## KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

## MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

# PLAZMA NİTRÜRLEME İŞLEMİNİN DÜŞÜK ALAŞIMLI AISI 4140 ÇELİĞİNİN YAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mak. Müh. Muhammet Anıl KAYA

ŞUBAT 2017 TRABZON



# KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce

Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih :/Tezin Savunma Tarihi::/

Tez Danışmanı :

Trabzon

#### KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

#### Makina Mühendisliği Anabilim Dalında Muhammet Anıl KAYA Tarafından Hazırlanan

#### PLAZMA NİTRÜRLEME İŞLEMİNİN DÜŞÜK ALAŞIMLI AISI 4140 ÇELİĞİNİN YAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 21 / 02 / 2017 gün ve 1690 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan : Doç. Dr. Murat AYDIN

Üye : Doç. Dr. Yasin ALEMDAĞ

Üye : Yrd. Doç. Dr. Ali Paşa HEKİMOĞLU

Maylun yslewdag

Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ Enstitü Müdürü

#### ÖNSÖZ

Günümüzde savunma sanayinde giderek büyüyen ve gelisen calışmalar ülkemizde yerli silah sektörümüzün oluşturulmasında ve geliştirilmesinde önemli yer tutmaktadır. Son yıllarda hafif silah sektörümüzdeki yenilikçi çalışmalar ile birlikte daha uzun ömürlü ve dünya piyasası ile daha rekabetçi ürünler geliştirilmeye başlanmıştır. Ancak literatür araştırmaları sonucunda hafif silah sektörümüzde, geleneksel sertleştirme yöntemiyle AISI 4140 çeliğinden üretilen tabanca kapaklarının silah sektöründe yaygın olarak kullanılan plazma (iyon) nitrürleme işlem koşullarındaki yapı ve mekanik özellikleri hakkında detaylı bilgiye rastlanmamıştır. Bu durum söz konusu tabancaların geliştirilmesinde kısıtlayıcı bir faktör olarak ortaya çıkmaktadır. Bu nedenle bu çalışmada soğuk çekme yöntemiyle üretilen ve geleneksel su verme sertleştirilmesi yöntemiyle üretilen AISI 4140 çeliğinin plazma nitrürleme işlemi uygulanmış çeliğin yapı ve mekanik özelliklerinin karşılaştırılması, özelliklede yorulma ömürlerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, soğuk şekillendirme yöntemiyle üretilen AISI 4140 çeliğine ayrı ayrı geleneksel su verme sertleştirmesi ve plazma nitrürleme işlemleri uygulanmasından sonra yapı ve mekanik özellikleri belirlenip, yorulma deneyleri dönel eğmeli bir yorulma deney makinesi yardımıyla gerçekleştirildi. Uygulanan işlemlerin çeliğin yorulma performansına etkileri yapı ve mekanik özelliklerdeki değişimlere dayandırılarak açıklandı.

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesinde yardım ve fedakârlığını esirgemeyen, değerli bilgi ve birikimiyle bana yol gösteren danışmanım sayın Doç.Dr. Murat AYDIN' a teşekkürlerimi sunarım. Yine bu çalışmada numunelerin üretimlerini gerçekleştiren GİRSAN A.Ş. kalite kontrol ve üretim birimi çalışma arkadaşlarıma ve nitrürleme işlemlerini gerçekleştiren İSTANBUL ISIL İŞLEM A.Ş. firmasına teşekkür ederim. Ayrıca, çalışmaya katkılarından dolayı KTÜ Müh-Mim. Fakültesi Makine mühendisliği bölümü Malzeme Bilimleri Laboratuvarlarında görevli araştırma görevlisi arkadaşlarıma

Bu çalışma süresince desteklerini esirgemeyen eşime ve aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Muhammet Anıl KAYA Trabzon, 2017

#### **TEZ BEYANNAMESİ**

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum "Plazma nitrürleme işleminin düşük alaşımlı AISI 4140 çeliğinin yapı ve mekanik özelliklerine etkisi" başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Doç. Dr. Murat AYDIN' ın sorumluluğunda tamamladığımı, verileri kendim topladığımı, analizleri ilgili laboratuarlarda yaptığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 09/02/2017

Muhammet Anıl KAYA

# İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ	
TEZ BEY	ANNAMESIIV
İÇİNDEK	İLERV
ÖZET	
SUMMAI	RYVIII
ŞEKİLLE	R DİZİNİIX
TABLOL	AR DİZİNİXII
SEMBOL	LER DİZİNİ XIII
1.	GENEL BİLGİLER1
1.1.	Giriş
1.2.	Çeliklerde Yüzey Sertleştirme Yöntemleri
1.2.1.	Alevle Yüzey Sertleştirme
1.2.2.	İndüksiyonla Yüzey Sertleştirme
1.2.3.	Karbürleme (Sementasyon)
1.2.4.	Nitrürleme (Nitrasyon)
1.2.4.1.	Geleneksel Nitrürleme Yöntemlerinin Dezavantajları
1.2.4.2.	Plazma (iyon) Nitrürleme
1.2.4.2.1.	Beyaz Tabaka (White Layer)
1.2.4.2.2.	Difüzyon (Yayınım) Tabakası
1.2.4.2.3.	Plazma (İyon) Nitrürlemenin Üstünlükleri16
1.2.4.2.4.	Plazma (İyon) Nitrürleme Uygulamaları 17
1.3.	Literatür Özeti ve Çalışmanın Amacı
2.	YAPILAN ÇALIŞMALAR
2.1.	Malzeme Üretimi ve Kimyasal Analiz
2.2.	Isıl İşlemler
2.3.	Plazma (iyon) Nitrürleme
2.4.	X-Işını Difraksiyonu
2.5.	Metalografik incelemeler
2.6.	Mekanik Deneyler
2.6.1.	Çekme, Sertlik ve Darbe Deneyleri
2.6.2.	Yorulma Deneyi
3.	BULGULAR

3.1.	Çeliğin Kimyasal Bileşimi	. 28
3.2.	Yapısal İncelemelerden Elde Edilen Bulgular	. 28
3.3.	Mekanik Deneylerden Elde Edilen Bulgular	. 32
3.3.1	Sertlik, Çekme ve Darbe Deneylerinden Elde Edilen Bulgular	. 32
3.3.2.	Yorulma Deneylerinden Elde Edilen Bulgular	. 34
3.2.2.1.	Yorulma Deneylerinden Elde Edilen Verilerin Korelasyonu	. 37
3.2.2.2.	Yorulma Örneklerinin Kırılma Yüzeylerinin İncelenmesinden Elde Edilen Bulgular	. 39
4.	İRDELEME	. 46
5.	SONUÇLAR	. 50
6.	ÖNERİLER	. 51
7.	KAYNAKÇA	. 52
ÖZGEÇMİ	Ş	. 55

#### Yüksek Lisans Tezi

#### ÖZET

#### PLAZMA NİTRÜRLEME İŞLEMİNİN DÜŞÜK ALAŞIMLI AISI 4140 ÇELİĞİNİN YAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

#### Muhammet Anıl KAYA

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Danışman: Doç. Dr. Murat AYDIN 2017, 54 Sayfa

Bu çalışmada, plazma nitrürleme işleminin soğuk şekillendirilmiş (hammadde) durumdaki düşük alaşımlı AISI 4140 çeliğinin yapı ve mekanik özelliklerine etkisi incelenmiştir. Söz konusu çelik, öncelikle hafif silah endüstrisinde tabanca kapaklarının sertleştirilmesinde kullanılan geleneseksel su verme sertleştirmesi ve Avrupa silah endüstrisinde aynı parçanın sertleştirilmesinde bir başka yöntem olarak kullanılan ve termokimyasal bir işlem olan plazma (iyon) nitrürleme işlemlerine tabi tutuldu. Gerek hammadde gerekse geleneksel sertleştirilmiş ve plazma nitrürlenmiş durumdaki çeliğin yapı ve mekanik özellikleri ile yorulma davranışları incelendi. Yapılan incelemelerde, hammadde durumundaki çeliğin içyapısının ferrit ve perlit fazlarından oluştuğu, uygulanan deformasyonun etkisiyle tanelerinin yönlendiği görüldü. Geleneksel sertleştirme ve menevişleme işlemlerinden sonra içyapının büyük oranda martenzit ve kalıntı osnetite dönüştüğü belirlendi. Plazma nitrürlenmiş çeliğin yüzeyinde kimyasal yapının değiştiği, yüzeyde demir nitrür bileşikleri içeren beyaz tabaka ve alaşım nitrürleri içeren difüzyon tabakasının oluştuğu gözlendi. Azot difüzyonun etkisiyle çeliğin yüzeyinde efektif sertlik derinliği 0,25-0,30 mm arasında ölçüldü. En yüksek sertlik, çekme dayanımı ve tokluk değerleri plazma nitrürlenmiş çelikten elde edildi. Ayrıca, söz konusu çeliğin en iyi yorulma performansını yine plazma nitrürlenmiş durumda sergilediği görüldü. Yapılan korelasyonlar sonucunda, AISI 4140 çeliğinin her durumdaki yorulma davranışının Basquin bağıntısı ile ifade edilebileceği belirlendi. Yorulma örneklerinin kırılan yüzeylerinde yapılan incelemeler sonucunda hammadde ve geleneksel sertleştirilmiş numunelerde yorulma çatlağının yüzeyden başladığı, plazma nitrürlenmiş numunede ise dizfüyon tabakası ile çekirdek bölgesi arasında oluştuğu (balıkgözü çatlağı - fisheye crack) gözlendi.

# Anahtar Kelimeler: AISI 4140, Plazma nitrürleme, Yorulma özellikleri, Mekanik özellikler, Balıkgözü çatlağı, Hafif silahlar

#### Master Thesis

#### SUMMARY

## EFFECT OF PLASMA NITRIDING PROCESS ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF AISI 4140 LOW ALLOY STEEL

#### Muhammet Anıl KAYA

Karadeniz Technical University The Graduate School of Natural and Applied Sciences Mechanical Engineering Graduate Program Supervisor: Doç. Dr. Murat AYDIN 2017, 54 Pages

In this study, the effect of plasma nitriding on the structure and mechanical properties of cold drawn low alloy AISI 4140 steel has been investigated. The steel was subjected to traditional quenching process used for hardening of slide of pistol in the light weapon industry and plasma (ion) nitriding which is a thermochemical process used as an alternative method to harden the same parts in the European weapon industry. The structural and mechanical properties especially the fatigue behaviour of the raw, quenched and plasma nitrided AISI 4140 steel were examined. As a result of structural investigations, it was seen that the microstructure of raw material consisted of ferrite and perlite phases and the grains were oriented by the effect of deformation. It was also determined that microstructure was largely converted into martensite and residual austenite phases after traditional hardening and tempering treatments, It was determined that chemical composition of the surface of plasma nitrided steel was changed and a white layer including iron nitrides and a diffusion layer including alloy nitrides are formed on the surface. The effective hardness depth of the steel surface due to the nitrogen diffusion was measured as 0.25-0.30 mm. The highest hardness, tensile strength and impact toughness values were obtained from the plasma nitrided steel. Besides, the steel also exhibited the best fatigue performance in plasma nitriding condition. It was also found that the Basquin's equation could be used to express the fatigue behaviour of AISI 4140 steel in all states. Examining the fractured surfaces showed that, the fatigue cracks of raw material and traditional hardened specimens initiated from the surface but, the fisheye cracks formed in a region between diffusion layer and core in plasma nitrided specimens.

