrürler oluştururlar,
- d) İyon implantasyonu metallerin en üst yüzey bölgelerinin kimyasal afinitelerini azaltır; normal oksit gelişmesini teşvik eder, şeklinde sıralanabilir.

İyon implantasyon, 10^{-3} - 10^{-4} Pa veya 10^{-5} - 10^{-6} torr yüksek bir vakum ortamında 10-500 KeV enerjiye sahip iyonların sayesinde malzeme içine difüze olması sonucu 0.01-0.5 μ m derinlikte genellikle 0.1 μ m derinlikte bir katının yüzeyine yakın kısmında fiziksel ve kimyasal özelliklerini değiştirerek bir difüzyon tabakası oluşturulmasıdır. İyon

implantasyonu ile deęiştirilen tabakanın kalınlığı son derece az ve iyon implantasyon genellikle düşük sıcaklıklarda (200 °C' den daha az)gerçekleştirilir.

İyon implantasyon işleminin belirgin özellikleri bileşen yüzeyi içerisindeki sertlik ve yoğunluğu iyileştirmek, aşınma direncini, yorulma direncini, korozyon direncini iyileştirmek, bazen de kayma sürtünmesini azaltmaktır.

İyon implantasyonu ile oluşturulan alaşımın nitrürleme ve termokimyasal işlemlerle elde edilenden farklı özellikleri şu şekilde sıralanabilir;

- 1) Yüksek enerjiye sahip (> 10 KeV) iyon implantasyonu bileşiminde termodinamik bir sınırlama olmadan yüzeye yakın bir bölgede özel bir atomik karışım oluşturur.
- 2) Elde edilen derinliğin profili, iyon akışı ve kinetik enerjinin optimize edilmesiyle kontrol edilir.
- 3) İşlem, kafes yapısı içinden önemli derecede atom çıkarma işlemidir.
- 4) İyon implantasyonu athermal bir metottur.

İşlemin avantaj ve dezavantajlarını ise şu şekilde sıralamak mümkündür;

Avantajları:

- a) Katı çözülebilirlik limiti aşılabılır
- b) Difüzyon tabakası yüzeyi ve iyon türlerine göre deęişkendir
- c) Kaplama metotlarındaki yüzeye yapışma problemi olan ara yüzey yoktur
- d) Alaşımlandırma difüzyon sabitinden bağımsızdır
- e) Malzeme boyutunda büyüme ve yüzey bitirme işlemleri yoktur
- f) Düşük sıcaklıklarda yapılır
- g) Keskin ara yüzey olmaması nedeniyle adhezyon sorunu yoktur
- h) Otomasyona elverişli olduğundan yüksek kontrol özelliğı vardır
- i) Temiz vakum işlemidir, zehirli deęildir
- j) İşletme maliyeti düşüktür
- k) Malzeme sınırlaması yoktur, tüm metalik malzemelere uygundur

Dezavantajları:

- a) Sadece görünen yüzeyin işlem görebilmesi
- b) İşlemin derinliğinin az olması
- c) Vakum prosesi gerektirmesi
- d) Elle kullanılan bir vakum ortamı gerektirmesi
- e) Nispeten pahalı sistem maliyeti
- f) İşlem parametrelerinin gelişme sürecinde olması

Bu metodun uygulandığı malzemeler; metaller (Fe, Cu, Al, Ti, Be, Mo, çelikler, fosfor, bronz), metal olmayan malzemeler, Cermetler (Co-Wc), seramikler, polimerlerdir.

2.2.2.2. İyon-Işın Karışımı

İyon-ışın karışımı (İyon karışımı) enerjitik iyon bombardımanı altında kaplanacak tabaka ile kaplama yüzeyinin iç kısımlarında oluşan iç karışım ile yüzey alaşımı oluşturma tekniğidir.

Yüksek enerjili, kolay elde edilebilir gaz iyonları bazı atomları kaplama yüzeyinden ana metale doğru iterken, ana metaldeki atomlarda kaplama yüzeyine implante edilir. Implante edilen iyonların enerjisi, kaplama yüzeyinden ana metale nüfuz edecek şekilde (100-500 KeV) seçilir. Böylece ana metal ile kaplama yüzeyinin atomları birbirine karışır ve iç yüzeyde kenetlenme sağlanır. Bu yöntemde hem implantasyon hem de metal buharlaşmasıyla film oluşturma işlemleri birlikte kullanılmaktadır. Bu işlemlerde iki alternatif vardır,

- a) Ya tek veya çok katlı filmi malzemede oluşturmak ve sonradan yüzeyi iyon bombardımanına tabi tutmak
- b) Yada kaplanacak filmi, iyon bombardımanı ile aynı anda oluşturmak . Tabakayı iyon bombardımanı esnasında aynı zamanda çökertmek

Bu işlemin özelliklerini ise şu şekilde sıralamak mümkündür;

- 1) Ana metalin yüzeye yakın kısmında, uygun ince bir difüzyon tabakası oluşturulması için iyon implantasyonu uygulanır, iyon-ışın formunda eldesi hem pahalı hem de zordur.
- 2) Alaşım elementlerinden iyon-ışın karışımı direk implantasyondan daha yüksek bir enerji konsantrasyonu sağlanabilir.
- 3) Kolay elde edilebilen Ar^+ , Kr^+ , O, N gaz iyon ışınları sayesinde gerekli bileşim konsantrasyonu elde edilebilir.
- 4) Ana metal ile kaplama yüzeyi arasındaki kenetlenme kademeli olarak artar.
- 5) Bombardımana tabi tutulan kaplama yüzeyi yüksek yoğunluk ve artan basınç mukavemeti sayesinde yüksek sertlik elde edilir.

2.2.3. Plazmakimyasal İşlemler

2.2.3.1. Plazma Nitürleme

Daha sonraki bölümlerde ayrıntılı olarak ele alınacağı gibi, plazma ile nitürleme , bir diğer ismi ile iyon nitürasyon, iki elektrot arasına birkaç yüz voltluk potansiyel fark (300-500 V civarında) uygulanmasıyla 1-20 mbar basınç aralığında gaz atmosferinde (azot, hidrojen veya argon, yada karışımları) meydana gelmektedir. İlave edilen gaz elektrik alanı içerisinde iyonlaşır ve iyon nitürasyon ile beraber bir parlama görülür.

Olay şöyle açıklanabilir. Anot-Katot arasındaki yüksek gerilim düşümü dolayısı ile hızlanan yüklü parçacıklar çarpışma ile katot önündeki gaz atomlarını iyonize ederler. Ortaya çıkan iyonlar, pozitif yük taşıyıcı halinde metal yüzeyine çarparlar. Voltaj düşümü doğrusal olmayıp düşüm hemen hemen katodun bir kaç mm önünde gerçekleştiği için çarpışmanın tamamı ve iyonizasyonun tamamına yakını bu bölgede gerçekleşir. Çarpma sonucu saçılma, birikme ve difüzyon olayları meydana gelmekte ve daha sonra mekanizmasını açıklayacağımız işlem neticesi yüzeyde beyaz tabaka ve hemen onun altında ise difüzyon tabakası meydana gelir ki bu tabakanın sertliği zaman ve sıcaklığa bağlı olarak normal malzeme sertliğinin 1.5-3 kat kadardır.

2.2.3.2. Plazma Karbürleme

Plazma karbürleme, işlemin geometrisi açısından iyon nitrürleme işleminin hemen hemen aynıdır. İş parçası genellikle dc elektrik devrelerinde katot yapılır. Glow discharge plazması, uygun basınç altında (1-20 torr), yüksek voltajın (genellikle 1000 V' de daha düşük) anot ve katot arasına uygulanmasıyla elde edilir. Çalışma sıcaklığı genelde 85-1050 °C ve işlem sonrası elde edilen tabaka kalınlığı 1.2-1.4 mm'dir. Karbürleme gazı (genelde hidrokarbon) bu plazmada ayrıştırılır ve böylece yüksek karbon potansiyeli yüzey üzerine uygulanır ve tesis edilir. Bu işlem, karbürleme sıcaklığında ostenitik matrikse doğru karbon difüzyonuyla kontrol edilir.

Demir alaşımlarında plazma karbürleme, ostenitik faz bölgesinde meydana gelir ve yüzey sertliğinin artırılması sağlamak için bu fazdan soğutulur ve martenzitik yapı elde edilir. Demir dışı metallerde, yüzey sertliğinin artırılması, metal karbitlerin yüzeye yakın çökeltiler veya sert bileşik tabakaların oluşumuyla sağlanır.

İşlemin bilinen karbürlemeye göre;

- a) Karbonla yüzeyin hızla doymasından dolayı daha kısa işlem zamanı
- b) Plazmayla iş parçasının tamamen sarılmasından dolayı üniform tabaka kalınlığı
- c) Yüksek sıcaklık sebebiyle sisteme karbür difüzyonunun artırılabilmesi
- d) Plazma nitrürlemenin sağladığı diğer avantajlar gibi birçok üstünlükleri vardır

2.2.3.3. Plazma Nitrokarbürleme

Plazma nitrürlemedeki gibi bu tip ısıtma işlemi 592 °C' nin altında bir sıcaklıkta gerçekleştirilir, yani ferritik şartlar altındaki malzemelerde, azot-hidrojen atmosferinde yapılan plazma nitrürlemenin aksine plazma nitrokarbürleme atmosferi azot-hidrojen-metan veya azot-hidrojen-karbon dioksit ihtiva eder. Isıtma işlemin amacı, bileşenlerin yüzeylerinde bir ϵ karbonitrit tabakası oluşturarak, sade karbonlu veya düşük alaşımlı çeliklerin korozyon ve aşınma mukavemetlerini artırmaktadır. Şimdilerde bu tip ısıtma

işlemler, ya ergimiş siyanür tuzları yada gaz atmosferlerinde, daha sık olarakta her ikisinin bir karışımında gerçekleştirilir.

Bu konuda plazma ile yapılan işlemde amaç istenen şartlara uygun tek fazlı ϵ karbonitrit tabakasının oluşturulmasıdır. Ancak bu işlem yapılırken istenen şartların tam oluşmasında bir çok zorlukla karşılaşmaktadır. Bu zorluklar genelde işlem esnasında yüzeyden saçılan karbonun etkisiyle ilgilidir. Çünkü saçılan karbon, nitrürleme için seçilen gaz karışımına karışabilir. Çok fazla miktarda karbon ise beyaz tabaka (ϵ)'nın içerisinde sementit (Fe_3C) oluşturabilir. Bu durum ise bu tabakanın işlevini tam olarak görmesini engelleyebilir.

2.2.3.4. Plazma Borlama

Borlama işlemi, 700-1000 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta hem demir hem de demir dışı malzemelere bor ilavesini kapsamaktadır. İşlemin bu tipi endüstride geniş bir şekilde her ne kadar kullanılmıyorsa da, uygulamaları birçok avantajlara sahiptir. Bunlar örneğin, seramik tuğlaların imalinde ve çelik kalıpları korunmasında kullanımları gibi.

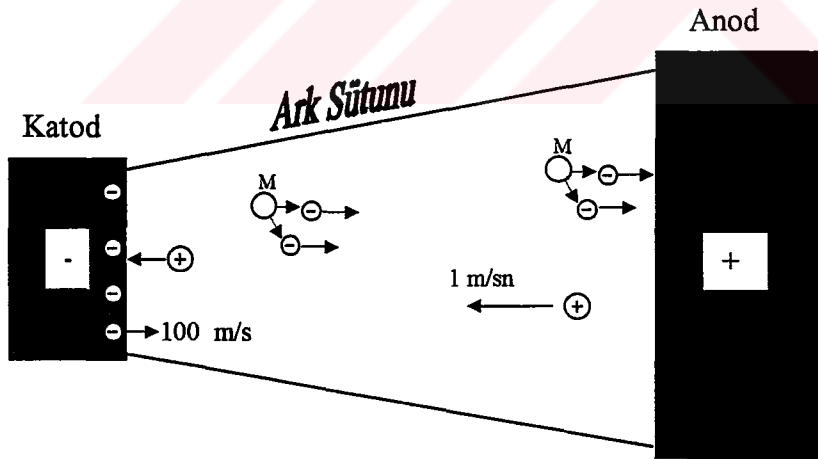
Plazma borlama işleminde malzeme yüzeyinde FeB ve Fe_2B oluşturulmaktadır ve bu tabakaların sertlikleri 1500-2000 HV kadardır. Elde edilen bu sert tabaka aşınmaya karşı dayanımı artırmaktadır. Plazma nitrürleme ve plazma karbürlemenin aksine bu işlemde zehirli bir gaz atmosferi söz konusudur.

3. PLAZMA

Maddenin kendine has özeliği bulunan katı, sıvı, gaz ve plazma olmak üzere dört hali vardır. Bunlar arasındaki asıl fark sahip oldukları enerjidir. Yani bir haldeyken enerjisini değiştirerek diğer hale geçirmek mümkündür. Katı haldeki bir maddeye belirli, o maddeye özel bir enerji verilirse sıvı, sıvı hale belirli bir enerji verilirse gaz ve gaza belirli bir enerji verilirse plazma haline geçer. En küçük enerji konumunda olan katı ve en büyük enerji konumunda olan da plazma halidir.