**Key Words:** AISI 4140, Plasma nitriding, Fatigue properties, Mechanical properties, Fisheye crack, Light weapons

# ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.	Sertleştirme derinliği 1.5 mm olan yüzeyi sertleştirilmiş bir çelikte sertliğin mesafeye göre değişimi
Şekil 2.	Fe-N denge diyagramı7
Şekil 3.	Nitrürleme tabakaları
Şekil 4.	Plazma nitrürlemede parıltılı boşalım mekanizması 10
Şekil 5.	Nitrürleme işleminde azot atomunun difüzyonu11
Şekil 6.	Alaşım elementlerinin a) yüzey sertliğine b) kabuk kalınlığına etkisi 11
Şekil 7.	Çeşitli gaz bileşim oranlarında plazma nitrürleme işlemi uygulanmış çeliklerin kabuk tabakaları
Şekil 8.	Demir içerisinde $\gamma$ '- ve $\epsilon$ - nitrür çekirdeklenmesinin sistematik gösterimi
Şekil 9.	Nitrürleme sırasında beyaz tabakanın gelişimi
Şekil 10.	A: ıslah edilmiş, B: nitrürlenmiş AISI 4140 çeliğinin yorulma sonucunda kırılan yüzeylerinin görünüşü16
Şekil 11.	Dişli endüstrisinde nitrürleme uygulamaları 17
Şekil 12.	TM-4 Namlusu nitrürleme işlemi ile sertleştirilmiş Assault piyade tüfeği
Şekil 13.	Nitrürleme işlemi yapılmış piyade tüfeği parçaları
Şekil 14.	Gövdesine nitrürleme işlemi yapılmış piyade tüfeği şarjörü 18
Şekil 15.	Plazma (iyon) Nitrürleme firm
Şekil 16.	AISI 4140 çeliğinden elde edilen a) çekme ve b) darbe deney numunesi ölçüleri
Şekil 17.	Dönel eğmeli yorulma deney makinesi
Şekil 18.	Deney numunesinin kırılması durumunda açısal hareket serbestliğine sahip yatakların genel görünümü
Şekil 19.	Yorulma deney numunesi ölçüleri
Şekil 20.	AISI 4140 çeliğinin soğuk çekme (hammadde) işleminden sonraki içyapı fotoğrafı

Şekil 21.	AISI 4140 çeliğinin geleneksel yağda suverme işleminden sonra 40-44 RSD-C sertliğindeki içyapı fotoğrafı
Şekil 22.	AISI 4140 çeliğinin geleneksel sertleştirme işleminden sonra 30-32 RSD-C sertliğindeki içyapı fotoğrafı
Şekil 23.	AISI 4140 çeliğinin plazma nitrürleme işlemi sonrası içyapı fotoğrafı
Şekil 24.	Nitrürleme işlemi sonrası AISI 4140 çeliğine ait beyaz tabaka kalınlığını gösteren içyapı fotoğrafı
Şekil 25.	X-ışınları difraksiyon sonuçları
Şekil 26.	Nitrürleme işlemi sonrası mikrosertliğin derinliğe bağlı olarak değişimi 34
Şekil 27.	Hammadde, geleneksel sertleştirme (su verme - 480°C'de 4 saat menevişleme), plazma nitrürleme (620°C'de 4 saat menevişleme) uygulanmış AISI 4140 çeliğine ait gerilme-çevrim sayısı eğrileri
Şekil 28.	Hammadde, geleneksel sertleştirilmiş ve plazma nitrürleme işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliğinin $\log N$ - $\log \sigma$ eğrileri
Şekil 29.	511 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, soğuk şekillendirme işlemi uygulanmış hammadde durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafı
Şekil 30.	511 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, soğuk şekillendirme işlemi uygulanmış hammadde durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyinin detayını gösteren SEM fotoğrafi
Şekil 31.	584 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, soğuk şekillendirme işlemi uygulanmış hammadde durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafı
Şekil 32.	584 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, soğuk şekillendirme işlemi uygulanmış hammadde durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyinin detayını gösteren SEM fotoğrafi
Şekil 33.	894 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işlemi uygulanmış durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafi
Şekil 34.	894 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işlemi uygulanmış durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyinin detayını gösteren SEM fotoğrafi

Şekil 35.	1113 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işlemi uygulanmış durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafi
Şekil 36.	1113 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işlemi uygulanmış durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyinin detayını gösteren SEM fotoğrafi
Şekil 37.	1113 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işlemi uygulanmış durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyinin detayını gösteren SEM fotoğrafi
Şekil 38.	1004 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işleminin ardından plazma nitrürleme işlemi uygulanmış AISI 4140 eliğine ait kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafı
Şekil 39.	1221 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işleminin ardından plazma nitrürleme işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliğine ait kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafi

## TABLOLAR DİZİNİ

## <u>Sayfa No</u>

Tablo 1.	AISI 4140 (42CrMo4) çeliğinin kimyasal bileşimi	28
Tablo 2.	AISI 4140 (42CrMo4) hammadde, geleneksel sertleştirme ve geleneksel sertleştirme sonrası plazma nitrürlenmiş durumdaki sertlik, çekme dayanımı, akma sınırı, kopma uzaması ve darbe direnci değerleri	33
Tablo 3.	Hammadde halinde, geleneksel sertleştirme ve plazma nitrürleme uygulanmış AISI 4140 (42CrMo4) çeliğine ait yorulma deney sonuçları	35
Tablo 4.	Hammadde, geleneksel sertleştirilmiş ve plazma nitrürleme işlemi uygulanmış AISI 4140 (42CrMo4) çeliğinin k ve A sabitleri ile korelasyon katsayısı ( c ) değerleri	38

### SEMBOLLER DİZİNİ

- AISI : American iron and steel intitute (Amerikan demir-çelik enstitüsü)
- DIN : German institute for standardization (Alman standartizasyon enstitüsü)
- XRD : X-Işını difraksiyonu
- SEM : Scanning electron microscope
- BSD : Brinell setlik deneyi
- RSD : Rockwell sertlik deneyi
- c : Korelasyon katsayısı
- YMK : Yüzey merkezli kübik
- HMK : Hacim merkezli kübik
- HMT : Hacim merkezli tetragonal
- $N_f$  : Çevrim sayısı
- $\sigma_e$  : Eğme gerilmesi
- $\sigma$  : Gerilme genliği
- $M_e$  : Eğme momenti
- *W<sub>e</sub>* : Eğme için mukavemet momenti

#### **1. GENEL BİLGİLER**

#### 1.1. Giriş

Endüstriyel uygulamalarda yaygın bir şekilde kullanılan AISI 4140 (42CrMo4) çeliği özellikle savunma sanayinde geniş kullanım alanına sahiptir. Söz konusu malzeme farklı mekanik ve ısıl işlemler içeren bir dizi prosesden geçirildikten sonra içyapısında elde edilen değişimlere bağlı olarak mekanik özelliklerin önemli ölçüde iyileştirilmesi nedeniyle tercih edilmektedir. Hafif silah sanayinde özellikle tabanca kapaklarının (sürgü) üretiminde kullanılan malzeme geleneksel yöntemle sertleştirilmektedir. Ancak geleneksel su verme sertleştirmesi uygulanan malzemenin tamamı sertleşmekte ayrıca özellikle parçasının gözle görülmeyen iç kısımlarında mikro çatlaklar oluşmaktadır. Bu durum malzemenin başta tokluk olmak üzere süneklik ve mukavemet gibi özelliklerini olumsuz etkilemektedir. Oysa parçanın sadece yüzeyinin sertleştirilmesi yani iç kısımlarının tok kalması böyle bir uygulama için çok daha uygun olacaktır. Bu nedenle uzun süreli test atışlarında hasara uğrayan bu malzemenin yüzeyine uygulanan termokimyasal işlemler ile bu olumsuzlukların ortadan kaldırılmasına ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesine çalışılmaktadır. Bu tip uygulamalarda sertlik, mukavemet ve tokluk gibi özelliklerin yanısıra malzemenin yorulma performansıda oldukça önemlidir. Nitekim tekrarlı yükler altında çalışan yani dinamik yüklere maruz kalan makine parçalarında yorulma olayının kaçınılmaz olduğu bilinmektedir [1,2]. Bu nedenle malzemenin yorulma dayanımı ve yorulma ömrününde iyileştirilmesi gerekmektedir. Dövme, haddeleme ve ekstrüzyon gibi deformasyon işlemleri ile karbürleme, nitrürleme gibi yüzey sertleştirme işlemlerinin yorulma performansını önemli ölçüde iyileştirdiği bilinmektedir [2-6]. Çeliklere uygulanan yüzey sertleştirme yöntemleri ile elde edilen bu iyileşme tokluğun düşürülmeden sadece yüzey sertliğinin arttırılmasından kaynaklanmaktadır. Yani burada yorulma davranışını iyileştirmede iki faktör söz konusudur. Birincisi yüzey sertliğinin arttırılması ikincisi ise tokluğun muhafaza edilmesidir. Nitekim yüksek tokluğunda sertlik ve mukavemet gibi yorulma davranışları üzerinde oldukça önemli etkiye sahip olduğu daha önce yapılan çalışmalarda bazı araştırmacılar tarafından vurgulanmaktadır [7]. Öte yandan karbürleme, alevle sertleştirme ve indüksiyonla sertleştirme gibi geleneksel yüzey sertleştirme işlemlerinde yüksek sıcaklıklara çıkıldığı için tane irileşmesi, dekarbürüzisyon, oksidasyon gibi problemlerin yanısıra su verme işleminden kaynaklanan çarpılma ve çatlama gibi risklerde söz konusudur. Nitrürleme işleminde ise diğer geleneksel yüzey sertleştirme işlemlerinde olduğu gibi yüzeyde martenzit tabakası oluşturmaya gerek olmadığı için yüksek sıcaklılara çıkılmamakta ve sözü edilen riskler büyük ölçüde ortadan kalkmaktadır. Yani bu yöntemde yüzeyde martenzit tabakası oluşturmak yerine sert nitrür bileşikleri oluşturarak yüzey sertliği arttırılmaktadır [2,8-11].

1960' lı yılların başında geliştirilmeye başlanan plazma (iyon) nitrürleme yöntemi geleneksel nitrürleme işleminde yaşanan bazı problemler ve kısıtlamaları ortadan kaldırdığı için dişli, krank mili, motor parçaları, sıcak ve soğuk dövme kalıpları, silah parçaları gibi çeşitli endüstriyel uygulamalarda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [12-15]. Plazma nitrürlemenin geleneksel nitrürleme yöntemine göre sahip olduğu üstünlüklerin başında kısa işlem süresi, düşük işlem sıcaklığı, azot yayınımının hızlı gerçekleşmesi, beyaz tabaka ve difüzyon tabakasının kolay kontrolü, yöntemin basit ve ekonomik uygulanması, numune yüzeyinin ilave bir temizleme işlemi gerektirmemesi ve çevre dostu olması gelmektedir [16-18].

Özellikle düşük gerilmeli ve uzun çevrim sayılı yorulma şartlarında artık gerilmelerin etkisiyle kayma bantları yüzeyde hareketini gerçekleştiremeyip, balık gözü (fish eye) diye adlandırılan yorulma başlangıç çatlağının difüzyon tabakası ile çekirdek bölgesi arasında oluştuğu görülmüştür [19-21].

Ancak yapılan çalışmalar, Avrupa silah endüstrisinde sıklıkla kullanılan plazma nitrürleme tekniğinin yine silah endüstrisinde kapak veya sürgü diye tabir edilen parçanın üretim tekniği olan soğuk şekillendirme yöntemi (profil çekilmiş) ile üretilen AISI 4140 çeliğine uygulanması, söz konusu çeliğin mekanik özellikleri ve özelliklede yorulma performansında önemli iyileşmelere neden olacağı düşünülmektedir.

#### 1.2. Çeliklerde Yüzey Sertleştirme Yöntemleri

#### 1.2.1. Alevle Yüzey Sertleştirme

Parçanın sadece yüzeyi bir üfleç yardımıyla ostenit bölgesine kadar ısıtıldıktan sonra ısıtılan yüzeye hızlı bir şekilde su veya yağ püskürtülmesiyle sadece malzemenin kabuğunda belli bir sertlik değeri oluşturulan yüzey sertleştirme yöntemidir. Çeliğin kimyasal bileşiminde herhangi bir değişiklik olmadığından sadece yüzey bölgesinin ostenit fazdan martenzitik faza geçişi sağlanır [2,8,15,22]. Sertleşmeye elverişli % 0,35 – 0,7 karbon (C) oranına sahip çeliklere uygulanır [15]. Elde edilen sertlik derinliği, kullanılan ısı kaynağı (asetilen, propan vb.), üfleç'in tasarımı, ısıtma süresi, malzemenin kimyasal bileşimi, alev şiddeti gibi özelliklere bağlı olarak 0,8 – 6,4 mm arasında değişir. Çekirdekte herhangi bir sertlik değişimi görülmez. Söz konusu yöntemle çeliğin sadece yüzeyi sertleştirilebildiği için özellikle aşınma direnci ve yorulma dayanımı önemli ölçüde iyileştirilebilir. Alev ile sertleştirme yöntemi hareketsiz, ileri hareketli, dönme hareketli ve dönme-ileri hareketli olmak üzere dört farklı şekilde uygulanabilir [2,8,15,22].

#### 1.2.2. İndüksiyonla Yüzey Sertleştirme

İndüksiyonla yüzey sertleştirme yöntemi genel olarak alevle yüzey sertleştirme yöntemiyle benzer özellikler göstersede bu yöntemde ısı kaynağı olarak alev yerine indüksiyon akımı kullanılır. Söz konusu yöntemde içerisinden yüksek ve hızlı değişen elektrik akımı geçirilen bobin sarmaldan elde edilen manyetik alan sayesinde iş parçasının sıcaklığı su verme sertleştirmesi için ön görülen sıcaklığın yaklaşık 50°C üzerine çıkartılır ve iş parçası su, yağ veya hava ile soğutulur. Bu yöntemle çeliğin kimyasal bileşiminde herhangi bir değişme olmaksızın istenilen derinlikte sertlik elde edilebilmektedir [1,2]. Alevle yüzey sertleştirme yöntemine göre daha sığ bir sertleştirme derinliği elde etmek mümkündür. Orta karbonlu (0,30-0,50 C) çeliklere uygulanan bu yöntemde sertlik derinliğini, karbon oranının yanı sıra, ısıtma ve tutma süreleride etkilemektedir. Herhangi bir akım frekansında ısıtma süresi ve sıcaklık arttırılarak derinlik arttırılabilir. Tesisin ilk yatırım maliyeti yüksek olduğundan az sayıda ürün için işletebilirliği ekonomik değildir. Dişli çarklar gibi makine parçaları genelde indüksiyon yöntemiyle sertleştirilir [1,2].

#### 1.2.3. Karbürleme (Sementasyon)

Karbürleme diğer adıyla sementasyon, % 0,2' den daha düşük oranda karbon içeren çeliklerin yüzeyine karbon ihtiva eden ortamlarda,  $Ac_3$  sıcaklığının üzerinde bir bölgede tutularak yüzeylerine difüzyon yöntemi ile karbon emdirilmesi işlemidir. Difüzyon ile yüzeydeki karbon oranı arttırılan çelik, su veya yağ ortamlarında sertleştirilir [2,8,15,23]. Karbürleme işlemi ile yüzeye karbon verildiği için çeliğin yüzeyindeki kimyasal bileşimi değişmiş olur. Karbürleme sonrası uygun değer aralıklarında çeliğin yüzeyinde karbon oranı % 0,9 düzeylerini bulur [2,8]. Karbon ihtiva edici ortlamlar katı, sıvı ve gaz olmak üzere üç çeşittir. Katı ortamda karbon verici olarak odun kömürü ile baryum karbonat karışımı, sıvı ortam olarak siyanür tuzları ve gaz olarakta hidrojen veya karbonmonoksit, metan ve propan gibi çeşitli gazlar kullanılır [1,2].

Katı, sıvı ve gaz ortamında yapılan karbürleme işleminin farklı karakteristik proses aşamaları olsada karbürlemedeki ortak proses, karbon verici ortamlarda ve ostenit faz sıcaklığında çeşitli reaksiyonlar sonucunda oluşturulan karbonmonoksit (CO) bileşiğinin yine reaksiyon sonucu karbondioksit ( $CO_2$ ) ve atom halinde bulunan karbon'a dönüşmesi ve ortaya çıkan atomik karbonun çelik yüzeyinde parçalanarak ostenit yapıda çözünmesi esasına dayanır [1,2,8,15].

$$CO_2 + C \leftrightarrows 2CO \tag{1.1}$$

$$Fe + 2CO \rightarrow Fe_{(c)} + CO_2 \tag{1.2}$$

yukarıdaki reaksiyon çelik yüzeyinde ostenit içerisinde ki karbon çözünmesini göstermektedir [8].

Karbonun çelik yüzeyinde yayınmış olduğu tabaka olarak nitelendirilen karbürizasyon derinliği, yüzeyden itibaren 1 kg' lık yük kullanılarak yapılan sertlik taraması sonucunda 550 HV sertlik değerinin görüldüğü derinliktir [23]. Şekil 1' de düşük karbonlu bir çeliğin sertliğinin derinliğe bağlı olarak değişimi gösterilmektedir [1].

Karbürizasyon derinliği; zaman, işlem sıcaklığı, karbürizasyon ortamının karbon potansiyeli ve çeliğin kimyasal bileşimine bağlı olarak değişir [1,15]. Karbürizasyon işlemi, optimum şartlar kullanılarak yapıldığında yüzeyde oluşan artık bası gerilmeleri sayesinde yorulma dayanımını arttırmaktadır [24]. Yüzeyde oluşan martenzitik yapının etkisiylede yüzey sertliğinin artması sonucu aşınma direncide artar [25].



Şekil 1. Sertleştirme derinliği 1.5 mm olan yüzeyi sertleştirilmiş bir çelikte, sertliğin mesafeye göre değişimi [1].

#### 1.2.4. Nitrürleme (Nitrasyon)

1930' lu yıların başından itibaren endüstriyel alanda kulanılmaya başlanan nitrürleme işlemi, azot verici bir ortamda çeliğin yapısında herhangi bir faz dönüşümü olmaksızın atomik haldeki azotun 460-590 °C sıcaklık aralığında çeliğin yüzeyine difüze olması ve herhangi bir su verme işlemi olmadan çeliğin bünyesinde bulunan alaşım elementleri ile sert nitrür tabakası oluşturması esasına dayanır. Ferritik termokimyasal bir işlem olan nitrürleme azotun demir içerisinde çözünmesi ilkesine dayanmaktadır [1,2,15,26]. Nitrasyon işleminin ferritik nitrürleme olarakta anılmasının sebebi söz konusu işlemin  $Ac_1$  sıcaklık çizgisinin altında gerçekleşmesi, yani bu sıcaklıkta yapının ferritik olmasıdır [27]. Yüksek tokluk, aşınma direnci, korozyon dayanımı ve yüksek yorulma dayanımı gibi özellikler kazandırmasından dolayı havacılık, otomotiv ve silah endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır [26].

Azot'un nitrürleme sıcaklık aralığında demire karşı ilgisi fazladır [26]. Oda sıcaklığında azot, demir kafesi içerisinde % 0,001 gibi çok düşük bir oranda çözünebilirken, nitrürleme sıcaklığında ve yüksek miktarda azot içeren bir ortamda çeliğin

yüzeyine difüze olmaya başlayan azot atomu, demirin kafes yapısı içerisinde % 0,1 gibi bir oranda çözünür. Şekil 2' de ki Fe-N denge diyagramında görüldüğü gibi azot atomlarının demirin kafes yapısı içerisinde ara yer atomu olarak % 5,7 - 6 oranında çözünmesiyle  $\gamma'$ -*Fe*<sub>4</sub>N bileşiği oluşmaktadır. Difüzyonun devam etmesiyle birlikte demir kafesi içerisinde azotun atom çözünürlüğü %8 -11 aralığına ulaşır ve denge diyagramının bir reaksiyonu olarak daha önce oluşan  $\gamma'$ -*Fe*<sub>4</sub>N bileşiği,  $\varepsilon$ -*Fe*<sub>2-3</sub>N bileşiğine dönüşmeye başlar [1,15,26]. Bu iki demir nitrür fazının beraber veya prosese bağlı olarak tek başına bulunduğu tabakaya beyaz tabaka (white layer) denir [10,28]. Beyaz tabaka, birkaç mikron kalınlığında çok ince, sert ve kırılgan bir tabakadır [7,15,26]. Bu tabakanın, beyaz tabaka olarak adlandırılmasının sebebi dağlandıktan sonra mikroskop altında beyaz renkli görünmesidir [15]. Difüzyonun devam etmesiyle çeliğin yüzeyinden içeriye doğru ilerleyen azot atomları, çeliğin kimyasal bileşiminde bulunan Al, Cr, Mo, V vb. elemetler ile birleşerek sert nitrür çökeltileri oluşturur [1,2,9,10,29].

Azotun alaşım elementleri ile oluşturduğu kararlı sert nitrürleri içeren ve beyaz tabakanın altında yer alan bölge difüzyon tabakası olarak adlandırılır. Azotun alaşım elementleri ile birlikte oluşturduğu bu sert nitrürler, nitrürleme sıcaklığında zamana bağlı olarak tane sınırlarına veya dağınık bir şekilde tabakanın farklı bölgelerine çökelir. Matris yapısı ile nitrür bileşiklerinin kafes yapısı arasında oluşan uyumsuzluk kafes yapısında çarpılmaya neden olarak mukavemetin artmasını sağlar [1,2,15,26,30]. Difüzyon tabakasının hemen altında geçiş bölgesi yer alır. Bu bölgede, çökelen nitrür bileşikleri çekirdeğe yaklaştıkça azalır ve yapı ilk halini alır. Yapıda herhangi bir değişikliğin olmadığı en iç kısım çekirdek olarak adlandırılır [1,26]. Nitrürleme işlemi sonucunda oluşan bu tabakalar Şekil 3'te şematik olarak gösterilmiştir [1].

Nitrürleme yöntemleri, kullanılan azot verici ortama göre katı, sıvı, gaz ve plazma nitrürleme olmak üzere dört gruba ayrılır [7]. Katı (toz) nitrürleme işleminde, nitrürlenecek parça nitrürleme tozları ile birlikte bir kutu içersinde 520-570 °C sıcaklığında 12 saati aşkın bir süre fırında bekletilir. İşlem sonrası çelik yüzeyindeki pul pul dökülme ve prosesin kontrol edilememesi yöntemin başlıca dezavantajlarını oluşturur. Bu yöntem söz konusu gibi sakıncaları nedeniyle günümüzde artık pek kullanılmamaktadır [7].

Sıvı (tuz) nitrürleme işleminde, NaCN ve KCN tuzlarından oluşan nitrürleme ortamı 510-580 °C' de yaklaşık 12 saat süre bekletildikten sonra çelik parçalar bu ortamda yaklaşık 2 saat tutulur. Böylece azotun zamanla çelik parçalara difüze olması sağlanır [1,7]. Gaz nitrürlemeye göre işlem sıcaklığının biraz daha yüksek olması sebebiyle azotun yayınması nitrürlemeye göre daha hızlıdır [26]. Fakat nitrürleme süresinin artışı ile parça yüzeyinde gözle görülebilen istenmeyen çukurlar meydana gelmektedir [1].



Şekil 2. Fe-N denge diyagramı [1].



Şekil 3. Nitrürleme tabakaları [28].

Son yıllarda tuz ortamına hava gönderilmesiyle homojen bir tuz ortamı sağlanmakta ve karbonun yayınmasıyla çeliğin yüzeyinde karbo-nitrür oluşturularak çukur oluşumu daha iyi kontrol edilebilmektedir [1,7,31]. Bu işlemin günümüzde bazı farklı proses parametreleri ile kullanılan Tuffride, Melonite, Tenifer veya Qpq gibi ticari isimleri bulunmaktadır [1,7,31].