Katı + E_1	$\Leftrightarrow$ Sıvı	(Ergime)
Sıvı + E_2	$\Leftrightarrow$ Gaz	(Buharlaştırma)
Gaz + E_3	$\Leftrightarrow$ Plazma	(İyonize etme)

Plazma içerisinde iyon ,elektron , uyarılmış atom , foton ve nötral atom veya molekül içeren bir karışımdır. Plazma tabiatta güneş ve bazı yıldızlar içinde, yıldırım ve elektrik boşalmalarında görülür (Karadeniz, 1990).



Şekil 3.1. Plazma mekanizmasının şematik görünüşü (Karadeniz, 1990)

Plazmayı meydana getiren elemanları kısaca izah edersek; ihtiva ettikleri pozitif yüklerin sayısı negatif yüklerin sayısına eşit olan atom ve moleküle nötral atom ve molekül denir. Nötral moleküle o elemente özel disosyasyon enerjisinden daha büyük bir enerji verilirse, bu molekül atomlarına ayrışır. Bu olaya disosyasyon denir. Aynı şekilde, ihtiva ettiği pozitif yüklerin sayısı negatif yüklerin sayısından büyük atomlara iyon denilmektedir. Nötral bir atoma bu elemente özel iyonizasyon enerjisinden daha büyük bir enerji verilirse bu atom en az bir elektronunu kaybederek iyon haline geçecektir. Bu olaya iyonizasyon denir. Enerji yüklü ışın parçacığına foton, üzerine iyonizasyon enerjisinden daha düşük enerji almış ve elektron kaybetmemiş atoma uyarılmış atom denmektedir.

3.1. Plazmanın elde edilmesi

Bir atoma kendi iyonizasyon enerjisinden daha büyük bir enerji verilirse atom iyonize olur. Bu işlem bir gaz kütlesi için gerçekleştirilirse plazma elde edilmiş olur. Plazma elde etme yöntemlerini ;

- Isı enerjisi vererek
- Sıkıştırma ile
- Işınla
- Elektrik boşalmasıyla

plazma elde etme şeklinde sıralayabiliriz.

3.2. Elektrik Boşalması ve Mekanizması

Plazma elde etme yöntemlerinin en önemlisi ve yaygın olanı elektrik boşalmasıyla elde edilenidir. Elektrik boşalma mekanizmasını kısaca açıklayalım. Bir elektrik gerilim kaynağı gaz içinde bulunan iki iletken plaka arasına bağlanırsa belirli şartlar gerçekleştiği takdirde tatbik edilen gerilim plakalar arasındaki gazın delinme geriliminin üzerinde ise bu iki plaka arasında bir elektrik akımı akar. Eğer akım 10 A 'den büyük ise elde edilen sistem elektrik arkı adını alır. Bu Şekil 3.2' de gösterilmiştir.

Bir elektrik arkında üretcin artı kutbunun bağlandığı iletken anod, eksi kutba bağlandığı iletken katot adı verilir. Bu iki kutup arasına tatbik edilen elektriki gerilim sonucu anod ile katod arasında $E=U/L$ (volt/cm) ile verilen bir elektrik alanı oluşur. Bu elektrik alanı ark içerisindeki yüklü parçacıklara değeri $F= q \cdot e$ ile verilen bir kuvvet etki ettirir. Bu kuvvet elektron ve tek katlı iyonize olmuş atomlar için

$$F_e = -q \cdot E$$

$$F_{iyon} = q \cdot E$$

Bu kuvvetin sonucu elektronlar katottan (- kutubdan) anoda (+ kutuba) doğru, iyonlar anottan katoda doğru hareket eder. Ancak elektronlar hem kütle hem de hacimce iyonlardan küçük olduğundan hız ile kütle arasında ters orantı olmasından dolayı iyonlardan çok daha (100 ile 1000) hızla hareket ederler, ayrıca serbest yol uzunlukları da farklıdır.

Elektrik arkında, ark mekanizmasını başlatan ilk nüveyi oluşturan akım taşıyıcı elektronlar, anot ile katot arasına tatbik edilen elektriki gerilim dolayısıyla katot önünde oluşan elektrik alanı sayesinde katoddan çıkar. Bu elektronlar daha sonra anot istikametindeki hareketi nedeniyle sahip oldukları kinetik enerjilerini diğer atomlara çarptıklarında o atomlara verip onlardan elektron çıkarmaları yani onları iyonize etmeleri ile ark içerisindeki elektron ve iyon miktarı artmaktadır. Daha sonra katodun ısınmasıyla da ısı enerjisi ile emisyon işe girmektedir. Burada sözünü ettiğimiz katı bir malzemeden elektron çıkarma işlemi olan elektron emisyonu dört yolla olmaktadır. Bunlar katı malzemeye elektrik alanı tatbik ederek, ısı enerjisi vererek, küçük kütlelerin bombardımanı ile ve ışın enerjisi iledir.

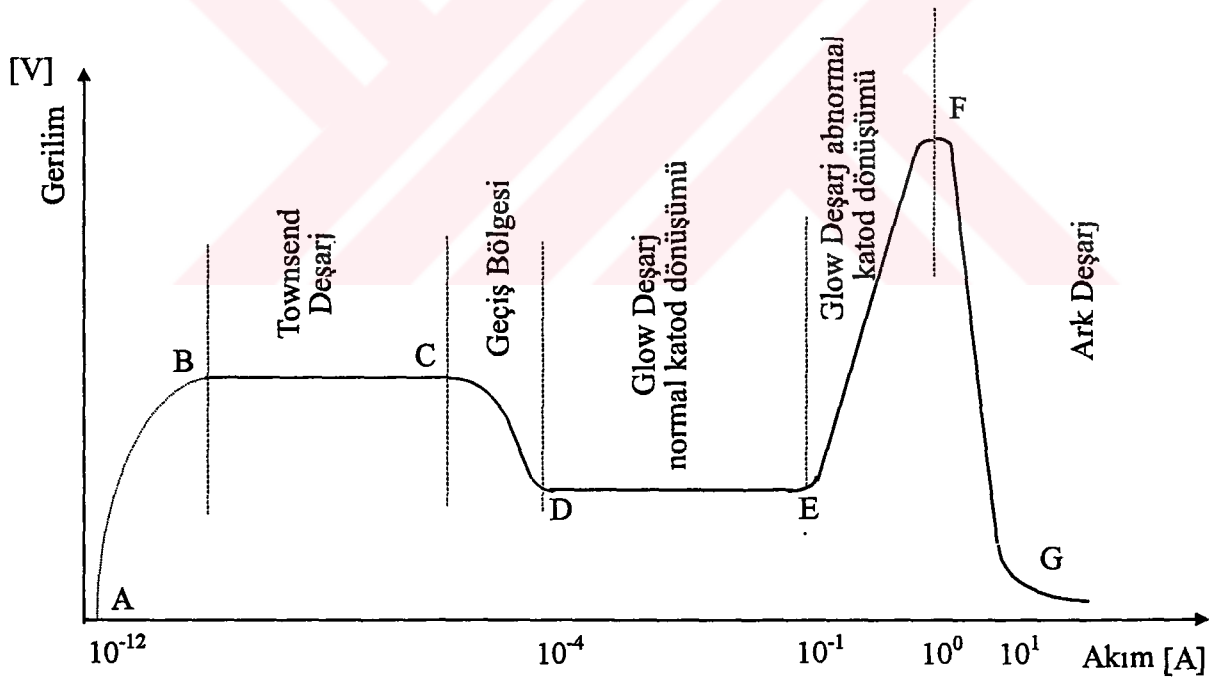
Elektrik boşalmasının oluşması için iki şart vardır.

- a.) Gaz atomlarının çarpışma yoluyla iyonizasyonu
- b.) Pozitif iyonların katoda gelip çarptıklarında (bombardıman) katodik elektronların çıkması (sekonder elektron emisyonu) gerekir.

Yukarda bahsedildiği gibi bir elektron kütlesi bir iyonla nazaran çok küçüktür. Aynı elektrik alanının etki ettirdiği kuvvetlerin mutlak değerlerinin eşit olduğu düşünülürse elektronların elektrik alanı içerisindeki hızlarının çok daha fazla olacağı kolayca görülecektir. Çünkü aynı kuvvet küçük kütleyi daha büyük hızlara çıkaracaktır. Yüklü parçacıkların (elektron , iyon) hareketi de elektrik akımından başka bir şey olmadığından ve de elektron hareketliliği iyonla göre daha yüksek olduğundan elektrik arkında akan akımın hemen hemen hepsi elektronlar yoluyla iletilir.

3.3. DC Glow Discharge da Oluşan Bölgeler

Plazma kendine has özelliklere sahip olan bir çok bölgeden meydana gelmiştir. Düşük bir basınçta yüksek empedans dc güç kaynağı kullanılarak oluşturulan bir glow discharge plazmasında şu olaylar ve ayırt edici bölgeler meydana gelmektedir;



Şekil 3.2. Elektrik boşalmasında Akım-Gerilim ilişkisi.

Çok küçük bir akım en başta sistemde bulunan ilk yüklü parçacıkların küçük bir kısmı nedeniyle akar. Voltaj artırıldığı zaman yeterli enerji daha fazla taşıyıcı oluşturmak için yüklü parçacıklara verilir. Bu olay nötral gaz atomlarının impact iyonizasyonu (gaz

atomlarının çarpışma yolu ile iyonizasyonu) ve sekonder elektronların açığa çıkması ile (pozitif iyonların katoda gelip çarptıklarında katoddan elektron çıkarmaları) katot da iyon çarpışmaları sayesinde olur (sekonder elektron emisyonu).

Yükli parçacıkların çoğalmasıyla akım aniden artar. Fakat güç kaynağının çıkış empedansı ile sınırlı olan voltaj sabit kalır. Bu olay townsend boşalması olarak bilinir. İyonların ve elektronların çok büyük bir kısmı çığ gibi meydana gelir. Sonunda meydana gelen elektronlar yeterli olduğu zaman ilk durumda bulunan aynı sayıdaki elektronları yeniden meydana getirmek için yeterli iyon üretilir ve boşalma kendiliğinden olur. O andan itibaren gaz parlamaya başlar ve voltaj akımı da keskin bir artış eşliğinde düşer. Bu durumda normal glow oluşur. Başlangıçta katodun iyon bombardımanı üniform değildir. Fakat iyon bombardımanı katodun kenarının yanında veya diğer yüzey düzensizliklerinde yoğunlaşır. Daha fazla güç uygulandığı için bombardıman hemen hemen üniform akım yoğunluğu elde edilinceye kadar giriş yüzeyini üzerine artan bir şekilde yayılır. Güçte daha fazla bir artış daha yüksek voltaj ve akım yoğunluğu seviyesiyle sonuçlanır.

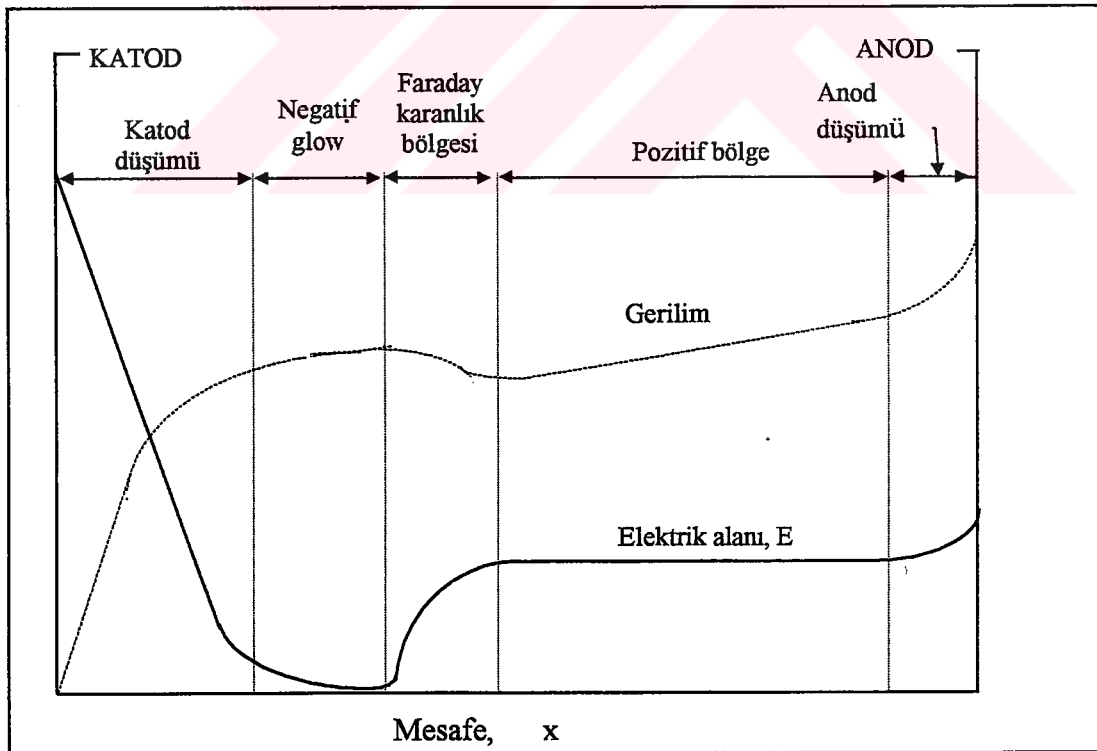
Şekil 3.2' de çeşitli boşalmalarda akım gerilim karakteristiklerinde görüleceği gibi AB, BC, DE bölgeleri çok düşük akım bölgeleridir. Yani normal stabil ve zayıf akımlarda çalışan bölgeler iyon nitrürasyon işlemlerinin yüksek güç ve akım yoğunluğu gerektirmelerinden ayrıca anormal, instabil ve yoğun akım bölgelerinde olduğundan işlem açısından incelenmez. Kısaca iyon nitrürasyon işleminin vuku bulduğu bölge anormal, instabil bölge olan EF bölgesidir. Bu instabil, anormal (gd)'nin kontrol ve kumandası doğru şekilde iyonitürlenmiş yüzey tabakalarının üretiminde en önemli özelliktir. Bu tip boşalmaların karakteristiklerinin kontrolünün oldukça kolay olduğunu gösterir.