Gaz nitrürleme işleminin temel prensibi, 495-565 °C sıcaklık aralığında vakumlanmış kapalı hassas fırınlarda amonyak gazının ayrıştırılmasıyla elde edilen azotun çelik yüzeyine difüze olmasıdır [15]. Fırının geç ısınması sebebiyle işlem süresi 12-120 saat sürebilir. Sürenin çok uzun olması çelikte temperleme etkisi oluşturarak sertliğin azalmasına sebep olabilir [7]. Gaz nitrürleme işlemi ile 0,2-0,7 mm kalınlığında nitrürlenmiş tabaka elde edilebilir [1].

#### 1.2.4.1. Geleneksel Nitrürleme Yöntemlerinin Dezavantajları

Katı, sıvı ve gaz geleneksel nitrürleme yöntemlerinin başlıca dezavantajları aşağıda sıralanmıştır.

1. Beyaz tabaka ve difüzyon tabakasının etkin bir şekilde kontrol edilememesi [1,7].

2. Gaz nitrürlemede kalın nitrürleme tabakası istenmesi durumunda sürenin uzamasına bağlı olarak temperleme etkisinin oluşması ve sertliğin düşmesi [7].

3. Gaz nitrürlemede azotun çelik yüzeyine nüfuziyet derinliğinin arttırılmasının uzun işlem süresi gerektirmesi [1].

4. Sıvı (tuz) nitrürlemede işlem süresinin uzamasıyla birlikte yüzeyde çukurların oluşması[1].

5. Gaz ve sıvı nitrürleme sonrası açığa çıkan gazların çevreye olumsuz etkilerinin olması [7].

6. Boyutsal kararlılığın önemli olduğu işlemlerde, sıcaklığın yeteri kadar düşürülememesi [1,7].

Bu dezavantajları ortadan kaldırmak ya da en aza indirmek amacıyla son yıllarda plazma nitrürleme işlemi kullanılmaya başlanmıştır.

#### 1.2.4.2. Plazma (iyon) Nitrürleme

Klasik nitrürleme yöntemlerindeki kısıtlamalar nedeniyle son yıllarda endüstriyel alanda sıklıkla kullanılmaya başlanan plazma (iyon) nitrürleme işleminde kapalı ortam, içerisindeki havanın dışarı atılmasıyla vakumlu bir hale getirilir [30,31]. Daha sonra azot içeren gaz  $N_2$ ,  $N_2 + H_2$  veya  $NH_3$  (amonyak) bu vakum ortama gönderilir [1]. Yapılan çalışmalarda  $N_2 + H_2$  gaz karışımının daha iyi sonuçlar verdiği saptanmıştır [7]. Azot verici gaz karışımının 1-10 mbar basınç ve 400-1000 V arasında uygulanan yüksek gerilim altında iyonlaştırılmasıyla elde edilen pozitif yüklü azot atomları, katot haline getirilen çeliğe yüksek enerji ile çarptırılır. Bu çarpışma esnasında anot ve katot arasında Şekil 4' de şematik olarak gösterilen parıltılı bir boşalım meydana gelir. İyonların yüksek enerji ile çelik yüzeyine çarpmasıyla enerjilerinin büyük bir kısmını çelik yüzeyine aktararak Şekil 5' te görüldüğü gibi parçanın ısınmasını ve azot atomlarının parça yüzeyinden içeriye doğru difüze olmasını sağlarlar [7,26,27,30]. Azotun iyonize olmasını gösteren denklem aşağıda verilmiştir.

$$N \to N^+ + e^- \tag{1.3}$$

Plazma (iyon) nitrürlemeyi geleneksel nitrürleme yöntemlerine göre üstün kılan özelliklerden biri gerilimin kontrol edilebilmesiyle işlem sıcaklığının 400 °C' lere kadar indirilebilmesidir. Bu özellik hassas ölçülere sahip parçaların nitrürlenmesi sırasında büyük önem kazanmaktadır. Plazma nitrürlemenin geleneksel nitrürleme yöntemlerine göre önemli üstünlüklerinden biride azot iyonlarının yüksek enerji ile yüzeye ulaşmaları sayesinde yüzeyin diğer geleneksel yöntemlere göre çok hızlı bir şekilde ısınması ve difüzyonu kolaylaştırmasıdır [7,15,16,30].



Şekil 4. Plazma nitrürlemede parıltılı boşalım mekanizması [15].

Plazma nitrürleme yöntemi hemen hemen tüm çeliklere uygulanmakla birlikte en etkili işlem sonucunu bünyesinde kararlı nitrür yapıcı elementler olarak bilinen Al, Cr, Mo, Ti, V bulunduran çeliklerde vermektedir [9,29]. Şekil 6 a' da görüldüğü gibi yüzey sertliğine en çok etki eden Al ve Ti olup ardındanda Cr, Mo, V gibi nitrür yapıcı elementler bunları takip etmektedir. Şekil 6 b' de ise çeliğin bünyesinde ki alaşım elementlerinin miktarının artması ile oluşan nitrür çökeltilerinin azot difüzyonunu engellediği için nitrürleme derinliğinin azaldığı görülmektedir [1].



Şekil 5. Nitrürleme işleminde azot atomunun difüzyonu [15].



Şekil 6. Alaşım elementlerinin a) yüzey sertliğine b) kabuk kalınlığına etkisi [1].

Plazma nitrürleme işleminden sonra çeliğin yüzeyinde oluşan kabuk iki tabakadan oluşmaktadır. Yüzeyde beyaz tabaka (white layer) adı verilen gevrek, sert ve ince bir kısım bulunurken, hemen altında nitrür çökeltilerinden oluşan difüzyon tabakası mevcuttur [7,15,30].

#### 1.2.4.2.1. Beyaz Tabaka (White Layer)

Kabuk bölgesinin ilk tabakası olan beyaz tabaka adını nital ile dağlandıktan sonra mikroskop altında beyaz renkte görünmesinden alır [15,29,30]. Bu tabaka oldukça sert, ince ve gevrek bir yapıdadır [7]. Beyaz tabakada,  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ve  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N fazları veya bunların karışımı bulunur [1,7,27,30]. Tabakanın bu metaller arası bileşiklerden oluşuyor olması sertlikteki yüksek artışın malzemenin bileşiminden değil oluşan nitrürlerden kaynaklandığı gerçeğini ortaya koymaktadır [7,30]. Ürünün kullanılacağı yere bağlı olarak  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N ve  $\varepsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N bileşikleri söz konusu tabakada ayrı ayrı bulanabileceği gibi birlikte de bulunabilirler. Şöyle ki; parçanın aşınmaya dayanıklı olması isteniyorsa tabakada ɛ-Fe<sub>2-3</sub>N bileşiğinin bulunması istenir. Eğer, parça darbeli yükler altında çalışacak ise tabakada daha tok ve yumuşak bir faz olan  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N bileşiğinin bulunması tercih edilir [7,15,30]. Kabukta beyaz tabakanın oluşması veya oluşmaması nitrürleme işleminde kullanılan azot gazının oranı ile ilgilidir. Nitrürleme sırasında gaz karışımı içerisinde % 5 oranına kadar azot bulunması halinde kabukta beyaz tabaka oluşmamaktadır. Azot oranının 15-30 değerinde tutulması durumunda ise  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N bileşiği, söz konusu gaz % karışımındaki % 60-70 arası azot oranına ilave olarak % 1-3 metan gazı içerdiği durumda ise ɛ-Fe<sub>2-3</sub>N bileşiği beyaz tabakayı oluşturmaktadır [7]. Çeşitli oranlarda gaz karışımı içeren ortamlarda uygulanan plazma nitrürleme işlemi sonunda oluşan tabakanın görünüşü Şekil 7' de şematik olarak gösterilmiştir [15].



Şekil 7. Çeşitli gaz bileşim oranlarında plazma nitrürleme işlemi uygulanmış çeliklerin kabuk tabakaları [15].

 $\gamma$ '-*Fe*<sub>4</sub>N yüzey merkezli kübik kafes yapısına sahipken  $\varepsilon$ -*Fe*<sub>2-3</sub>N hegzagonal kafes yapısına sahiptir [30]. Her iki fazın birlikte bulunduğu uygulamalarda farklı kafes büyümelerinden dolayı tabakada oluşan iç gerilmeler, tabakanın düşük yükler etkisinde dahi çatlamasına sebep olabilir. Bu yüzden değişken dinamik yüklerin etkin olduğu uygulamalarda ve genel yükleme durumunda çalışacak parçalarda beyaz tabaka istenmez [7,26,27]. Her ne kadar beyaz tabaka oluşumu istenmeyen bir durum olsada nitrürleme işleminde bu tabakanın oluşumu çoğunlukla gerçekleşir. Bu nedenle bu tabaka kalınlığının minumuma indirilmesini sağlayan bazı yöntemler bulunmaktadır. Söz konusu yöntemler, ek maliyet gerektiren bazı işlemleri içermektedir. Bu işlemler; gaz karışımı ayarlanarak karışım içerisindeki azot oranının düşük tutulması, nitrürlemenin sonuna doğru azot gazı miktarının kademeli olarak düşürülmesi gibi esaslara dayanır. Ancak bu yöntemler maliyetin artmasının yanısıra işlem süresinin de uzamasına sebep olmaktadır [16,26]. Şekil 8' de beyaz tabakada meydana gelen nitrür çekirdeklenmesinin oluşum mekanizması gösterilmiştir [26].



Şekil 8. Demir içerisinde  $\gamma$ '- ve  $\varepsilon$ - nitrür çekirdeklenmesinin sistematik gösterimi [26].

Beyaz tabakanın kalınlığı zaman, sıcaklık, gaz bileşimi ve basınç gibi nitrürleme parametrelerine bağlı olarak yaklaşık 20 µm mertebelerine ulaşır [26,30]. Plazma nitrürlemede oluşturulan gerilimin etkisi ile reaksiyon hızlı gerçekleştiği için işlemin hemen ilk safhalarında beyaz tabaka oluşmaktadır, gaz nitrürlemede ise reaksiyon yavaş ilerlediği için beyaz tabaka oluşumu biraz daha gecikmektedir. Plazma nitrürlemenin ilk safhalarında artan beyaz tabaka kalınlığının işlem süresi uzadıkça sabitlenmeye başladığı bilinmektedir [7]. Bunun nedeni işlem süresinin uzamasıyla bu tabakada azot elementinin oluşturduğu nitrür çökeltilerinin doyuma ulaşmasıdır. Plazma ve gaz nitrürleme işleminde beyaz tabaka kalınlığının işlem süresi ile değişimi Şekil 9' da gösterilmiştir [7]. Bu şekil de görüldüğü gibi nitrürleme işleminin ilk safhalarında süre arttıkça her iki nitrürleme işleminde beyaz tabaka kalınlığı artmaktadır. Fakat sürenin uzamasıyla gaz nitrürlemede artmaya devam eden beyaz tabaka kalınlığı plazma nitrürlemede sabit hale gelmektedir. Ayrıca, gaz karışımındaki azot oranının artması ile beyaz tabaka kalınlığının belli oranda arttığı bilinmektedir [32].



Şekil 9. Nitrürleme sırasında beyaz tabakanın gelişimi [7].

#### 1.2.4.2.2. Difüzyon (Yayınım) Tabakası

Beyaz tabakanın hemen altında yer alan bu tabakada azot elementi ile alaşım elementleri nitrürler oluşturup, tane sınırları veya tane içlerinde çökelirler [7,15,30]. Oluşan nitrürler bir süre sonra azot difüzyonunu engellediği için yüzeyden çekirdeğe doğru gidildikçe azot yoğunluğu azalmaktadır [30]. Difüzyon tabakasının kalınlığı malzemenin alaşım elementi içeriğine, işlem sıcaklığına ve zamana bağlıdır [15,30,33]. Yapılan calışmalarda difüzyon tabakası kalınlığının işlem süresi ile doğru orantılı olarak arttığı görülmüştür [28]. Çekirdeğin mikroyapısına sahip olan difüzyon tabakasının tane içi ve tane sınırlarında çökelen nitrür bileşikleri kafes yapısının daha fazla çarpılmasına ve buna bağlı olarak dislakasyon hareketinin engellenmesine neden olur ve bunun sonucunda sertlikte oldukça önemli bir artış meydana gelir. Nitrürlenmiş difüzyon tabakasındaki tane sınırları ve tane içlerinde çökelmenin başka bir sonucu da kabuk bölgesinde meydana gelen genişleme hareketidir. Çekirdek bölgesi bu genişleme hareketini engellemeye çalıştığı için çekirdek bölgesinde çekme, yüzeyde ise basma şeklinde artık gerilmeler oluşmaktadır [15,30,34]. Yüzeyde oluşan artık başma gerilmelerinin etkişiyle yüzey bölgesinde çatlak oluşumu ve ilerlemesi engellenerek yorulma dayanımı artmaktadır [21,29,35]. Islah edilmis numunelerde vorulma catlağı yüzeyde baslarken nitrürleme ile yüzey sertlestirme işlemine tabi tutulmuş numunelerde yorulma çatlağı yüzeyde varolan artık basma gerilmelerinin etkisiyle difüzyon tabakasının hemen altında başlamaktadır [7]. Literatürde balık gözü (fisheye) olarak nitelendirilen bu çatlak başlangıcının, difüzyon bölgesinin hemen altında oluşması ve yüzeye ulaşmasının zaman alması yorulma dayanımının artmasına neden olmaktadır [7,19,21]. Nitrürlenmiş ve ıslah edilmiş numunelerin yorulma sonucunda kırılan yüzeylerini gösteren fotoğraflar Şekil 10' da verilmiştir [27]. Yapılan çalışmalarda işlem sıcaklığının yüzey sertliği ve artık basma gerilmeleri üzerinde önemli etkisi olduğu tespit edilmiştir [28,36]. Şöyleki; işlem sıcaklığının belli bir optimum değeri aşarak artmaya devam etmesi durumunda nitrür çökeltilerinin aşırı derecede büyümesi ve kafes yapısındaki çarpılmanın ortadan kalkmasıyla yüzey sertliğinin büyük ölçüde düştüğü görülmüştür. Ayrıca, nitrürleme sonrası oluşan artık basma gerilmeleri yüksek işlem sıcaklıklarında azalmakta ve yorulma performansı üzerindeki olumlu etkisini kaybetmektedir [18,28,36].



Şekil 10. A: Islah edilmiş, B: Nitrürlenmiş AISI 4140 çeliğinin yorulma sonucunda kırılan yüzeylerinin görünüşü [27].

Yapılan çalışmalarda difüzyon tabakası ile çekirdek arasında oluşan balık gözü (fish eye) çatlağının çekirdek tarafından kontrol edildiği ve malzeme içerisindeki katışkıların çatlak başlangıcında etkili olduğu tespit edilmiştir [7]. Nitrürleme işlemi öncesinde nitrürlenecek iş parçasının belli bir çekirdek sertliğine ve dayanımına sahip olması önemlidir. Çünkü söz konusu tabaka nitrürleme sonrası oluşan kabuk tabakasını destekleyici ve tok bir yapı oluşturarak çatlak oluşumunu geciktirici bir rol oynamaktadır [7].

#### 1.2.4.2.3. Plazma (İyon) Nitrürlemenin Üstünlükleri

Plazma nitrürleme tekniğinin geleneksel nitrürleme yöntemlerine göre bazı üstünlükleri aşağıda sıralanmıştır.

1-Bu yöntemde beyaz tabaka ve difüzyon tabakasının kalınlığı, özellikleri ve bu tabakalarda oluşan fazlar ve oranları etkin bir şekilde kontrol edilebilmektedir [7].

2-Aynı kabuk derinliği diğer nitrürleme yöntemlerine göre daha kısa sürede elde edilmektedir [16,33,37].

3-Geleneksel nitrürleme yöntemlerine göre daha düşük sıcaklıklarda uygulanabilen bu yöntem ile deformasyon ve çarpılma en aza indirilmektedir. Hassas boyut toleransına sahip parçalar için bu özellik oldukça önemlidir [7,33,37].

4-Malzemenin yorulma performasında diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine göre yüksek oranda iyileşme sağlanmaktadır [7,21,38].

5-Çevreye duyarlı bir işlemdir [7,16].

6-İşlem sonrasında temiz bir iş parçası yüzeyi elde edilmektedir [33].

#### 1.2.4.2.4. Plazma (İyon) Nitrürleme Uygulamaları

Mekanik ve tribolojik özellikleri iyileştirmesi sebebiyle birçok makine parçasında kullanılan nitrürleme yöntemlerinden plazma (iyon) nitrürleme işlemi, beyaz tabaka ve difüzyon tabakasının etkin bir şekilde kontrol edilebilmesine olanak tanıyıp optimum şartları sağlaması sebebiyle makine, dişli, takım, sıcak – soğuk şekillendirme kalıpları ile yüksek hassasiyete sahip silah parçaları gibi uygulamalarda etkin bir şekilde kullanılmaktadır [7,13,39]. Plazma nitrürleme yöntemi ile yüzeyi sertleştirilmiş bir dişli çark ve bu dişli çarka ait bir dişin mikroyapısı şekil 11' de verilmiştir [40].



Şekil 11. Dişli endüstrisinde nitrürleme uygulamaları [40].

Silah endüstrisinde de geniş bir kullanım alanına sahip olan plazma nitrürleme işlemi özellikle yüksek dayanım gerektiren uzun ömürlü atışlar için tabanca kapak ve namlularının yanı sıra, mekanik çalışma sırasında birbirine sürtünen ve yüksek aşınma dayanımı gerektiren küçük tabanca ve piyade tüfeği parçalarında uygulanmaktadır. Ayrıca, etkili hedef atışının önemli olduğu, uzun ömür gerektiren ve ortam şartları dikkate alındığında iyi korozyon direncinin önemli olduğu piyade tüfeği namlularında uygulanmaktadır. Şekil 12 ve 13' de nitrürleme işlemi uygulanmış bazı silah parçaları gösterilmiştir [13].



Şekil 12. TM-4 Namlusu, nitrürleme işlemi ile sertleştirilmiş Assault piyade tüfeği, Montenegro [13].



Şekil 13. Nitrürleme işlemi yapılmış piyade tüfeği parçaları [13].

Silah parçalarından biri olan ve yüksek korozyon dayanımı gerektiren şarjör parçasında da nitrürleme işlemi uygulanmaktadır. Yüzeyi plazma nitrürleme yöntemi ile sertleştirilmiş olan piyade tüfeğine ait bir şarjör Şekil 14' de görünmektedir [13].



Şekil 14. Gövdesine nitrürleme işlemi yapılmış piyade tüfeği şarjörü [13].

Plazma nitrürlemede işlem parametrelerinin ve yüzeyde oluşan tabakaların kontrol edilebilmesi bu yöntemin savunma sanayinde oldukça yaygın bir şekilde kullanılmasını sağlayan önemli bir avantajıdır. Ayrıca geleneksel su verme sertleştirmesi yöntemlerinin aksine bu yöntemde yüksek sıcaklıklıklara çıkılmadan ve su verilmeden sertleştirme yapılabilmesi diğer önemli avantajlarının başında gelmektedir. Bunlardan başka malzemede herhangi bir çarpılma görülmemesi ve talaşlı imalat sonrası tolerans değerleri korunmasıda avantajlar arasında sayılabilir. İşlem sonrası doğrultma vb. ilave işlem gerektirmemeside diğer bir avantajıdır [7].

#### 1.3. Literatür Özeti ve Çalışmanın Amacı

Günümüzde birçok çelik uygulamasında kullanılan yüksek sıcaklıkta su verme sertleştirmesinin getirdiği sorunlar nedeniyle termokimyasal yüzey sertleştirme yöntemleri makine ve savunma endüstrisinde büyük önem kazanmıştır. Söz konusu yöntemlerle iş parçasına çalışma ortamına uygun yüzey özellikleri kazandırılması ve mekanik özelliklerde ki iyileşmeler görülmektedir. Sözü edilen yöntemlerden biri olan plazma (iyon) nitrürleme işlemi geleneksel sertleştirme yöntemlerinde ki bazı kısıtlamalar nedeniyle Avrupa silah endüstrisinde namlu ve kapak (sürgü) olarak adlandırılan bazı parçalarda kullanılmaktadır. Plazma nitrürleme işleminin sağladığı yüzey özelliklerinin kontrol edilebilmesi, yüzeyde oluşturulan yüksek sertlik ve artık basma gerilmelerinin çatlak oluşumunu geciktirdiği bilinmektedir. Ayrıca işlem sıcaklığının düşük olması sayesinde hassas toleransa sahip silah parçalarında yüksek sıcaklıklara çıkılan geleneksel sertleştirme yönteminin neden olduğu çarpılmanın önüne geçilmesi tercih sebeplerinden biridir.

Silah endüstrisinin önemli bir kolu olan tabanca üretiminde kapak diye adlandırılan parça çalışma sırasında darbeli yüklere maruz kalmakta ve uzun ömürlü atışlarda hasara uğramaktadır. Kapak parçası malzemesi olarak Avrupa tabanca sanayinde, genel olarak nitrürleme işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliği kullanılmasına rağmen yurt içi tabanca sanayinde soğuk çekme işleminden sonra geleneksel sertleştirme yöntemi uygulanmış AISI 4140 çeliği kullanılmaktadır. Yapılan çalışmalar, AISI 4140 mazlemesinden soğuk şekillendirme (profil çekme) yöntemi ile üretilmiş kapak parçasının belirli bir çekirdek sertliği kazandırıldıktan sonra plazma nitrürleme işlemine tabi tutulmasıyla ortaya çıkan yapısı ve mekanik özellikleri hakkında bilgi vermemektedir. Bu nedenle bu çalışmanın amacı soğuk çekilmiş AISI 4140 çeliğine uygulanan plazma nitrürleme işleminin söz konusu çeliğin yapı ve mekanik özellikleri, özelliklede yorulma performansına etkisini incelemektir. Ayrıca plazma nitrürleme işlemi uygulanmış durumdaki parçaların başta yorulma davranışı olmak üzere çeşitli mekanik özelliklerini geleneksel sertleştirme uygulanmış durumdaki özellikleri ile karşılaştırmaktır. Böylelikle yüksek mukavemete ve uzun ömürlü atışlara sahip silah parçaları geliştirilmesiyle savunma sanayine katkıda bulunulması amaçlanmaktadır.



#### 2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

#### 2.1. Malzeme üretimi ve Kimyasal Analiz

Bu çalışmada, silah endüstrisinde oldukça geniş kullanımı olan orta karbonlu ve düşük alaşımlı AISI 4140 (42CrMo4 veya DIN 1.7225) çeliği kullanıldı. Söz konusu çelik, silah endüstrisinde tabanca kapaklarının (sürgü) yaygın üretim yöntemi olan soğuk şekillendirme (hassas profil çekme) yöntemi ile üretildi. Hammadde' nin üretiminde kullanılan bu yöntem bazı işlem basamaklarını içermektedir. Bu işlemler sırasıyla; 850 – 900°C' de sıcak şekillendirme, 723 °C sıcaklıkta 4 saat süreyle gerilme giderme tavı, soğuk çekme ve son olarak soğuk deformasyondan kaynaklanan iç gerilmeleri gidermek amacıyla 550°C' de 1 inch' lik kalınlık için 1 saat süreyle uygulanan gerilme giderme tavından oluşmaktadır. Söz konusu mekanik ve ısıl işlemler uygulanarak 13 mm çapında üretilen hammadde' ye ait örneklerin kimyasal bileşimi Foundry master spektrometre kullanılarak argon gazı yöntemiyle belirlendi. Soğuk çekmeyle üretilen hammadde çubuklar daha sonra aşağıda açıklanan su verme ve plazma nitrürleme işlemlerine tabi tutuldu. Hammadde, su verilmiş ve plazma nitrürleme uygulanmış durumdaki çelik çubuklardan talaşlı imalat yöntemi ile metalografi, sertlik, çekme, yorulma, darbe ve XRD numuneleri üretildi.