Glow Discharge'nin anormal bölgelerinde G' nin hemen önünde çalışırken akımdaki çok küçük bir artış o noktada boşalmanın hızla yoğunlaşmasına yol açar. Anormal, instabil glow discharge'nin normal, stabil bir ark boşalmasına dönüşmesi ihtimali iyon

nitürasyonun endüstriye uygulamalarına önemli bir engel teşkil etmektedir. Bernhard Bergham' ın problemi erkenden fark edip sistemi geliştirmesi önemli bir aşama olmuştur.

Günümüzde kullanılan elektronik yüksek hızlı kesiciler akım ve gerilim değişimini (dI/dt ve du/dt) saniyede yaklaşık 1000 kg kontrol edip küçük değişimlerde bile kısa süreyle boşalmayı kesebilirler. Bu sayede ark oluşumu önlenmiş ve böylece (gd) yüksek akımlarda emniyetle devam ettirilir.

EF bölgesinde katodun birim yüzeyinin ısıtılma miktarı akım yoğunluğuna bağlıdır. Yeterince ısıtıldığı zaman, katot elektrik yaymaya başlar ve bu andan itibaren daha düşük bir gerilim boşalmanın devam edebilmesi için yeterlidir. Bu maksimum nokta F ile gösterilmektedir. Katoda yakın olan yerlerde katot glow olarak bilinen oldukça parlak bir bölge vardır (Şekil 3.3). Yayılan ışık yüzeye çarpan iyonlara ve katot



Şekil 3.3. Bir elektrik boşalmasında oluşan bölgeler

metaline bağlıdır. Katot glow bölgesinde giren boşalma iyonlarının nötralizasyonu ve pozitif katot iyonları oluşur. Sekonder elektronlar, bu alanda katoddan uzağa hızlandırılmaya başlarlar ve katoddan belirli bir mesafe uzakta yer alan nötral gaz atomlarıyla çarpışırlar. İkisinin arası “Crookes” karanlık alanıdır, bu bölge hemen hemen uygulanan voltajın düşürüldüğü yerdir. Karanlık bölge içerisinde pozitif gaz iyonları katoda doğru hızlandırılır.

Sonraki ayırt edici bölge nötral gaz atomlarını impact-iyonize etmek için gerekli enerjiyi elde eden hızlandırılmış elektronların olduğu “negative glow” ‘dur. Bunun ötesinde “Faraday karanlık bölgesi” ve sonunda “pozitif bölge”dir. Bu boşalma bölgesinin sıralanışı Şekil 3.3’de gösterilmiştir.

3.4. Plazmanın Özellikleri

1. Plazma dış ortama karşı elektriki olarak nötrdür. Yani plazma içerisinde pozitif yüklerin (iyon yükleri) sayısı negatif (elektron) yüklerin sayısına eşittir.
2. Plazma içerisinde disosyasyon , iyonizasyon ve bu olayların tersi olan rekombinasyon olayları sürekli meydana gelir.
3. Plazma iyi bir elektriki ve ısı iletkenidir. Plazma içerisindeki parçacıklar bir enerji taşıyıcılarıdır. Plazma içerisindeki hızlarının yüksek olması nedeniyle özellikle elektronlar elektrik ve ısı iletiminde önemli rol oynarlar.
4. Plazma rotasyon simetrik bir yapıya sahiptir. Silindirik simetrisini sağlayan katoddan çıkıp anoda kadar devam eden plazma akışıdır.
5. Plazma yüksek sıcaklık ve enerji yoğunluğuna sahiptir. Plazma sıcaklığı, enerji yoğunluğu iyonizasyon derecesi ve plazma çıkış hızı plazma ekseninde maksimumken radyal yönde hızlı bir azalma gösterir
6. Plazmaya elektrik alan ve manyetik alanla tesir edilebilir. Elektrik ve manyetik alan içerisindeki bir yüklü parçacığa etkiyen kuvvet $F = qE + q(V \times B)$ meydana getirir. $q(V \times B)$ ise, B indüksiyonuna sahip bir manyetik alan içerisinde V yüküne sahip bir q yüküne etkiyen kuvvet olup, bu Lorentz kuvveti olarak bilinir. Bu kuvvet ise yüklü olarak verilmektedir (Karadeniz,1990). Burada qE elektrik alanının yüklü

parçacığa etki ettirdiği kuvvet olup bu kuvvet anod- katod doğrultusunda plazma hareketini ve akış hızını parçacığın hızının yönünü değiştirir.

7. Plazmayı magnetik ve termik olarak sıkıştırmak, dolayısıyla enerji yoğunluğunu ve sıcaklığını sınırsız bir şekilde artırmak mümkündür.

3.5. Plazmanın Kullanım Alanları

Plazma pratikte çok çeşitli kullanım alanlarına sahiptir. Enerji dönüştürücü olarak, elektrik iletkeni olarak, ışın kaynağı olarak, gaz lazerlerinde, malzeme dönüştürücü olarak, tahrik aracı olarak ve bizimde ilgi alanımızın yer aldığı imalat işlerinde plazma kullanım alanı bulmaktadır. İmalat işleri olarak plazma ile kaynak, ergitme kesmesi, ergitme, püskürtme, vs. ile birlikte dış yüzey işlemleri olarak kaplama teknikleri, plazma-kimyasal tabaka oluşturma, iyon dağlaması ve plazma ile dağlamayı sayabiliriz.

4. İYON NİTRÜRASYON

Metal parçalarının yüzeylerinin sertleştirilmesi ve aşınmaya, yorulmaya karşı olan mukavemetlerinin artırılmasının yöntemlerinden biri de yabancı atomları bu yüzey üzerine etki ettirerek ince bir tabaka oluşturulmasıyla sağlanabilir. Malzemenin fiziki şekli ne olursa olsun her yerde sabit kalınlıkta sert bir yüzey tabakası elde etmek için yüzeyin iyonlarla düzenli olarak bombardımana tutulması gerekmektedir. Bunun için yüzey mühendisliği uygulamalarında son zamanlarda yaygın olarak kullanılmaya başlanılan iyon nitrürasyon bir doğru akım kaynağından veya radyo frekans kaynağı yardımıyla, iki elektrot arasına birkaç yüz voltluk potansiyel fark (300-500 V civarında) uygulanmasıyla 1-20 mbar basınç aralığında gaz atmosferinde (azot, hidrojen veya argon, yada karışımları) meydana gelmektedir. İlave edilen gaz, elektrik alanı içerisinde iyonlaşır ve iyon nitrürasyon ile beraber bir parlama görülür.

4.1. Nitrürlenebilirlik

Nitrürlenebilirlik, bir taraftan malzemenin azotu absorbe edebilme kabiliyetiyle diğer yandan azotla oluşturulan nitrür bileşikleri nedeniyle sertlikte meydana gelen artıştır.

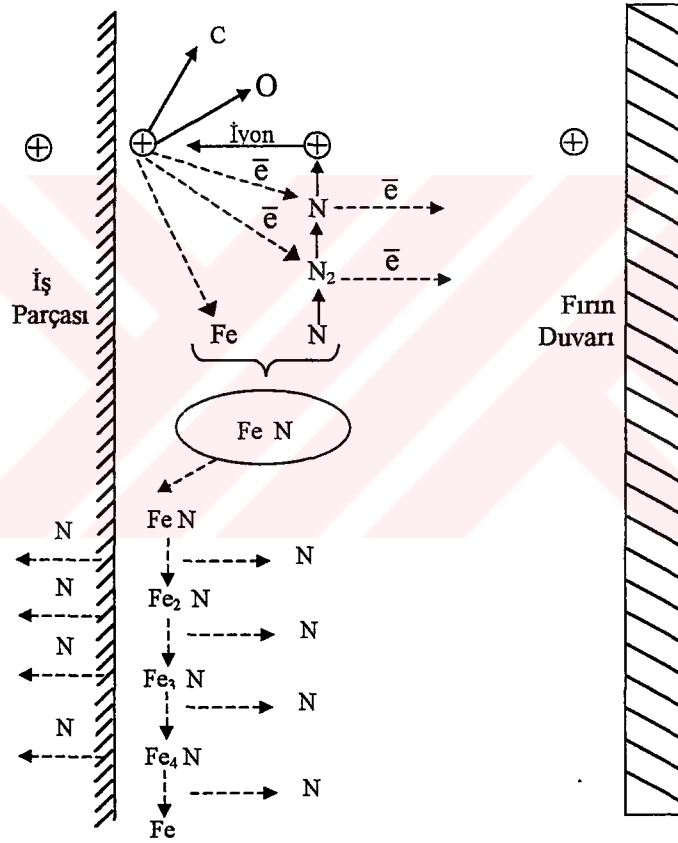
Nitrürlenebilme olayında kuşkusuz en başta gelen etken yapıda bulunan alaşım elementlerinin cinsi ve miktarıdır. Bu elementlerin en başında da alüminyum, titanyum, krom, molibden, vanadyum ve nikel gelmektedir (Thelning, 1984). Adı geçen bu alaşım elementleri yapıda belirli miktarda bulunduklarında azota karşı afinitelerinden dolayı ince ve çok sert bir yapı olan alaşım nitrürleri meydana getirmektedirler.

İyon nitrüleme işlemi başta bilinen nitrüleme yöntemleriyle nitrürlenmiş yapıda yukarıda adı geçen elementleri bulunduran nitrür çelikleri olmak üzere tüm çelik malzemelerde, saf demir, alüminyum ve alaşımları, titanyum ve alaşımları, bakır alaşımlarının nitrülenmesinde başarıyla kullanılmaktadır.

Nitrülenebilirlik üzerinde alaşım elementlerinin yanı sıra aşağıda zikrettiğimiz gibi sıcaklık, gaz karışımı, zaman, basınç, gerilim gibi faktörlerde önemli ölçüde etkili faktörlerdir.

4.2. İyon Nitrürasyon Mekanizması

Bu konuda yüzde yüz kesin bir model henüz mevcut olmamakla birlikte iyon nitrürasyon olayını en iyi açıklayan modellerin başında Edenhofer' ın modeli gelmektedir. Buna göre;



Şekil 4.1. İyon nitrürasyon mekanizmasının şematik olarak görünüşü

Anot- katot arasındaki gerilim düşümü nedeniyle hızlanan yüklü parçacıklar çarpışma ile katot önünde gaz ortamlarını iyonize ederler, ortaya çıkan iyonlar, pozitif yük taşıyıcısı halinde metal yüzeylerine çarparlar. Voltaj düşümü lineer olmayıp, düşümün hemen hemen tamamı katotun birkaç mm önünde gerçekleştiğinden bütün çarpışma ve iyonizasyonun tamamına yakını bu bölgede cereyan eder.

Katot (iş parçası) üzerinde oluşan çizgi halindeki parlaklık iş parçasının kenarlarını takip ettiğinden bütün yüzey (delikli, düz, karmaşık, vs) homojen iyon bombardımanına maruz kalır ve neticede homojen bir sertleşme derinliği elde edilir. Bir E enerjisine sahip olan iyonlar yüzeye çarpınca şu olaylar meydana gelir (Şekil 4.1);

4.2.1. Sputtering (saçınma olayı)

Yüzeye çarpan iyonlar yüzeyde yüksek sıcaklıklar oluşturarak buharlaşmaya yol açarlar. Bunun sonucunda iş parçası yüzeyindeki Fe ve diğer alaşım elemanları atomları, metalik olmayan element atomları (Örneğin; C,O,N) ile elektronlar yüzeyden uzaklaşır.

$$E = A + E_{kin}$$

A : Atomların yüzeyden saçılması için gerekli olan enerji

E_{kin} : Saçınan atomların kinetik enerjisi

4.2.2. Isınma

Yüzeye çarpan iyonlar iş parçasının içine doğru nüfuz ederken, kalan iyon enerjisi ısıya dönüşür. Bu ısı enerjisi parçanın istenilen sıcaklığa kadar ısınmasını sağlar.

$$E = A + E_{kin} + Q$$

4.2.3. Birikme

Yüzeye çarpan iyonların ancak çok az bir kısmı iş parçasına yayınır, büyük bir yüzdesi saçınma olayını sağlar. Saçılan Fe atomlarıyla yüksek enerjili N atomları yüzey civarında FeN şeklinde birleşip metal yüzeyinde birikirler. FeN sıcak metal yüzeyinde kararsızdır, bundan dolayı kararlı diğer nitritlere (Fe_2N , Fe_3N ve Fe_4N) dönüşür. Dönüşme esnasında serbest kalan N atomları ya metale yayınır veya plazmaya döner.

İyon nitrürasyon mekanizmasında etkili parametreleri sıcaklık, zaman, basınç, gerilim, akım, gaz karışım oranı, ana metalin içerdiği alaşım elementlerinin durumu, anod-katod arası mesafe vs. şeklinde sıralamak mümkündür. Bunlardan özellikle gaz karışımı, basınç ve voltaj saçılma ve birikme olayları üzerinde oldukça etkilidir. Örneğin gaz basıncının azaltılması, (partikül yoğunluğunun azalması) yüzeyden saçılan atomların serbest hareket mesafesini artırmakta, demir ile azotun birleşme olasılığını azaltmaktadır. Dolayısıyla yüzeyde oluşan FeN tabakası incelmektedir. Eğer basınç artırılırsa tam tersine FeN tabakası kalınlaşacaktır (Karadeniz,1990).

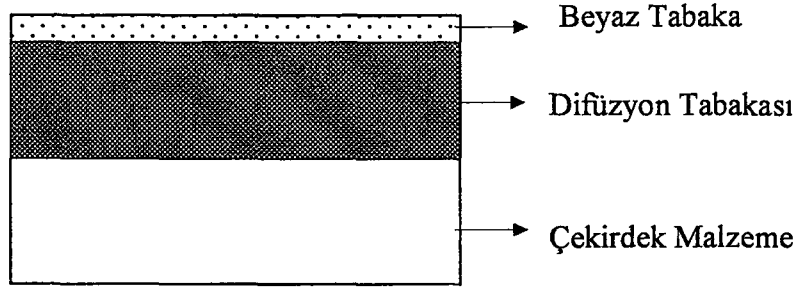
4.3. İyon Nitrürasyon Yönteminin Avantajları

Bilinen nitrürasyon işlemine göre iyon nitrürasyonun bir çok avantajı vardır. Bunları şu şekilde özetleyebiliriz;

- a) Hassas olarak sertleşme kalınlığının kontrolü
- b) İstenmeyen beyaz tabaka kalınlığının kontrolü
- c) Distorsiyonların azaltılabilmesi
- d) İşlem neticesi yüzeyde çok az bir pürüzlülük oluşması
- e) Metal maskeler kullanılarak lokal sertleştirme yapabilme özelliği
- f) Karmaşık geometrilerde üniform ince tabaka oluşturulabilme özelliği
- g) İşletim masraflarının azlığı
- h) Çevresel problemlerin ortadan kaldırılması (zehirli tuz ve gazlar işlemde kullanılmamaktadır)
- i) Çok üstün aşınma ve yorulma dayanımı

4.4. İyon Nitrürasyon İşleminde Oluşan Metalurjik Yapılar ve Özellikleri

İyon nitrürasyonda oluşan metalurjik yapılar temel olarak alışılmış bilinen yöntemlerde oluşanlarla her bakımdan benzerdir. Bununla beraber bunların kimyasal yapısı ve kalınlığı iyon nitrürasyonda çok hassas olarak kontrol edilebilir. İyon nitrürasyon işleminden sonra iki bölge meydana gelmektedir.



Şekil 4.2. İyon nitürasyon işleminde oluşan tabakaların şematik görünüşü

4.4.1. Karışık Bölge (Beyaz Tabaka):

En üstteki bu tabaka (Şekil 4.2) Fe_4N (γ) ve Fe_{2-3}N (ϵ) fazlarından birisi veya ikisinin karışımından ibarettir. Karışık bölge düzenli, pürüzsüz ve hemen hemen tamamen Fe_4N fazı veya Fe_{2-3}N fazlarından meydana gelen, yüzeyde oluşmuş kesintisiz bir tabaka şeklindedir. Nitrit biçiminde en çok görülen alaşım elementleri (Al, Cr, Mo, V, W, Ti, Cb) yukarıda sözü geçen fazlarda demir yerine geçebilirler. Bu da sertlik ve mukavemeti artırır. İş parçasının içerdiği alaşım durumuna göre ve işlem değişkenleri değiştirilerek beyaz tabakanın kalınlığı 0-50 μm arasında değiştirilebilir. Esasen beyaz tabaka tek fazlıdır ve bu bölge sürtünmeye ve yorulmaya karşı çok yüksek dayanıklılığa sahiptir. Diğer nitürasyon yöntemleri düşük düktiliteli ve yüksek kalıcı gerilimli daha kalın ve karışık fazlı beyaz tabaka oluştururlar. Bununla beraber bu beyaz tabaka kendi kalınlığına ve esas malzeme kompozisyonuna bağlı olarak korozyon direncini bir miktar artırır. Bu tabakanın özellikleri nitür yapısının homojenliğine ve kalınlığına bağlı olarak değişir. Yapılan çalışmalarda bu tabakanın düşük sıcaklıklarda (400 $^{\circ}\text{C}$ ' den az) oluşmadığı ve sıcaklıkla kalınlığının doğru orantılı olarak kalınlığının arttığı gözlenmiştir. Ayrıca zaman da bu tabakanın kalınlığı üzerinde etkili olup, zamanla doğru orantılı olarak kalınlığın arttığı gözlenmiştir. Tabaka oluşum ve kalınlığına sadece sıcaklık ve zaman değil, en önemlisi de kullanılan gaz kompozisyonlarının etkisi de oldukça fazladır. Mesela saçındırma etkisinden dolayı hidrojen miktarı arttıkça beyaz tabaka kalınlığı düşmekte ve hatta sıfıra kadar düşürülebilmektedir.

4.4.2. Difüzyon Bölgesi

Beyaz tabaka altında ki bu bölge çok ufak ve sık dağılmış sert nitrür fazları ihtiva eder. Bilinen nitrürasyonda N atomları daha yüksek enerjili bölgeler olan tane sınırlarında difüze olurlar ve buralarda evvelce bulunan karbür fazları ile birleşerek çok gevrek olan karbonitrürleri oluştururlar. Bunun neticesinde difüzyon tabakasının gerilmelere olan hassasiyeti büyük ölçüde artmış olur. Halbuki iyon nitrürasyon' da karbonsuz nitrürleme gazı kullanılarak ve karbon sputteringi uygulayarak yüzey ve yüzeye yakın yerlerde karbon azalması sağlama mümkündür. Bunun sonunda gevrek karbonitrür fazları iç kısımlara doğru itilerek yüzeyin aşınmaya ve yorulmaya dayanımı artar. Difüzyon tabakası oluşumu da zamanın ve sıcaklığın bir fonksiyonudur. En kalın bölge kalınlığının en yüksek sıcaklık ve en yüksek zaman da elde edildiği çalışmaların neticesidir. Bu bölge yüzeyden çekirdek malzemeye bir geçiş sağlar. Difüzyon bölgesi malzeme cinsine ve işlem parametrelerine bağlı olarak 5-600 μm veya daha fazla derinlere iner. Bu tabaka, mikrosertlik değeri yüzeyde çekirdek malzeme sertliğinden iki kat daha fazla olan ve bu yüzeyin altında uzanan bir tabaka olarak tarif edilir.

4.5. İyon Nitrürasyon İşlemi Sonrası Elde Edilen Sertlik

İşlem sonrası elde edilen difüzyon tabakasının sertliğinde de diğer tabakaların oluşumunda olduğu gibi sıcaklık ve zaman doğrudan etkilidir. Mesela çeliklerde; 440 $^{\circ}\text{C}$ ' nin altındaki sıcaklıklarda, malzemeye azotun difüze olması ve meydana gelen nitrit yoğunluğunun yetersiz olmasından dolayı sertlik değerinde önemli bir azalma görülürken, sertliğin en yüksek değeri çeliğin cinsine bağlı olarak 450-500 $^{\circ}\text{C}$ civarında ve uzun zaman diliminde elde edildiği deneylerle ortaya çıkarılmıştır. Bu sıcaklıktan sonra sertlikte ciddi azalmalar meydana gelmektedir. Çünkü yüksek sıcaklıklarda malzemenin temperlenmesi ve alaşım nitrürlerinin büyümesi sertlik değerini düşürür. Yüksek sıcaklıklarda zaman artışıyla sertlikte azalma görülür. Yine çeliklerde 590 $^{\circ}\text{C}$ ' de braunite diye adlandırılan, α (ferrit) ve γ (Fe_4N)' den oluşmuş gevrek bir yapının oluşmasından dolayı bu sıcaklığın üzerinde işlem yapılması tavsiye edilmez.

4.6. İyon Nitrürasyon İşleminde Kullanılan Gazlar ve Özellikleri

İyon nitrürasyon işleminde başta azot olmak üzere, hidrojen ve asal gazlar kullanılmaktadır. Plazma eldesinde bu gazların ikili ve üçlü kompozisyonları kullanılmaktadır. Bu gazların iyonizasyonu ile azot iyonu, hidrojen iyonu, asal gaz (özellikle argon) iyonu ve bunların birlikte oluşturdukları moleküler iyonlar iyonik türler olarak ortaya çıkmaktadır. Bu gazlar ve özellikleri kısaca aşağıdaki gibidir.

4.6.1. Azot

İyon nitrürleme işleminin en önemli gazıdır. Çünkü işlemde nihayi hedef olan azot iyonlarının difüzyonu ve alaşım nitrürleri için ana elemandır. Moleküler bir gazdır. Bu nedenle enerji yoğunluğu atomar gazlara göre çok daha fazladır. Aynı zamanda moleküler gazların ısı iletkenlikleri de çok daha iyidir. Plazmada moleküler bir gazın disosyasyon ve iyonizasyonla üzerine alıp iş parçasına çarptığında iş parçasına verdiği enerji atomar gaza göre yüksektir (Karadeniz, 1990). Azot difüzyonu için aktivasyon enerjisi, hacim merkezli kübik yapılı ferritlerden yüzey merkezli kübik yapılı ostenitlerde daha yüksektir. Azotun difüzyonuyla N^+ ve N_2^+ iyonları ortaya çıkmaktadır. Azot gazının disosyasyon ve iyonizasyon enerjileri aşağıdaki gibidir.

$N_2 = 2 N$	9.764 eV
$N = N^+ + e$	14.540 eV
$N^+ = N^{++} + e$	29.6 eV
$N^{++} = N^{+++} + e$	47.36 eV

4.6.2. Hidrojen

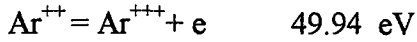
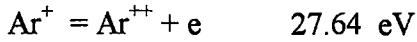
İyon nitrürleme işleminde özellikle sertlik, beyaz tabaka kalınlığı ve difüzyon tabakası derinliği değişiminde en önemli gazdır. Azot gazında olduğu gibi moleküler bir gaz olup enerji yoğunluğu ve ısı iletkenliği atomar gazlara göre çok daha iyidir. Hidrojen gazının

kullanımıyla ve özellikle artan kompozisyonlarında saçındırma etkisinden dolayı beyaz tabaka kalınlığını azaltan yönde etkiye sahiptir. Bunun yanında karışım kompozisyonundaki oranı arttıkça sertlikte de büyük artışa sebep olmaktadır. Saçındırma etkisinin bir diğer etkisi ise yüzey civarındaki metalik ve metalik olmayan element atomlarını saçındırmasıdır. Bu sayede azot difüzyonu kolaylaşmaktadır. Hidrojenin disosyasyon ve iyonizasyon enerjileri aşağıdaki gibidir.



4.6.3. Argon

Azotla birlikte karışım oluşturan ve en çok tercih edilen asalgazdır. Bu nedenle yalnızca bu gaz hakkında bilgi verilecektir. Argon atomar bir gaz olup moleküler gazlara göre daha düşük enerji yoğunluğu ve ısı iletkenliğine sahiptir. Azotla ikili yada hidrojenle beraber üçlü kompozisyon oluşturduğu durumlarda elde edilen plazmalarda kullanılmaktadır. Argon kullanımıyla saçındırma etkisinden dolayı beyaz tabaka kalınlığında azaltan yönde etkiye sahiptir. Bu gazın iyonizasyon enerjileri ise aşağıdaki gibidir.