#### 2.2. Isıl İşlemler

Aynı şarjdan alınmış numuneler uygun boyutlarına getirildikten sonra atmosfer kontrollü firin içerisindeki aparatlara yerleştirilerek 840°C sıcaklığa kadar ısıtıldı. Alaşımın kimyasal bileşimine göre belirlenen bu sertleştirme sıcaklığında 20 dakika tutulan numuneler yağ banyosuna daldırılarak 25 dakika bekletildi. Yağda su verme işlemi ile sertleştirilen numuneler yıkama ve yağ alma işlemleri yapıldıktan sonra vakum temper firinina konuldu. Söz konusu numuneler 40 - 44 RSD-C sertlik için 480 °C sıcaklıkta 4 saat, 30 – 32 RSD-C sertlik için ise 620 °C sıcaklığında 4 saat menevişleme işlemine tabi tutuldu. Daha sonra basınçlı kumlama yöntemi ile numune yüzeyleri temizlendi.

#### 2.3. Plazma (İyon) Nitrürleme

Plazma nitrürleme işlemi 50 kW kapasiteli endüstriyel fırında tüm numuneler için aynı anda gerçekleştirildi. Nitrürleme işleminden önce numunelerin yüzeylerinde geleneksel sertleştirme yönteminden kalan tufal tabakası gibi kalıntıları gidermek için önce basınçlı kumlama sonrada alkol ile temizleme işlemi yapıldı. Numuneler Şekil 15' de fotoğrafı verilen fırın içerisinde anot ve katot olarak konumlandırılmış disklere dik bir şekilde yerleştirildi. Nitürleme işlemi öncesinde numune yüzeylerinde azot difüzyonunun daha etkin bir şekilde gerçekleştirilmesini sağlamak amacıyla işlem öncesi vakumlu ortama  $H_2$  gazı gönderilerek numune yüzeylerinin temizlenmesi sağlandı. Nitrürleme sıcaklığına ulaşıncaya kadar fırın içerisine programlanabilir mantıksal denetleyici kontrolünde  $N_2$  ve  $H_2$  gazı gönderilerek anot ve katot arasında oluşturulan gerilim sayesinde parıltılı boşalım sağlandı. Fırın içerisine yerleştirilen bir termo-eleman vasıtasıyla sıcaklık sürekli kontrol altında tutuldu. Ayrıca fırın içerisinde bulunan bir basınç ölçer ile de basınç kontrol edildi.



Şekil 15. Plazma (iyon) nitrürleme fırını

30-32 RSD-C çekirdek sertliğine sahip numuneler, 3 mbar ortam basıncı, 520 °C işlem sıcaklığında ve % 25  $N_2$  - % 75  $H_2$  gaz içeren ortamda 12 saat süreyle nitrürleme işlemine tabi tutuldu.

#### 2.4. X-Işını Difraksiyonu

Plazma (iyon) nitrürleme işlemi sonrası numune yüzeyinde oluşan fazların kimyasal bileşimi söz konusu numunelerde CuKV tüp kaynaklı XRD cihazı kullanılarak belirlendi.

#### 2.5. Metalografik incelemeler

İçyapı incelemeleri için hammadde, su verilmiş ve nitrürlenmiş durumdaki numuneler standart metalografi yöntemi kullanılarak hazırlandı. Söz konusu numuneler % 3' lük nital (%3 nitrik asit + %97 etil alkol) çözeltisi içerisinde dağlandı. Dağlanan numuneler ışık mikroskobu ile incelenerek beyaz tabaka kalınlığını ve içyapılarını gösteren fotoğraflar çekildi. Yorulma deneyi sonucunda kırılan numunelerin kırık yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) yardımı ile incelendi.

#### 2.6. Mekanik Deneyler

#### 2.6.1. Çekme, Sertlik ve Darbe Deneyleri

Çekme deneyleri için, hammadde, su verilmiş ve nitrürlenmiş durumdaki AISI 4140 çeliğinden TS EN ISO 6892-1 standartına uygun numuneler hazırlandı. Çekme deney numunesinin şeklini ve boyutlarını gösteren teknik resim Şekil 16a'da verilmiştir. Hazırlanan numuneler üniversal bir çekme deneyi makinesinde 0,005 mm/sn'lik çekme hızında çekme deneyine tabi tutuldu. Her bir durum için üç numune kullanıldı ve çekme dayanımı, akma sınırı ve kopma uzaması değerleri bu üç numuneden elde edilen verilerin ortalaması alınarak belirlendi.

Hammadde ve su verilmiş çelikten alınan sertlik numunelerinin yüzeyleri talaşlı imalat yöntemi ile birbirine paralel olacak şekilde işlendi ve parlatıldı. Sertlik ölçümleri, hammadde için Brinell sertlik ölçme (BSD) yöntemi ile 187,5 kg yük altında 2,5 mm çaplı bilya uç kullanılarak, su verilmiş durumdaki numuneler için ise Rockwell sertlik ölçme (RSD-C) yöntemi ile 150 kg yük altında gerçekleştirildi. Her numune üzerinde beş ölçüm yapılarak elde edilen değerlerin ortalaması alındı. Nitrürlenmiş durumdaki numuneler ise önce hassas kesme cihazı ile kesildi. Ardından sıcak presleme yöntemi ile bakalite alındıktan sonra zımparalama ve parlatma işlemi ile yüzeyleri mikrosertlik ölçümü yöntemi için uygun hale getirildi. Daha sonra söz konusu örneklerin yüzey sertliği 200 gr yük uygulanarak beş ölçümün ortalaması alınarak belirlendi. Sertlik derinliğinin berlirlenmesi için ise 200 gr yük kullanıldı ve yüzeyden çekirdeğe doğru 0,05 mm' lik adımlarla mikrosertlik ölçümü gerçekleştirildi.

Darbe deneyleri her durum için ölçüleri şekil 16b' de verilen numuneler kullanılarak maksimum darbe enerjisi 300 ±1 Joule olan düzenekte gerçekleştirildi.



b) Darbe deney numunesi,

Şekil 16. AISI 4140 çeliğinden elde edilen a) çekme b) darbe deney numunesi ölçüleri

#### 2.6.2. Yorulma Deneyi

Numunelerin yorulma deneyleri genel görünümü Şekil 17' de verilen dönel eğmeli bir yorulma deney düzeneğinde gerçekleştirilmiştir. Deney düzeneği; 2 kW gücünde bir elektrik motoru, iki adet mil, bu millerin yataklanmasında kullanılan iki adet ana yatak, yük askı kolu, kavrama, örnek tutucuları, otomatik kumanda sistemi, anahtar ve devir sayacı gibi elemanlardan oluşmaktadır.

Dönme hareketinin yanında açısal hareket serbestliğini de sağlayabilmesi için deney makinesininde özel bir yataklama sistemi bulunmaktadır. Motor ile deney düzeneği mili arasındaki bağlantıyı sağlayan özel bir kardan kavraması sisteme açısal ve eksenel hareket serbestliği kazandırmaktadır. Ayrıca, deney sistemindeki eksenel hareketi sağlayabilmek için bir sonsuz vida mekanizması kullanılmış ve motor hareketli bir tabla üzerine yerleştirilmiştir. Deney numunesinin kırılmasına kadar geçen çevrim sayısını belirlemek için bir elektronik devir sayacı, örnek kırıldığında düzeneğin otomatik olarak durmasını sağlamak amacıyla da bir anahtar kullanılmıştır. Deney makinesi iki farklı devir sayısında (1500 ve 3000 d/d) ve farklı boyutlarda numuneler kullanılarak deney yapmaya elverişlidir. Aynı zamanda yük koluna monte edilen 0,01 mm hassasiyetinde ki komparatör ile yorulma deneyi sırasında numune üzerinde oluşan salgı da gözlenebilmektedir. Yük uygulama işlemi opsiyonel olarak hem yük hücresi yardımıyla otomatik, hem de ağırlık asmak suretiyle manuel olarak gerçekleştirilebilmektedir.

Talaşlı imalat yöntemi ile CNC tezgâhında yüzeyi hassas bir şekilde işlenerek hazırlanan yorulma örneği iki ucundan yorulma makinesinin örnek tutucularına bağlanarak sabitlenmektedir. Yük askı koluna ağırlık asılarak veya yük hücresi ve kontrol ünitesi kullanılarak örneğe eğme yükü uygulanmakta, bu eğme yükü iki yükleme kolu arasında sabit bir eğme momenti ve bu eğme momenti de örneğin en dar kesiti olan orta noktasında maksimum eğme gerilmesi oluşturmaktadır. Söz konusu örnek elektrik motoru ile sürekli olarak döndürülmekte ve örneğin en dar kesiti üzerindeki her bir nokta ortalama gerilme sıfır olacak şekilde sinüzoidal bir değişim gösteren çekme ve basma gerilmelerinin etkisi altında kalmaktadır.

Yorulma deneyine tabi tutulan numunenin kırıldıktan sonraki durumunu gösteren deney düzeneği fotoğrafi Şekil 18' de verilmiştir. Yapılan hesaplamalar sonucunda, söz konusu deney düzeneğinde örneğe uygulanan yük (P) ile örneğin en dar kesitinde oluşan maksimum eğme gerilmesi ( $\sigma_e$ ) arasında  $\sigma_e$  (MPa) = 18,6 P (N) bağıntısı ile ifade edilebilen bir ilişkinin bulunduğu belirlenmiş olup bu bağıntının elde edilişi aşağıda verilmiştir.

$$\sigma_e = \frac{\sigma_e}{W_e} \to \sigma_e = \frac{P.l}{\frac{\pi.d^3}{32}} \to \sigma_{e\breve{g}} = 18.6 \text{ P}$$
(2.1)

Burada  $M_e$  eğme momenti,  $W_e$  eğme için mukavemet momenti olup örneğin çapı d=4 mm ve moment kolu l=117 mm olarak alınmıştır.



Şekil 17. Dönel eğmeli yorulma deney makinesi



Şekil 18. Deney numunesinin kırılması durumunda açısal hareket serbestliğine sahip yatakların genel görünümü

Bu çalışma için hazırlanan ve ölçüleri Şekil 19' da verilen yorulma numuneleri CNC tezgâhında talaşlı imalat yöntemi ile hassas bir şekilde üretildikten sonra tüm numunelerin ölçüleri 10 kat büyütmeli profil projektör cihazında kontrol edildi. Bu numunelerin ölçülerini gösteren resim Şekil 19' da verilmiştir. Hammadde, su verilmiş ve plazma nitrürleme uygulanmış yorulma numuneleri, söz konusu yorulma deney cihazında 3000 dev/dak' lık sabit bir devir sayısında ve farklı gerilmeler altında yorulma deneyine tabi tutuldu. Yorulma deneyleri hammadde numuneleri için 438 – 693 MPa, geleneksel yağda su verme yöntemi ile sertleştirilmiş numuneleri için 858 – 1113 MPa ve plazma nitrürlenmiş numuneler için ise 967 – 1221 MPa arasında değişen farklı gerilmelerde yapıldı. Her bir gerilme değeri için üç yorulma deneyi yapıldı ve numunelerin kırılmasına kadar geçen çevrim sayıları bu değerlerden edle edilen verilerin ortalaması olarak belirlendi. Söz konusu verilerden yararlanılarak her bir durumdaki çelik malzemenin gerilme çevrim sayısı (S-N) eğrileri çizildi.