4.7. İyon Nitrürasyon ve Gaz Nitrürasyonun Karşılaştırılması

- a) Gaz ile nitrürlemede nitritlerin oluşması, demir yüzeyinde azot ile doyma seviyesine geldiğinde çekirdekleşme ve büyüme ile meydana gelmektedir. Bu oluşum azotun kısmi basıncına bağlı olarak 20-120 dk' lık bir süre gerektirir. İyon nitrürasyonda ise yüzeyde büyük bir konsantrasyon meyli meydana gelir ve nitrürler hemen oluşurlar.

- b) İki arasında diğeri önemli farklılık iyon nitrürasyon sırasında iyon bombardımanı nedeniyle nitrür tabakası, işlem düşük enerji şartlarına indirilmiş olmasına rağmen artırılmış azot difüzyonunun olabilirliği ile ilgili olarak açıklanabilir. Çünkü iyon nitrürasyonda nitrür oluşumu hemen vuku bulmaktadır. İyon bombardımanı nedeniyle α -demiri' nin içinde azot difüzyonunda herhangi bir değişiklik olmamaktadır (iyon bombardımanı yaklaşık 5 nm derinliğinde bu enerji seviyesinde meydana gelir).

4.8. Difüzyon Olayı

Gaz nitrürasyonunda ilk safhada azot difüzyonu genel tane sınırları boyunca meydana gelir. Kristaller arası difüzyon da azot, tane sınırlarında karbürlerle temas eder. Azotun karbürlere girmesiyle bunlar büyümeye başlarken, aynı zamanda karbonitrürlere dönüşürler. Bu etki çok miktarda azotun kaybolmasına yol açar ve tane sınırları difüzyonuna engel olur. Bu yüzden ferrit içine ince dağılmış nitrürlerin oluşumuyla karakterize edilen çekirdek malzemeye difüzyon geciktirilir.

İyon nitrürlemede çoğu azot başlangıçtan itibaren çekirdek malzemeye difüzyona maruz kalır. Bu etkinin sebebi, demir nitritin tüm yüzeyde yoğunlaşarak düzlem difüzyonuna müsaade etmesidir. Bundan başka, karbonun yüzeyden kısmi saçılması ve sonra genelde tane sınırları boyunca difüzyonuyla yüzeye yakın bölgelerde bir tür dekarbürizasyon meydana gelir. Bu durumda tane sınırları boyunca difüze olan azot atomları, difüzyonu önleyebilen karbonitrürleri oluşturamazlar. Yüzeye yakın bölgelerde tane sınırlarında karbonitrür çökmesinin önlenmesinin bir etkisi de nitrürlenerek sertleşmiş yüzey tabakalarının gevrekliğinde önemli düşüştür.

İyon nitrürasyonda hızlandırılmış azot difüzyonuna sebep olan iki önemli faktör;

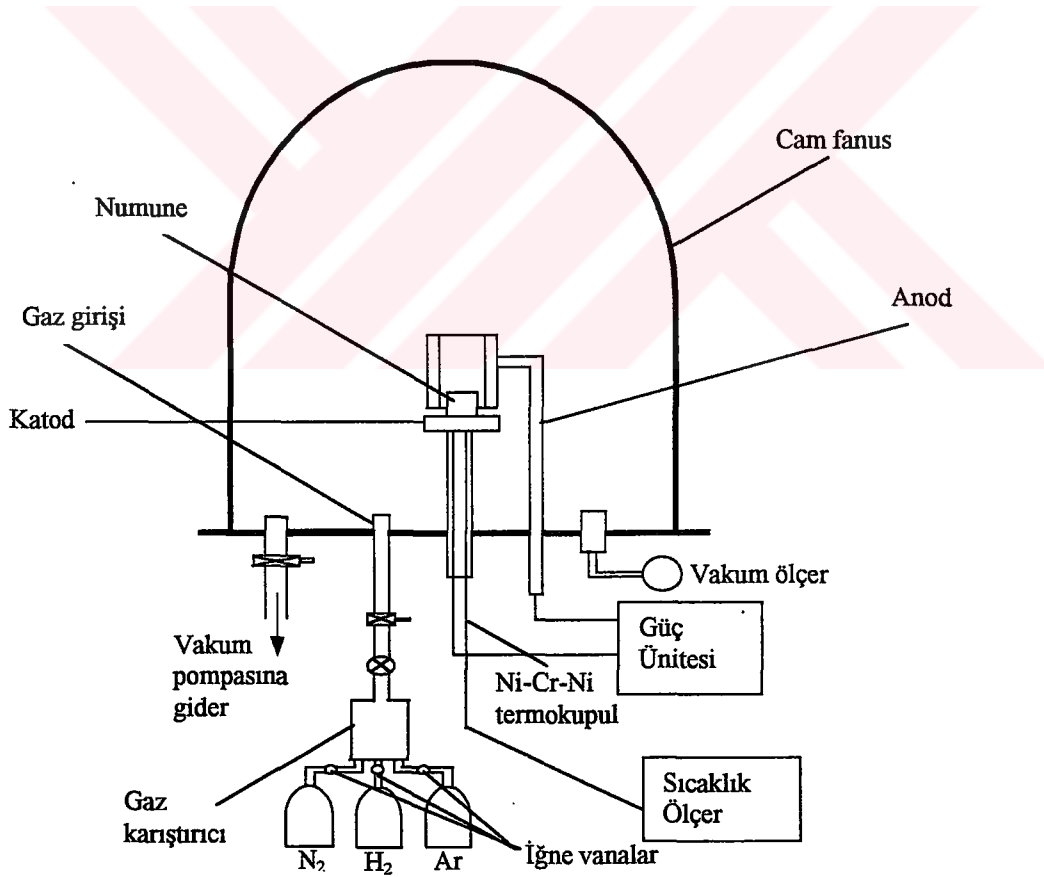
- İşlemin başlangıcında önemli etkisi olan, yüzeydeki yüksek azot yoğunluğu
- Çeşitli difüzyon mekanizmaları yüzünden artan azot penetrasyon (giriş) hızı

5. MATERYAL VE YÖNTEM

5.1. Çalışmanın Amacı

Aşağıda kimyasal analizi verilen AISI 8620 çeliği malzemeden hazırlanan numuneleri kullanarak iyon nitrürasyon işleminde saf azot, azot-hidrojen, azot-argon ve azot-hidrojen-argon gaz karışımlarının işlem sonrası elde edilen malzeme yüzey sertliği, beyaz tabaka ve difüzyon derinliğine etkilerini inceleyip işlem için en iyi gaz karışımına karar verilecektir.

5.2. Deney Düzeneği ve Ekipmanları



Şekil 5.1. İyon nitrürasyon cihazının şematik gösterimi

Şekil 5.1 de de görüldüğü gibi , tarafımızdan imal edilen iyon nitrürasyon deney düzeneğinde kullanılan başlıca parça ve cihazlarla , bunların özellikleri şunlardır.

- Vakum odası : Isıya dayanıklı çan şeklinde bir fanustan oluşmaktadır.
- Vakum pompası : 3 m³/s kapasiteli olan pompa, sistem için gerekli vakumun sağlanması için kullanılır.
- Güç ünitesi : Sistem için gerekli olan gerilimin sağlandığı dc 1500 V gerilim kapasiteli elektrik güç ünitesidir.
- Vakum ölçer : Vakum odasında ki vakum seviyesinin sürekli kontrolünü sağlar. Sistemin ana vakumu 3.10⁻² mbar, iyon nitrürasyon basıncı 10 mbar' dır.
- İğne vanalar : İstenilen oranda gaz karışımının oluşturulmasını sağlar.
- Boşaltma vanası : Sistemi durdurma anında içerideki basıncın atmosfer basıncına eşit olmasını, yani atmosfere irtibatı sağlar.
- Sıcaklık ölçer : Numuneye temas halinde olan Ni-Cr-Ni termokupul vasıtasıyla sıcaklık ölçümünü sağlar. İyon nitrürasyon sıcaklığı 400-600 °C arasındadır.

5.3. Deney Öncesi Numunenin Hazırlanışı

AISI 8620 çeliğinden hazırlanan, 12,5 mm çap ve 12 mm yüksekliğindeki silindirik malzemeyi işlem öncesi 800' lük silikon karbid kağıdında zımparaladıktan sonra deneye başlamadan hemen önce numuneyi metanolden geçirerek yüzeyin temizlenmesi sağlandı.

Tablo 5.1. AISI 8620 çeliğinin kimyasal kompozisyonu

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	S	Cu	P	Al
0.2	0.77	0.2	0.47	0.54	0.17	0.025	0.22	0.015	0.02

5.4. İyon Nitrürasyon İşleminin Yapılışı

Yukarda şekilde görülen konumda numuneyi deney düzeneğindeki vakum odası olan fanus içerisine yerleştirdikten sonra vakum pompası yardımıyla fanus içerisindeki vakumu 3×10^{-2} mbar'a getirildi. Daha sonra sisteme bağlı olan azot, hidrojen ve argon tüplerinden önceden tespit edilmiş bulunan oranlarda içeriye gaz karışımı verilerek sistemin basıncı çalışma basıncımız olan 10 mbar'a çıkarıldı. Bu vakumda aralarında karışım gaz atmosferi olan anod ve katod arasına önceden tespit edilmiş olduğumuz 450°C yada 550°C sıcaklığa gelmesini sağlayacak DC gerilim uygulandı (300-550 V). Temokupullar yardımıyla ölçülen etrafı plazma ile çevrili malzemenin sıcaklığı istenilen değere geldikten sonra önceden karar verilen süre olan 2 saat boyunca numunenin plazma ortamında nitrülenmesi sağlandı. Süre dolduğunda güç kaynağı ve gazların kapatılması sonrası bir süre malzeme vakum ortamında soğutulduktan sonra deneye son verildi.

5.5. İşlem Sonrası Numunelerin İncelenmesi

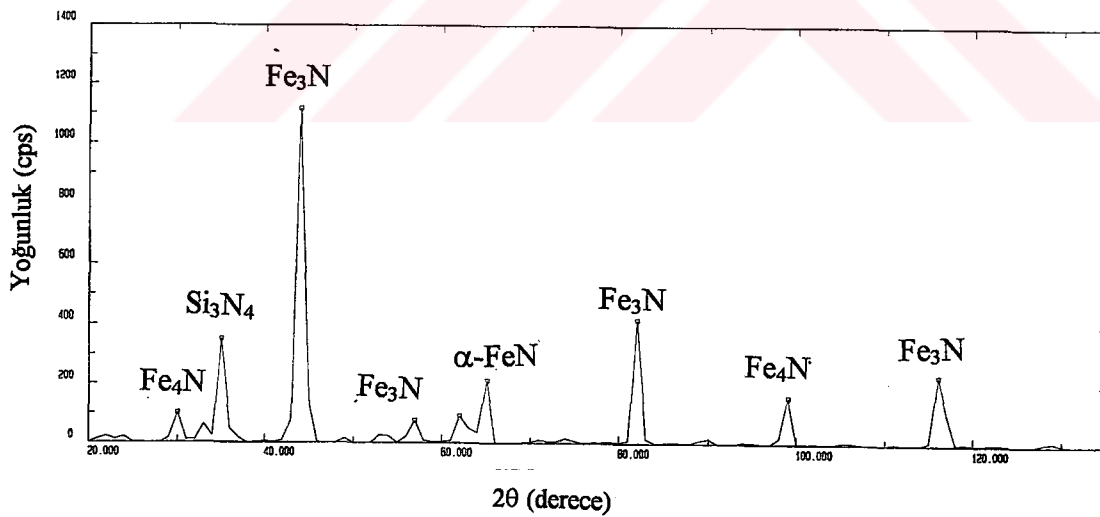
İyon nitrülenmiş numuneler ilk olarak X-Ray Difraktometre analizine tabi tutularak işlem esnasında malzeme yüzeyinde oluşan yapılar tespit edildi. Aynı şekilde malzemelerin gerek yüzey sertliklerinin tespit edilmesi ve gerekse yüzeyin incelenmesi amacıyla ilk önce bakalite alınan numunelerin yüzeyi sırasıyla 220, 400, 800 ve 1200 numaralı zımparalardan geçirildi ve daha sonra 1 ve 0.05 mikronluk alumina tozlarında parlatıldı. Parlatılan numunelerin mikrosertlik cihazında yüzeyden başlayarak belirli aralıklarla sertlik değişimleri incelendi. Malzemenin yüzeyinde oluşan beyaz tabakanın ve yüzeye yakın bölgedeki ince nitritlerden oluşan difüzyon tabakasının durumunu incelemek amacıyla, parlatılmış numuneler önce 5 ml HNO_3 + 95 ml metanol karışımından hazırlanmış bileşikte her biri için 15 sn bekletilmek üzere dağıldı ve daha sonra optik mikroskopta incelenerek yapıların fotoğrafı çekildi. Dağılmış numunede mikroskopla açık bir şekilde gözlemlenebilen beyaz tabaka kalınlıkları da yine mikrosertlik cihazı yardımıyla tespit edildi.

6. DENEYLERDEN ELDE EDİLEN BULGULAR

Yukarda da değinildiği gibi işlenmiş numuneler sırasıyla XRD, Mikrosertlik ve Optik Mikroskop vasıtasıyla analiz ve incelemelere tabi tutularak gaz karışım oranlarına göre yapılarda ve sertlikte meydana gelen değişimler incelenerek iyon nitrürasyon işlemi için uygun gaz karışım ve oranlarının tespitine çalışılmıştır.

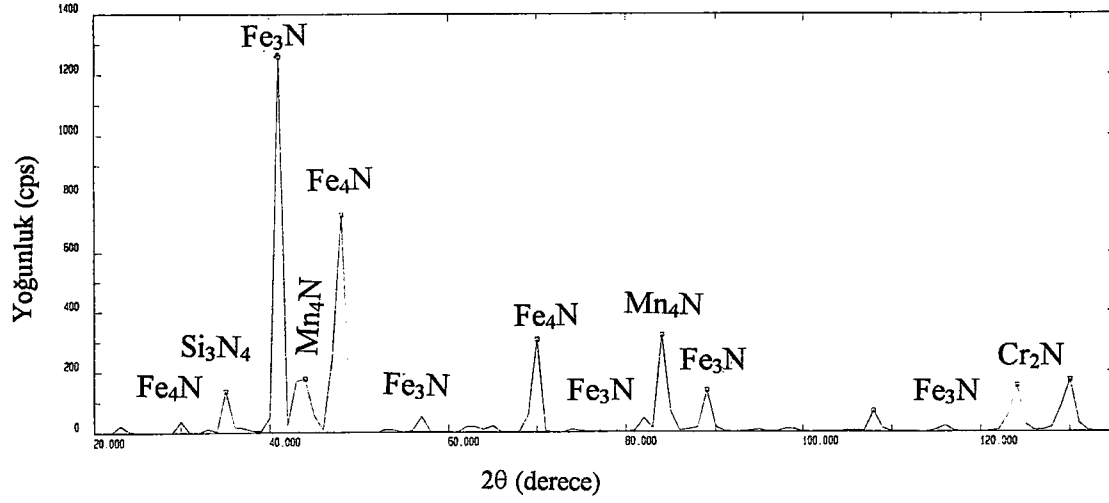
6.1. X-Ray Difraktometre Analiz ve Sonuçları

iyon nitrürasyon işlemine tabi tutulmuş numunelerde meydana gelen yapıları tespit etmek amacıyla 550 °C' de 2 saat zaman müddetince işleme maruz kalan numunelerin herbirini, Cu K α radyasyon kullanan X-Ray difraktometrede 20-130 2 θ açısı arasında taratarak aşağıda grafiklerde verilen yapılar tespit edilmiştir.

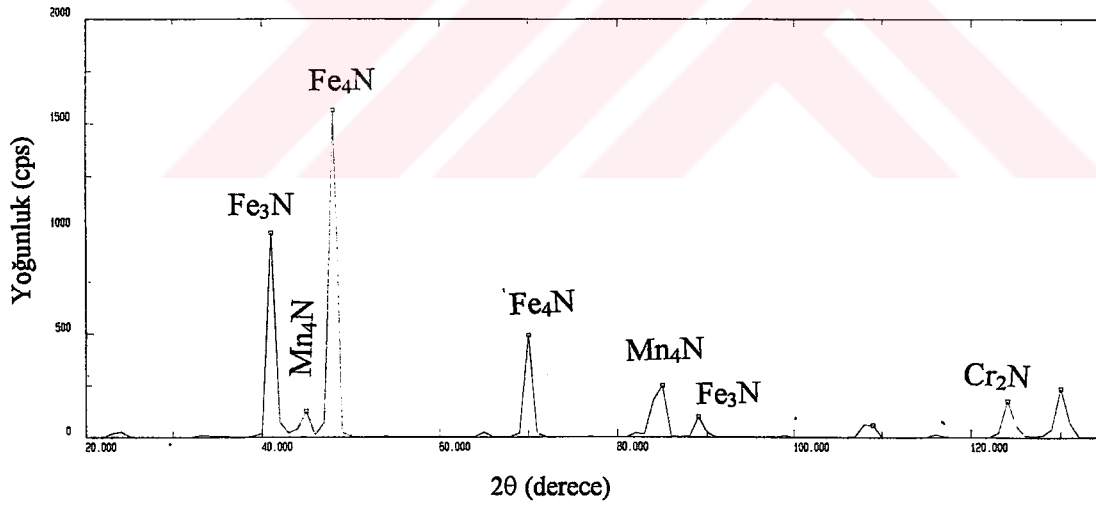


Şekil 6.1. 550 °C' de, % 100 N₂ Plazmasında oluşan yapılar

Saf azot gazı plazmasında yapılan nitrürleme işlemi neticesi özellikle Fe₃N (ε) fazının fazlalığı göze çarparken, alaşım nitrürlerin azlığı dikkat çekmektedir (Şekil 6.1).

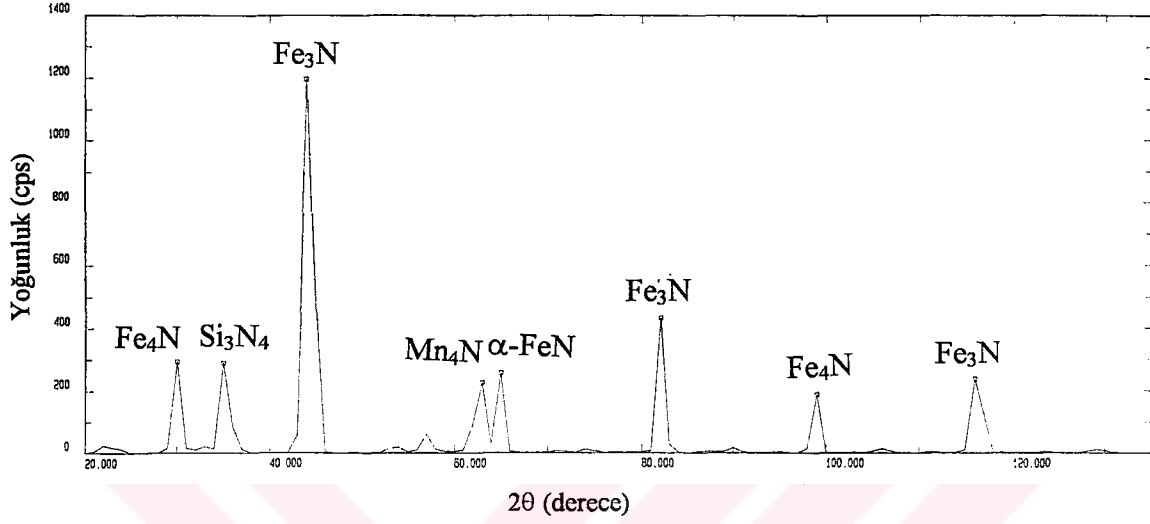


Şekil 6.2. 550 °C' de, %80 N₂ ve %20 H₂ kompozisyonunda oluşan yapılar

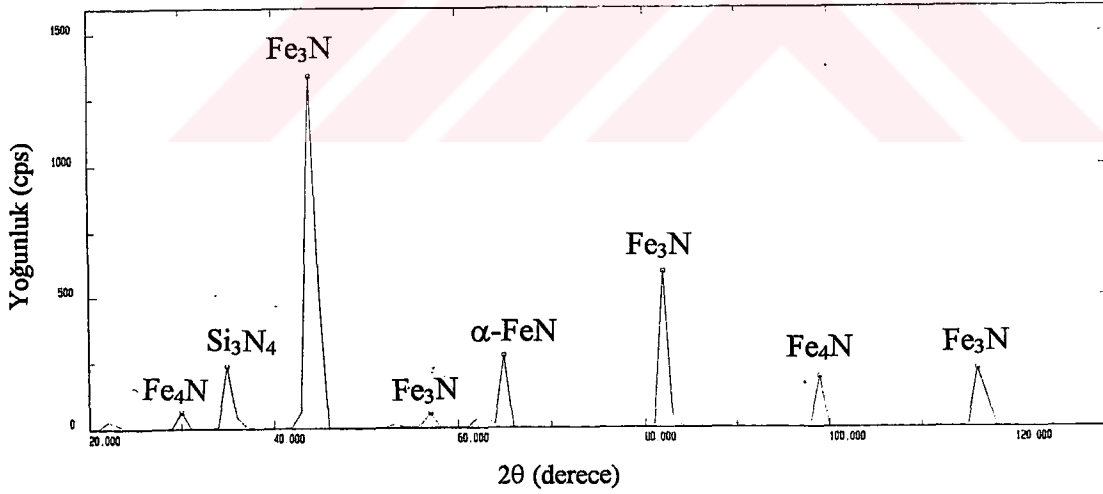


Şekil 6.3. 550 °C' de, %20 N₂ ve %80 H₂ kompozisyonunda oluşan yapılar

Şekil 6.2 ve Şekil 6.3 de görüldüğü gibi azot-hidrojen gaz karışımından oluşan plazmada yapılan nitrürlenme işlemi neticesi hidrojen artışına paralel olarak Fe_3N (ϵ) de büyük düşüş ve pik sayısının azaldığı dikkat çekmektedir.

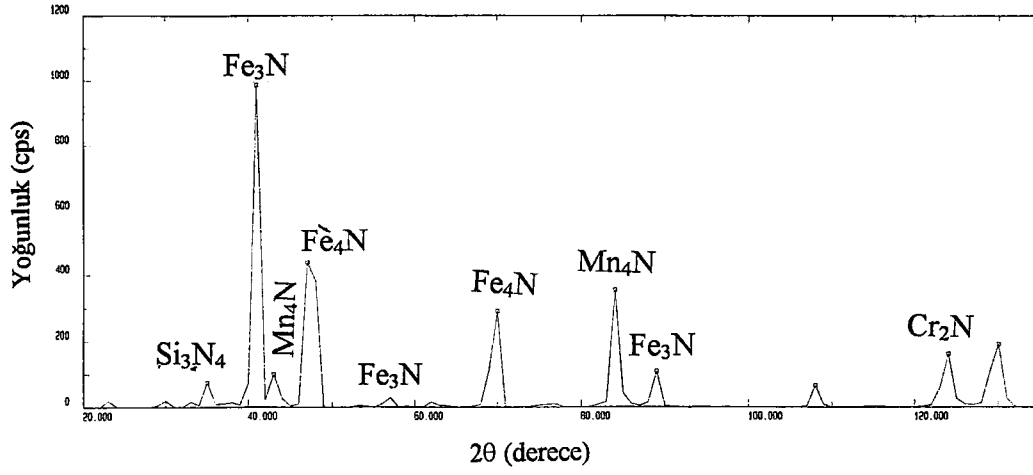


Şekil 6.4. 550 °C' de, %80 N₂ ve %20 Ar kompozisyonunda oluşan yapılar

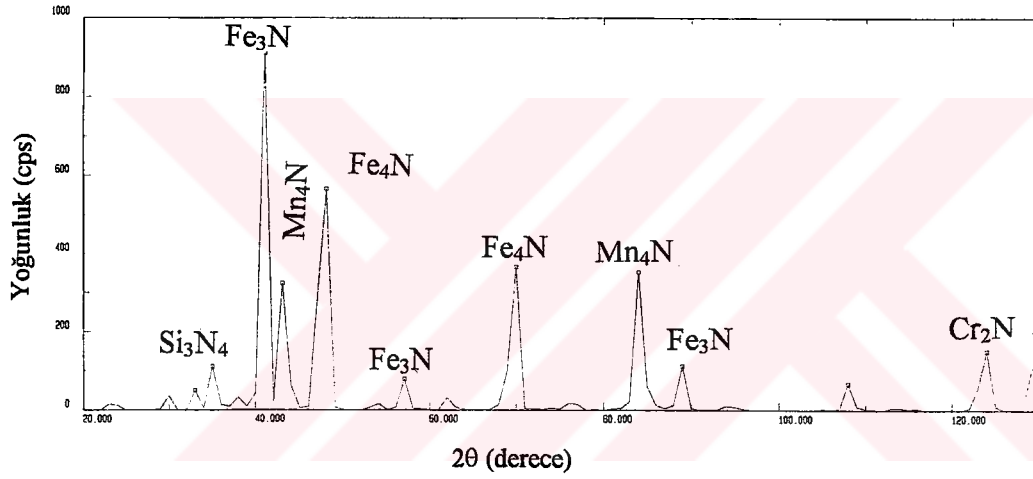


Şekil 6.5. 550 °C' de, %20 N₂ ve %80 Ar kompozisyonunda oluşan yapılar

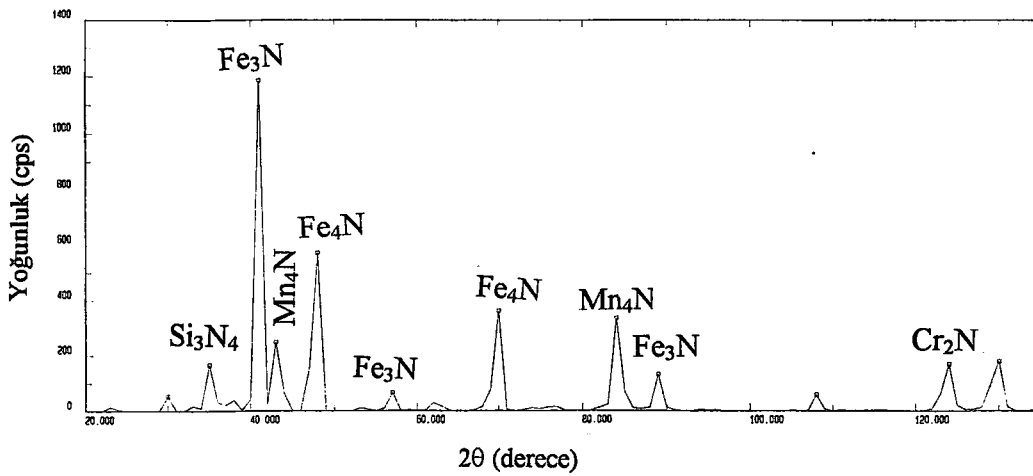
Azot-argon gaz karışımından oluşan plazmada yapılan nitrürleme işleminde özellikle Fe₄N (γ) miktarında azalmanın yanı sıra piklerde meydana gelen değişimin azlığı dikkat çekmektedir (Şekil 6.4 ve Şekil 6.5).