Şekil 19. Yorulma deney numunesi ölçüleri

#### **3. BULGULAR**

#### 3.1. Çeliğin Kimyasal Bileşimi

Deneysel çalışmalarda kullanılan AISI 4140/42CrMo4 çeliğinin kimyasal bileşimi Tablo 1' de verilmiştir.

0-111	Kimyasal Bileşim (%)							
Çenk	Fe	C	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо
AISI 4140/42CrMo4	96,90	0,41	0,23	0,88	0,01	0,03	0,99	0,16

#### Tablo 1. AISI 4140 (42CrMo4) çeliğinin kimyasal bileşimi;

#### 3.2. Yapısal İncelemelerde Elde Edilen Bulgular

Hammadde işleminin ardından soğuk şekillendirme yöntemi ile son şekline getirilen hammadde malzemenin içyapısını gösteren fotoğraf Şekil 20' de verilmiştir. Şekil 20' de yapının yarı yarıya ferrit ve perlitten oluştuğu, tane sınırlarının belirgin olduğu ve tanelerinde haddeleme etkisiyle yönlendiği görülmektedir. Geleneksel su verme sertleştirilmesi ile sertleştirilen ve ardından 480° C' de 4 saat menevişleme işlemi ile sertliği 40 – 44 RSD-C değerine getirilen numunenin içyapısını gösteren fotoğraf Şekil 21' de verilmiştir. Bu fotoğraftan görüldüğü gibi yapı büyük oranda martenzit fazına ve yer yer kalıntı ostenit' e dönüşmüştür. Geleneksel su verme sertleştirmesinden sonra 620° C' de 4 saat menevişleme işlemi ile 30 – 32 RSD-C değerine getirilen numunenin içyapı fotoğrafi Şekil 22' de verilmiştir. Bu fotoğraftan görüldüğü gibi yapı tamamen martenzit fazından oluşmaktadır. Sözü edilen işlem uygulandıktan sonra 520° C işlem sıcaklığında 12 saat süreyle plazma nitrürleme işlemine tabi tutulan numunenin içyapısı Şekil 23' de görülmektedir. Bu şekilden nitrürleme işleminin bir sonucu olarak dış yüzeyinde beyaz tabaka, beyaz tabakanın hemen altında koyu renkli difüzyon tabakası ve iki tabakanın bir arada bulunduğu kabuk bölgesinin oluştuğu görülmektedir. Kabuk bölgesinin hemen altındaki çekirdek bölgesinin ise martenzitik bir yapıda olduğu gözlenmiştir.



Şekil 20. AISI 4140 çeliğinin soğuk çekme işleminden (hammadde) sonraki içyapı fotoğrafi



Şekil 21. AISI 4140 çeliğinin geleneseksel yağda suverme işleminden sonra 40 -44 RSD-C sertliğindeki içyapı fotoğrafi



Şekil 22. AISI 4140 çeliğinin geleneksel sertleştirme işleminden sonra 30-32 RSD-C sertliğindeki içyapı fotoğrafi



Şekil 23. AISI 4140 çeliğin plazma nitrürleme işlemi sonrası içyapı fotoğrafı

Kabuk bölgesinde nitrürleme işlemi sonrası oluşan ortalama beyaz tabaka kalınlığını gösteren içyapı fotoğrafı Şekil 24' de verilmiştir. Şekil 24' den görüldüğü gibi beyaz tabaka kalınlığı 4,266 µm olarak ölçülmüştür.

Yüzeyde oluşan fazların bileşimini belirlemek için uygulanan X-ışını difraksiyonu sonuçları Şekil 25'de verilmiştir. Bu şekilden, yüzeyde yüksek  $Fe_4$ N ve düşük miktarda  $Fe_3$ N bileşiklerinden oluştuğu görülmektedir.



Şekil 24. Nitrürleme işlemi sonrası AISI 4140 çeliğine ait beyaz tabaka kalınlığını gösteren içyapı fotoğrafi



Şekil 25. X-ışınları difraksiyon sonuçları

#### 3.3. Mekanik Deneylerde Elde Edilen Bulgular

#### 3.3.1 Sertlik, Çekme ve Darbe Deneylerinde Elde Edilen Bulgular

AISI 4140 (42CrMo4) çeliğinin haddeleme ve soğuk şekillendirme işlemi sonrası (hammadde), yağda su verildikten sonra 480°C 4 saat menevişlenmiş ve yine yağda su verme işleminin ardından 620°C' de 4 saat menevişlenen malzemeye % 25  $N_2$  - % 75  $H_2$  gaz karışımında 12 saat plazma nitrürleme işlemi uygulanmış durumdaki çekme dayanımı, akma sınırı, kopma uzaması ve darbe direnci değerleri Tablo 2' de verilmiştir. Bu tablodaki değerler incelendiğinde en düşük sertlik değeri hammaddeden elde edilirken en yüksek sertlik değerinin plazma nitrürleme işlemi sonrasında ortaya çıktığı görülmüştür. Çekme dayanımı ve akma sınırı gibi mukavemet değerleride sertlik ile benzer bir değişim göstermekle birlikte plazma nitrürleme sonrasında söz konusu değerlerde oldukça önemli artışlar elde edilmiştir. Kopma uzaması ise sertlik ve mukavemet değerlerinin tersine su verme sonrası uygulaması gerek menevişleme işlemi ile gerekse nitrürleme işlemi sonrası düşmüştür. En düşük süneklik değeri nitrürlenmiş durumda elde edilmiştir. Darbe direnci ise kopma uzamasına benzer bir değişim göstermekle birlikte söz konusu çelik nitrürlenmiş durumda menevişlenmiş durumdakine göre daha yüksek darbe direnci sergilemiştir.

Tablo	2.	AISI 4140	(42CrMo4)	hammadde,	geleneksel	sertleştirm	e ve	geleneksel
		sertleştirme	sonrası plaz	ma nitrürlenr	niş durumda	aki sertlik,	çekme	dayanımı,
		akma sınırı,	kopma uzam	ası ve darbe d	lirenci değer	leri		

			Çekme	Akma	Kopma	Darbe
Malzeme	Durum	Sertlik	Dayanımı	Sınırı	Uzaması	Direnci
			(MPa)	(MPa)	(%)	(J)
AISI 4140	SI 4140 Hammadde		582	413	28	80,44
AISI 4140	Geleneksel sertleştirme ve 480°C'de 4 saat menevişleme	44 RSD-C	1354	1255	12	35,31
AISI 4140	Geleneksel sertleştirme ve $620^{\circ}$ C'de 4 saat menevişleme sonrası % 25 $N_2$ - % 75 $H_2$ gaz karışımında 12 saat plazma nitrürleme	735 VSD (61.8 RSD-C)	1445	1294	10	48,39

Plazma nitrürleme işlemi uygulanmış üç adet sertlik numunesine mikrosertlik taraması yapılmış ve her bir örneğe ait sertlik – derinlik eğrisi Şekil 26' da verilmiştir. Bu şekildeki eğrilerden, her üç numunede de yüzey sertliğinin 700-800 HV 0,2 arasında değiştiği ve çekirdeğe doğru yaklaştıkça derinlik artışına bağlı olarak kademeli bir şekilde düştüğü görülmektedir. Yapılan sertlik taramasında 350 HV 0,2 değeri esas alındığında her üç numunede efektif sertlik derinliği 0,25-0,30 mm arasında bulunmuş ve efektik sertlik derinliğinin çalışma öncesinde beklenen aralıkta oluştuğu görülmüştür. Yine sertlik taramasında; çekirdek sertliği 320 HV 0,2 (32 HRC) olarak ölçülmüştür. Böylelikle, geleneseksel su verme ile oluşturulan çekirdek sertliğinin plazma nitrürleme sıcaklığından etkilenmediği ve sıcaklıklığın malzeme üzerinde herhangi bir temperleme etkisi yapmadığı

ortaya çıkmıştır. Malzemede temperleme etkisini görülmediği için de çekirdek sertliği başlangıçtaki değerini aynen korumuştur. Plazma nitrürleme sonucunda yüzeyde oluşan nitrürlerin etkisi ile geleneksel su verme sertleştirmesine göre oldukça yüksek bir kabuk sertliği elde edilmiş ve bu değer çekirdeğe yaklaştıkça azaldığı görülmüştür. Yani nitrürleme işlemi sonunda dış yüzeyi belli bir derinliğe kadar oldukça sert, çekirdek bölgesinde ise yüzeye göre yumuşak bir yapı elde edilmiştir.



Şekil 26. Nitrürleme işlemi sonrası mikrosertliğin derinliğe bağlı olarak değişimi

#### 3.3.2. Yorulma Deneylerinde Elde Edilen Bulgular

Hammadde, geleneksel sertleştirilmiş ve plazma nitrürlenmiş durumdaki AISI 4140 çeliğinden farklı gerilmeler altında yapılan yorulma deneylerinden elde edilen bulgular Tablo 3' de verilmiştir. Bu tabloda yorulma numunelerine uygulanan gerilmeler ile söz konusu numunelerin kırılmasına kadar geçen çevrim sayısı değerleri yer almaktadır. Yorulma deneylerinden elde edilen verilerden yararlanılarak çizilen gerilme-çevrim (S-N) eğrileri ise Şekil 27' de verilmiştir. Bu şekilden, söz konusu çeliğin en yüksek yorulma ömrünü plazma nitrürleme işlemi uygulanmış durumda, en düşük yorulma ömrünü ise hammadde durumunda sergilediği görülmektedir.

Gerilme	Çevrim sayısı					
( MPa)	Hammadde	Geleneksel sertleştirme (40-44 HRC)	Plazma nitrürleme			
438	>10x10 <sup>6</sup>	-	-			
474	634568	-	-			
511	384430		-			
547	263400	/ /	-			
584	210970		-			
620	126630		-			
657	88670	-	-			
693	45860	-	-			
858		>10x10 <sup>6</sup>				
894	-	428670	-			
931	-	256440	-			
967	-	123600	>10x10 <sup>6</sup>			
1004	-	99380	912380			
1040	-	61880	517010			
1077	-	36930	424342			
1113	-	25124	248897			
1149	-	-	172690			
1185	-	-	77240			
1221	-	-	33845			

Tablo 3. Hammadde halinde, geleneksel sertleştirme ve plazma nitrürleme uygulanmış AISI 4140 çeliğine ait yorulma deney sonuçları

( > Çevrim sayısı bu değeri aşmasına rağmen numune kırılmadı)



Şekil 27. Hammadde, geleneksel sertleştirme (su verme-480 °C' de 4 saat menevişleme), plazma nitrürleme (620 °C' de 4 saat menevişleme) uygulanmış AISI 4140 çeliğine ait gerilme-çevrim sayısı eğrileri

36

#### 3.2.2.1. Yorulma Deneylerinden Elde Edilen Verilerin Korelasyonu

Uzun ömürli yorulmada, ortalama gerilmenin sıfır olması durumunda malzemelerin yorulma dayanımı ve yorulma ömrü arasında aşağıdaki formüller ifade edilen Basquin bağıntısı gerçerli olduğu bilinmektedir [41].

$$N = A \sigma^{-k}$$
(3.1)

Burada  $\sigma$  gerilme genliği, N örnek kırılıncaya kadar dayanabildiği çevrim sayısı yani yorulma ömrü, k ve A sabitlerdir. Bu bağıntının logaritması alındığında söz konusu bağıntı,

$$\log N = -k \log \sigma + \log A \tag{3.2}$$

şeklinde ifade edilebilir. Eğer Basquin bağıntısı bir malzeme için geçerli ise  $\log N'$  nin  $\log \sigma'$  ya göre değişiminin lineer yani doğru biçiminde olması ve bu doğrunun eğiminin de k olması gerekir [41]. Bu çalışmada incelenen AISI 4140 çeliğinin yorulma deneylerinden elde edilen veriler kullanılarak çizilen yorulma ömrü ( $\log N$ ) – gerilme genliğine ( $\log \sigma$ ) göre değişimini gösteren doğruları içeren grafik Şekil 28' de verilmiştir. En küçük kareler yöntemi kullanılarak elde edilen bu doğruların korelasyon katsayılarının (c) 1'e çok yakın olduğu belirlenmiştir. Bu nedenle hammadde, su verilmiş ve plazma nitrürleme işlemi uygulanmış çeliğin yorulma davranışının Basquin bağıntısı ile ifade edilebileceği sonucuna varılmıştır.