Şekil 6.6. 550 °C' de, %60 N₂ + %20 H₂ + %20 Ar kompozisyonunda oluşan yapılar



Şekil 6.7. 550 °C' de, %20 N₂ + %60 H₂ + %20 Ar kompozisyonunda oluşan yapılar



Şekil 6.8. 550 °C' de, %20 N₂ + %20 H₂ + %60 Ar kompozisyonunda oluşan yapılar

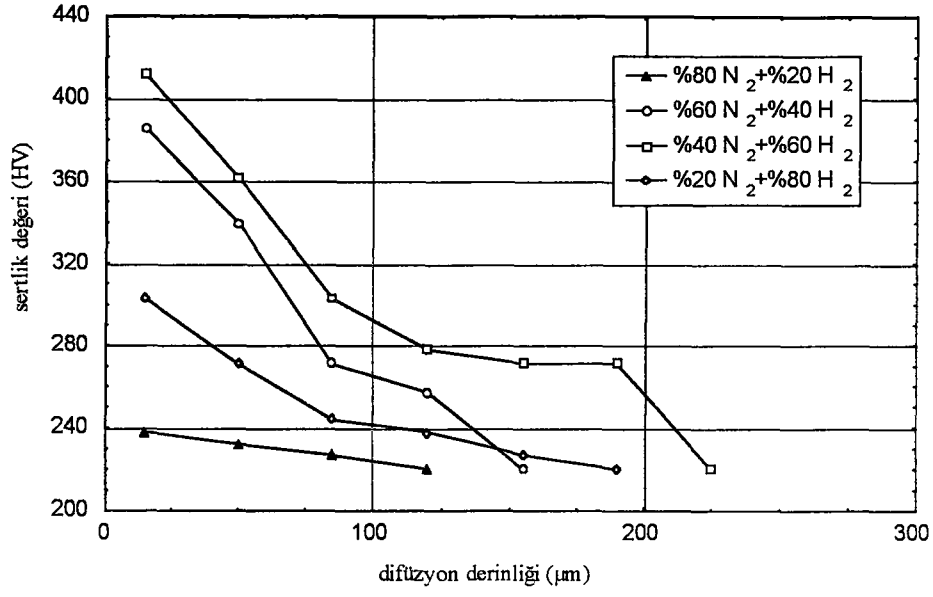
Şekil 6.6, Şekil 6.7 ve Şekil 6.8 de görüldüğü gibi azot-hidrojen-argon üçlü gaz karışımlarından oluşan plazmada yapılan nitrürleme işlemlerinde, azot ve argon oranları fazla olduğunda Fe_3N ve Fe_4N miktarlarında fazlalık, hidrojen fazla olduğunda ise özellikle Fe_3N (ϵ) yoğunluğundaki büyük düşüş ve FeMn_4 miktarında önemli artış meydana gelmektedir.

6.2. Mikrosertlik Ölçümü

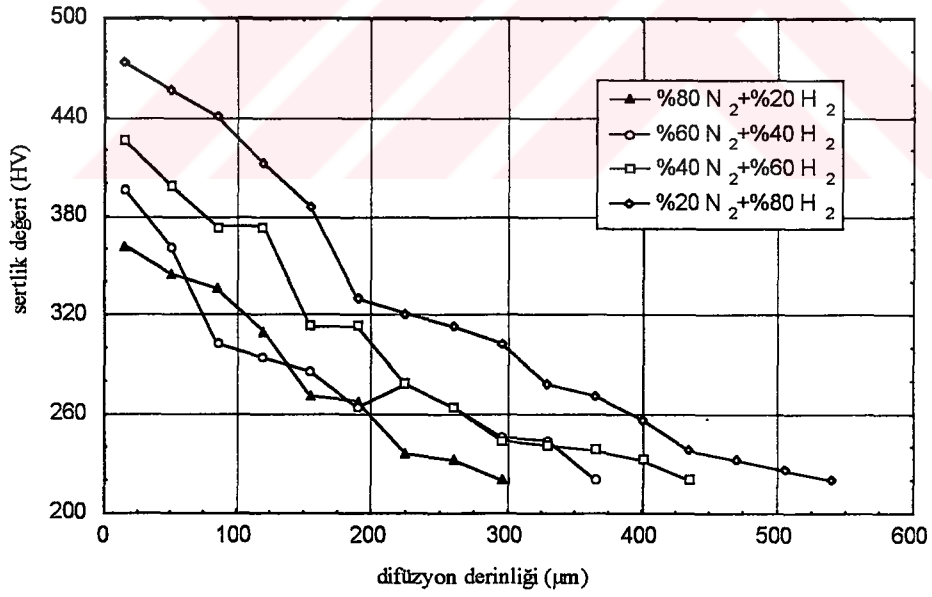
İşlem sonrası numune yüzeyinde oluşan sertlik değerleri ve difüzyon tabakası derinliğini tespit etmek amacıyla, ölçüm öncesi parlatılmış olan her bir deney numunesi alınarak en

Tablo 6.1. İyon nitrürasyon işlemi sonucu oluşan sertlik, difüzyon derinliği ve beyaz tabaka kalınlıklarının gaz oranları ile değişimi (550 °C ve 2 saat)

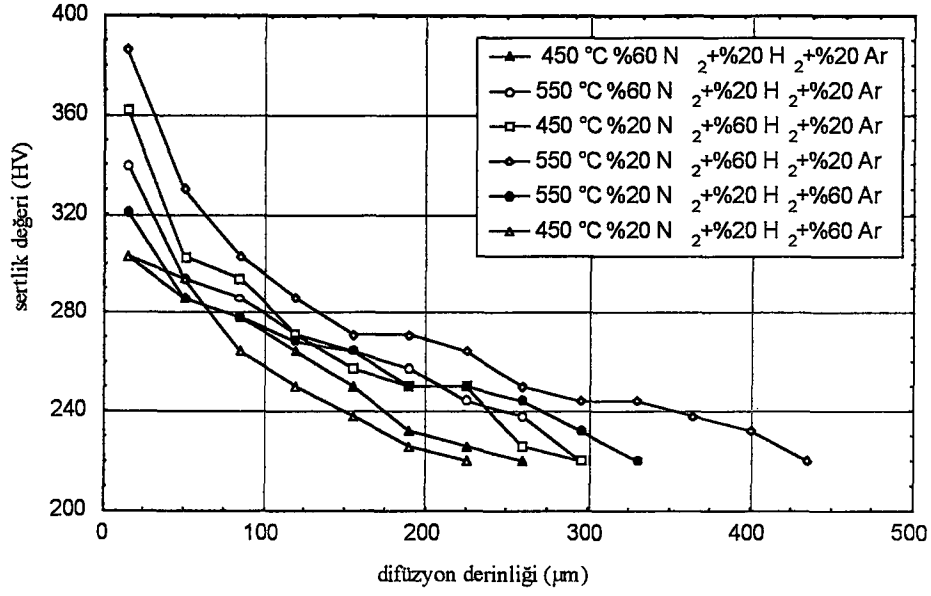
Gaz Kompozisyonu (%)	Sertlik (HV)	Difüzyon Tabakası Derinliği (μm)	Beyaz Tabaka Kalınlığı (μm)
80 N_2 +20 H_2	350-370	300-320	13-15
60 N_2 +40 H_2	380-400	370-390	10-13
40 N_2 +60 H_2	420-440	440-460	8-10
20 N_2 +80 H_2	460-480	540-560	5-8
80 N_2 +20 Ar	260-270	50-70	7-8
60 N_2 +40 Ar	280-290	80-90	6-7
40 N_2 +60 Ar	300-310	100-120	5-6
20 N_2 +80 Ar	340-360	120-140	3-4
60 N_2 +20 H_2 +20 Ar	330-350	300-320	8-10
20 N_2 +60 H_2 +20 Ar	380-400	440-460	5-7
20 N_2 +20 H_2 +60 Ar	310-330	340-360	9-12



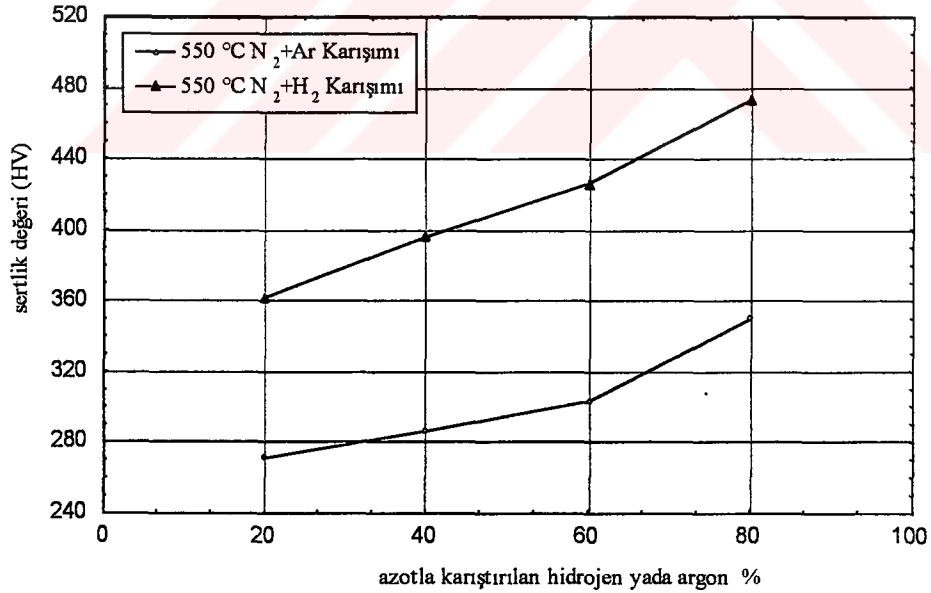
Şekil 6.9. 450 °C sıcaklık ve azot-hidrojen kompozisyonlarında difüzyon derinliği-sertlik ilişkisi



Şekil 6.10. 550 °C sıcaklık ve azot-hidrojen kompozisyonlarında difüzyon derinliği-sertlik ilişkisi



Şekil 6.11. 450-550 °C sıcaklık ve azot-hidrojen-argon kompozisyonlarında difüzyon derinliği-sertlik ilişkisi



Şekil 6.12. 550 °C sıcaklık için azotla kompozisyon oluşturan hidrojen veya argon yüzdesine göre sertlik değişimi

dış kısımdan 15 μm uzaktan başlamak ve herbir noktada birkaç ölçüm almak üzere 35 μm aralıklarla merkeze doğru sertlik değerleri 50 gr yük için Vickers sertliği cinsinden ölçüldü ve elde edilen değerler bilgisayarda değerlendirilerek tablo ve grafik halinde sonuçların irdelenmesi yapıldı. Ayrıca beyaz tabakada meydana gelen kalınlık değişimleri de yine mikrosertlik cihazında ölçüldü. Elde edilen değerlerin tablo ve şekil değerleri yukarıdaki gibidir. Bu tablo ve şekil değerlerinde istenen özelliklerin iyileşmesi hidrojen oranıyla bağlantılı olduğu görülmektedir.

Şekil 6.9 ve Şekil 6.10 da görüldüğü gibi artan hidrojen oranı ve sıcaklıkla paralel olarak difüzyon derinliğinde artış meydana gelmiştir. Bunu yine hidrojen miktarının fazla olduğu üçlü karışımlarda da gözlemek mümkündür (Şekil 6.11). 550 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta hidrojen ve argon oranlarındaki değişimin yüzey sertliğine etkisi incelendiğinde argon sınırlı bir sertlik artışı sağlarken hidrojen oranındaki artış sertlikte hızla artışa sebep olmuştur.

6.3. Optik Mikroskop İncelemeleri

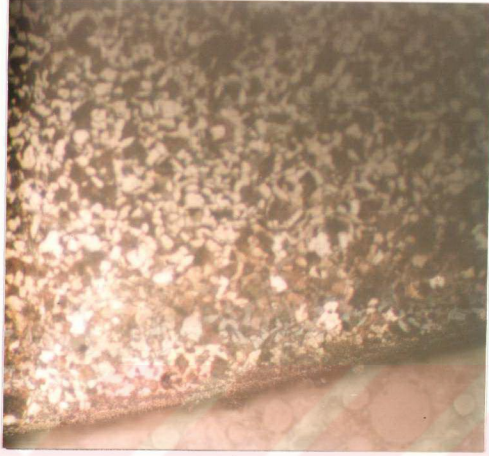
Önceki bölümde anlatıldığı gibi incelemeye hazırlanan herbir numune ayrı ayrı metal mikroskopta 150, 300 ve 600 büyütme oranlarında incelenerek özellikle geçiş bölgesinde beyaz tabaka ve difüzyon tabakasının durumu incelendi. İncelemelerde beyaz tabaka değişimindeki mikron seviyesindeki değişiklik ancak gaz oranlarında büyük değişim olduğunda yada karışımdaki gazların cinsi değiştiğinde rahat fark edilebilmektedir. Difüzyon tabakasındaki değişim ise fark edilememekte ve bunu inceleyebilmek ancak elektron mikroskopla mümkün olmaktadır. Ancak difüzyon tabakasının olduğu bölgeler ince ve sert nitrürlerden meydana geldiğinden diğer bölgelerden yalnızca koyu olması ile ayırt edilmektedir. Normal malzememiz ise perlit ve ferrit fazlarından meydana gelmektedir. Karbon oranına bağlı olarak ferrit fazlarının (beyaz görünümlü faz) fazlalığı göze çarpmaktadır. Optik mikroskop incelemelerine birkaç örnek aşağıdaki şekillerde görülmektedir.



Şekil 6.13. 550 °C' de %80 N₂ + %20 H₂ kompozisyonunda geçiş bölgesinde beyaz tabakanın görünüşü X300



Şekil 6.14. 550 °C' de %20 N₂ + %80 H₂ kompozisyonunda geçiş bölgesinde beyaz tabakanın görünüşü X600



Şekil 6.15. 550 °C' de %60 N₂ + %40 H₂ kompozisyonunda geçiş bölgesinde beyaz tabakanın görünüşü X600



Şekil 6.16. 550 °C' de %80 N₂ + %20 Ar kompozisyonunda geçiş bölgesinde beyaz tabakanın görünüşü X600



Şekil 6.17. 550 °C' de %20 N₂ + %60 H₂ + %20 Ar kompozisyonunda geçiş bölgesinde beyaz tabaka görünüşü X 300

Şekil 6.13, Şekil 6.14 ve Şekil 6.15 de görüleceği gibi hidrojen artışının beyaz tabaka kalınlığına direkt olarak etkisi vardır. %80 hidrojen içeren plazmada çok az bir beyaz tabaka olduğu görülmektedir. Yine argonda beyaz tabaka kalınlığını hızla düşürmektedir (Şekil 6.16).

7. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

10 mbar basınç, 2 saat zaman, 450 ve 550 °C sıcaklıklarda AISI 8620 çeliğinden hazırlanan numuneler üzerinde muhtelif azot, hidrojen ve argon karışımlarında, iyon nitrürlenmiş numunelerin X-Ray Difraktometre analizi, yüzey sertliği, beyaz tabaka kalınlığı ve difüzyon tabakasının mikrosertlik cihazında tespiti ve optik mikroskop incelemeleri neticesi elde edilen grafik ve dataları irdeleyerek deneylerden şu sonuçlar çıkarılmıştır.

- XRD analizleri neticesi nitrür yapılarının oluştuğu tespit edilen %100 azot gazı plazmasında yapılan deneylerde malzeme yüzeyinde sertlikte artış olmadığı tespit edilmiştir. Azot tek başına iyon nitrürlemeyi gerçekleştirememektedir. Bu sonuç literatürle de teyit edilmektedir (İnal et al, 1989).
- Plazma atmosferindeki hidrojen miktarındaki artış oranlarıyla paralel olarak yüzey sertliği ve difüzyon derinliği artarken beyaz tabaka kalınlığında da bunun aksine azalma olmaktadır. Yine bu durumunda literatürle (İnal et al, 1989) uygunluk arz ettiği görülmektedir.
- Yine üçlü gaz karışımlarında da hidrojen miktarının yüksek olduğu karışımda daha iyi sertlik ve difüzyon derinliği elde edilirken bu oran hidrojenin fazla olduğu azot-hidrojen gaz karışım oranlarındakinden düşüktür.
- Azot-argon gaz karışım oranları incelendiğinde argonun sertlik artışına sınırlı bir katkısı olduğu ve bu karışımda beyaz tabaka kalınlığının da düşük olduğu görülmüştür. Yine argon gazının XRD analizleri neticesi alaşım nitrür miktarında ve pik sayısında düşüşe neden olduğu görülmektedir.
- Yine muhtelif literatürlerde teyit edilen sıcaklık artışının sertlik artışı, beyaz tabaka kalınlığı ve difüzyon tabakası derinliğine pozitif yönde büyük etkisi vardır.

Sonuç olarak iyon nitrürasyon prosesi için en uygun plazma atmosferinin Azot-Hidrojen gaz karışımının ve bunlardan da özellikle hidrojen oranının %60-80 olduğu karışımların olduğu görülmüştür. Optimum beyaz tabaka kalınlığı, difüzyon tabakası derinliği vede özellikle yüksek sertlik elde etmek hidrojen içeren karışım kompozisyonları kaçınılmazdır.

KAYNAKLAR

- Albarran, J. L., Juarez-Islas, J. A. and Martinez, L., 1992, Nitride Width and Microhardness in H-12 Ion Nitrided Steel, *Materials Letters*, 15, 68-72.
- Bhushan, B., Gupta, K.B.; 1991, *Handbook of Tribology*, McGraw-Hill, INC.
- Blucher, J., Bang, K. And Giesen, B. C., 1989, Preparation Of The Metastable Interstitial Copper Nitride, Cu_4N , By D.C. Plasma İon Nitriding , *Materials Science and Engineering* , A117, L1-L3.
- Chu, C.L., Wu, S.K.; 1996, Ion Nitriding of Titanium Aluminides with 25-53 at.%Al I., *Surface and Coating Technology*, 78, 211-218
- Chu, C.L., Wu, S.K.; 1996, Ion Nitriding of Titanium Aluminides with 25-53 at.%Al II., *Surface and Coating Technology*, 78, 219-226
- Çelik, A., Karadeniz, S.; 1992, İyon Nitrürleme Yüzey Sertleştirme İşleminin AISI 4140 Çeliği Üzerine Etkilerinin İncelenmesi, 5. Makine Tasarım ve İmalat Kongresi, 16-18 Eylül, ODTÜ, 541-549, Ankara.
- Çelik, A., Karadeniz, S.; 1993, İon Nitrürasyonunun Gaz Karışım Oranının ve Sıcaklığının İç Yapıya Etkisinin İncelenmesi, 5. Denizli Malzeme Sempozyumu , 518-524, Denizli
- Çelik, A., Karadeniz, S. ; 1994, İyon İmplantasyon Yüzey Sertleştirme İşlemi, *MMO Mühendis ve Makina* , 35 (412), 28-31
- Çelik, A., Karadeniz, S.; 1995, Improvement of the Fatigue Strength of AISI 4140 Steel by an Ion Nitriding Process ", *Surface and Coating Tech.*, 72, 169-173

Çelik, A., Karadeniz, S., Kaymaz, İ.; 1995, Plazma Destekli Modern Yüzey İşlemleri, 6. Denizli Malzeme Sempozyumu , 134-142, 12-14 Nisan, Denizli.

Çelik, A., Karadeniz, S.; 1996, Investigation of Compound Layer Formed During Ion-Nitriding of AISI 4140 Steel, Surface and Coating Tech., 80, 283-286

Edenhofer, B., 1974, Physical and Metallurgical Aspects of Ion Nitriding, Heat Treatment Of Metals, 1, 23-28.

Ichii, K., Fujimura, K. and Takase, T.,1991, Sputtering , Deposition, and Diffusion in Ion- Nitriding of an Austenitic Stainless Steel, Materials Science and Engineering , A140, 442-447.

İnal, O. T., Özbaysal, K., Metin, E. S., and Pehlivan Türk, N. Y., 1989, A Review of Plasma Surface Modification : Process, Parameters, and Microstructural Characterization, Ion Nitriding and Ion Carburizing Proceedings of ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding-Carburizing, Ohio, USA, 57-65.

İnal, O.T., Robino, C.V.; 1982, Structural Characterization of Some Ion-Nitrided Steels, Thin Solid Films, 95, 195-207

Karadeniz, S.; 1990, Plazma Tekniği, TMMOB, MMO, Yayın no:137, Ankara

Kim, H. J. and Kweon, G. Y., 1994, The Improvement of Three-Body Abrasive Wear of Plain Carbon Steel by Thermochemical Treatments, Wear, 174, 201-208.

Lakhtin, Y. M., 1988, Surface Hardening of Steels and Alloys, Moscow Motorway Institute, 11,14-25.

- Leigh, S., Samandi, M., et al., 1996, The Influence of Ion Energy on the Nitriding Behaviour of Austenitic Stainless Steel, *Surface and Coating Technology*, 85, 37-43.
- Meletis, E.I., Yan, S.; 1991, Formation of Aluminum Nitride by Intensified Plasma Ion Nitriding, *J. Vac. Sci. Tech. A*, 9(4), 2279-2284
- Metin, E., İnal, O.T.; 1989, Kinetics of Layer Growth and Multiphase Diffusion in Ion-Nitrided Titanium, *Metallurgical Transaction A*, 20A, 1819-1832
- Michalski, J., 1993, Ion Nitriding of Armco Iron, in Various Glow Discharge Regions, *Surface and Coatings Technology*, 59, 321-324.
- Michel, H., Czerwicz, T., Gantois, M., Ablitzer, D., and Ricard, A., 1995, Progress in the Analysis of the Mechanisms of Ion Nitriding, *Surface and Coating Technology*, 72, 103-111.
- Musil, J., Vlcek, V., et al, 1993, Plasma Nitriding of Sputtered Ti Films, *Materials Science and Engineering*, A163, 181-186.
- Nomoto, K., Nishijima, S., et al, 1992, Effects of Ion Implantation and Plasma Treatment on Tribological properties of Aluminium and Al-Mg alloy, *Surface and Coatings Technology*, 51, 157-161.
- Ohring, M.; 1991, *The Materials Science of Thin Films*, Academic Press, INC., London
- Özbaysal, K., İnal O. T. and Romig A. D., 1985, Ion-Nitriding Behavior of Several Tool Steel, *Materials Science and Engineering*, 78, 179-191.
- Pehlivan Türk, N. Y. and İnal, O. T., 1988, Ion/Plasma Carburizing; Theory and Practice, *Adv. Materials and Manufacturing Processes*, 3(4), 551-573.

- Takahashi, Y., Inoue, K., Li, Y. and Kawaguchi, I., 1993, Glow Plasma Behaviour in Nitriding Process, Trans. JWRI, 22(1),13-19.
- Tanaka, M., Takahashi, Y., Ushio, M. and Nishiguchi, K., 1994, Role of Plasma in Nitriding Processing- Fundamental Study of Ion Nitriding by D.C. Glow Discharge (Report 1), Journal of the Japan Welding Society, 12 (2), 277-283
- Tanaka, M., Takahashi, Y., Ushio, M. and Nishiguchi, K., 1994, Role of Plasma Condition for Nitriding a Stainless Steel- Fundamental Study of Ion Nitriding by D.C. Glow Discharge (Report 2), Journal of the Japan Welding Society, 12 (2), 284-288
- Thelning, K.E., 1984, Bofors El Kitabı, Hakan Ofset, İstanbul
- Tibbetts, G. G., 1974, Role of Nitrogen Atoms in Ion-Nitriding, Journal of Appl. Physics, 45(11), 5072-5073.
- Yasumaru, N., Tsuchida, K., Saji, E. and Ibe, T., 1993, Mechanical Properties of Type 304 Austenitic Stainless Steel Coated with Titanium Nitride after Ion-Nitriding, Trans. JWRI, 34(8), 696-702.