Şekil 28. Hammadde, geleneksel sertleştirilmiş ve plazma nitrürleme işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliğinin  $\log N$ -  $\log \sigma$  eğrileri

AISI 4140 çeliğinin hammadde, su verilmiş ve plazma nitrürleme işlemi uygulanmış durumdaki k ve A sabitleri ile c (korelasyon katsayısı) değerleri belirlenmiş ve bu değeler Tablo 4' de verilmiştir. Bu tablodan, söz konusu çeliğin en yüksek k ve A değerlerini hammadde durumunda sergilediği görülmektedir. Yine en yüksek c (korelasyon katsayısı) değerini plazma nitrürlenmiş durumdaki numunede göstermiştir.

Tablo 4. Hammadde, geleneksel sertleştirilmiş ve plazma nitrürleme işlemi uygulanmış AISI 4140 (42CrMo4) çeliğinin k ve A sabitleri ile korelasyon katsayısı ( c ) değerleri

Alaşım	İşlem Durumu	k	А	с	
	Hammadde	15	53	0,97	
	Geleneksel	6	23	0.98	
AISI 4140	sertleștirme	0	23	0,70	
	Plazma	12	13	0.00	
	nitrürleme	12	40	0,99	

#### 3.2.2.2. Yorulma Örneklerinin Kırılma Yüzeylerinin İncelenmesinden Elde Edilen Bulgular

Soğuk şekillendirme yöntemi ile üretilen hammadde, geleneksel su verme sertleştirilmesi ve plazma nitrürlenmiş durumdaki AISI 4140 çeliğine ait yorulma örneklerinin kırılma yüzeylerini gösteren SEM fotoğrafları Şekil 29-39' da verilmiştir. Bu fotoğraflarda görüldüğü gibi söz konusu alaşım her durumda nispeten gevrek bir kırılma davranışı sergilemiştir. Soğuk çekilmiş hammadde durumdaki yorulma örneklerinin düşük ve yüksek yüklerdeki kırılma yüzeylerini gösteren Şekil 29-32' de ki fotoğraflardan görüldüğü gibi söz konusu yüzeyler yüksek miktarda porozite içeren, kırık yüzeyler kaba ve pürüzlü bir görünüme sahip olup son kırılma bölgesinin alanı yüksek yüklerde artmıştır. Yüzeylerden başlayıp, içeriye doğru ilerleyen yorulma çatlaklarının düşük ve yüksek yüklerde kırılan hammadde durumdaki örneklere ait kırılma yüzeylerinin detayını gösteren Şekil 30 ve 32' de ki SEM fotoğraflarından görülmektedir. Geleneksel su verme sertleştirilmesi uygulanmış durumdaki örneklerinin kırık yüzeyleri, genel olarak hammadde durumundaki kırık yüzeylerinin benzer özellikler gösterdiği gözlemlenmiştir, Şekil 33-37. 1113 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan geleneksel su verme işlemine tabi tutulan numunenin kırılma yüzeyini gösteren Şekil 37' de ki SEM fotoğrafında duraklama çizgileri görülmektedir. Geleneseksel su verme sertleştirmesinin ardından plazma nitrürleme işlemine tabi tutulan numunelerin düşük ve yüksek gerilme değerlerinde oluşan kırılma yüzeylerini göstren SEM fotoğrafları Şekil 38 ve 39' da verilmiştir. Şekil 38' de 1004 MPa gerilme değerinde kırılan yüzeyden görüldüğü gibi kabuk bölgesinin hemen altında balıkgözü (fisheye) çatlağı oluşmuştur. 1221 MPa gerilme değerinde kırılan yüzeyde ise herhangi bir balıkgözü (fisheye) çatlağına rastlanmamıştır.



Şekil 29. 511 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, soğuk şekillendirme işlemi uygulanmış hammadde durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafi



Şekil 30. 511 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, soğuk şekillendirme işlemi uygulanmış hammadde durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyinin detayını gösteren SEM fotoğrafi



Şekil 31. 584 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, soğuk şekillendirme işlemi uygulanmış hammadde durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafi



Şekil 32. 584 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, soğuk şekillendirme işlemi uygulanmış hammadde durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyinin detayını gösteren SEM fotoğrafi



Şekil 33. 894 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işlemi uygulanmış durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafi



Şekil 34. 894 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işlemi uygulanmış durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyinin detayını gösteren SEM fotoğrafi



Şekil 35. 1113 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işlemi uygulanmış durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafi



Şekil 36. 1113 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işlemi uygulanmış durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyinin detayını gösteren SEM fotoğrafi



Şekil 37. 1113 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işlemi uygulanmış durumdaki AISI 4140 çeliğine ait numunenin kırılma yüzeyinin detayını gösteren SEM fotoğrafi



Şekil 38. 1004 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işleminin ardından plazma nitrürleme işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliğine ait kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafi



Şekil 39. 1221 MPa gerilme değerinde yorulma deneyine tabi tutulan, geleneksel su verme işleminin ardından plazma nitrürleme işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliğine ait kırılma yüzeyini gösteren SEM fotoğrafi

#### 4. **İRDELEME**

Bu çalışmada, hammadde olarak adlandırılan yani sıcak şekillendirmenin ardından soğuk çekilmiş durumdaki AISI 4140 çeliğinin içyapısının ferrit ve perlit fazlarından oluştuğu ve soğuk deformasyonun etkisiyle tanelerin yönlendiği görülmüştür. Kuvvet doğrultusunda ortaya çıkan bu tane yönlenmesi literatürde açıkça ifade edilmektedir [2]. Hammadde durumdaki malzemeye bir biri ardına uygulanan sıcak ve soğuk şekillendirme işlemlerinin amacı şöyle açıklanabilir; sıcak şekillendirme sonucunda oldukça sünek ve yumuşak olan malzeme kolay şekillendirilebildiği için plastik deformasyon ile istenilen kaba boyutlara getirilir. Ancak, sıcak şekillendirme sonrası sertlik ve mukavemet değerleri düştüğü için, bu değerleri iyileştirmek ve sıcak şekillendirmedeki yüksek sıcaklığın etkisiyle yüzeyde oluşan oksit tabakasını gidermek amacıyla söz konusu malzeme soğuk şekillendirme işlemine tabi tutulur. Soğuk deformasyonun etkisiyle kafes ve tane yapılarında meydana gelen çarpılmanın sonucunda dislakasyon yoğunluğu artar. Hem kafes yapısındaki çarpılma hem de dislokasyon yoğunluğunun artışı dislakasyon hareketini engeller [2]. Böylelikle malzemenin sertlik ve mukavemeti artarken sünekliği ise bir miktar azalır. Diğer taraftan soğuk şekillendirmeyle iyi yüzey kalitesi ve hassas boyut toleransları elde edilir. Soğuk deformasyonun etkisiyle oluşan kalıntı gerilmeleri gidermek amacıyla malzeme belli bir sıcaklıkta belli bir süre tavlama işlemine tabi tutulur.

Hammadde durumundaki malzemeye uygulanan geleneksel su verme ve menevişleme işlemleri sonucunda ortaya çıkan yapısal değişimlere bağlı olarak mekanik özelliklerinin de önemli ölçüde değiştiği görüldü. Şöyle ki; 840 °C sıcaklıkta ostenitleştirildekten sonra yağda su verilen hammaddenin ısıl işlemden önce ferrit ve perlitten oluşan içyapısının martenzite dönüştüğü, çok az bir kısmının ise kalıntı ostenit olarak kaldığı görüldü. 480 ve 620 °C sıcaklıklarda uygulanan menevişleme işlemi sonrasında yapının çok fazla değişmediği kalıntı ostenit miktarının az da olsa azaldığı gözlendi, Şekil 21-22. Bu yapısal değişimlere bağlı olarak sertlik, çekme dayanımı ve akma sınırının büyük oranda arttığı ancak darbe direncinin azaldığı belirlendi. Sertlik ve mukavemet değerlerindeki bu artış geleneksel su verme sertleştirmesi mekanizmasına dayandırılarak açıklanabilir. Şöyle ki;  $Ac_1$  kritik sıcaklığı üzerine çıkarılan çeliğin ferrit ve perlitten oluşan içyapısı ostenit fazına dönüşür. Ostenitik içerisinde çözünen karbon atomları sıcaklığın etkisiyle demirin kafes yapısı içerisine girer. Kritik soğuma hızının

üzerindeki ani soğutmanın etkisiyle karbon atomları kafes yapısı içerisinde hapsedilir ve aşırı doymuş bir katı çözelti oluşur. Yani yüzey merkezli kübik (YMK) yapılı ostenit, hacim merkezli tetragonal (HMT) yapılı martenzite dönüşür. Bu dönüşüm sırasında kafes yapısının düşey boyutundaki (c) artışa bağlı olarak bir miktar hacimsel büyüme ortaya çıkar. Söz konusu hacimsel büyüme kafes yapısının çarpılmasına neden olur. Kafes yapısının çarpılması ise dislokasyon hareketini önemli ölçüde zorlaştırarak çeliğin sertlik ve mukavemetini büyük ölçüde artırır [23]. Nitekim soğuk şekillendirilmiş hammaddenin sertliği yağda su verme işleminden sonra 60 RSD-C değerine ulaşmıştır. Bu yüksek sertlik değeri beraberinde oldukça yüksek oranda gevreklik getirdiği için geleneksel su verme sonrasında çelik 480 ve 620 °C sıcaklıklarında menevişleme işlemine tabi tutulmuştur. Menevişleme işlemi ile çeliğin gevrekliği azalmış sertliği bir miktar düşmüştür. Bu işlem sırasında kararsız dengeli martenzitik yapı içerisinde bulunan karbon atomları bir miktar ayrışarak ve alaşım elementleri ile karbür oluşturarak çökelir ve hacim merkezli tetraganol yapı hacim merkezli kübik yapıya dönüşür. Bu yapısal dönüşüm sonucunda sertlikte bir miktar düşüş görülse de elde edilen sertlik değeri çalışma şartları için yeterlidir. Tokluk ise önemli oranda artmıştır.

Nitrürleme işleminin çeliğin kimyasal bileşiminde herhangi bir değişime neden olup olmadığını görmek amacıyla yapılan XRD analizi sonucunda yüzeyde, yüksek miktarda  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N ve düşük miktarda  $\varepsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N gibi demir nitrür bileşiklerinin oluştuğu yani yüzeyde kimyasal bileşimin değiştiği görüldü. Literatürde, tekrarlı yükler altında çalışan parçalarda daha yumuşak ve tok olması nedeniyle  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N bileşiğinin beyaz tabaka içerisinde tercih edildiği bilinmektedir [7]. Plazma nitrürleme sonrası elde edilen bu yapının literatürde verilen nitrürleme sonrası karakteristik yapıya benzer özellikler gösterdiği saptanmıştır [12,28,42]. Şekil 24' deki nitrürleme sonrası yüzeyde oluşan içyapıyı gösteren fotoğraf bu tespiti doğrulamaktadır. Bu fotoğraftan görüldüğü gibi en dış kısımda kalınlığı 4,266 µm olan beyaz tabaka, onun hemen altında koyu renkte görünen difüzyon tabakası yer almaktadır. Literatürdeki nitrürleme sonrası oluşan tabakalara benzer özellikler gösteren bu tabakaların oluşumu şöyle açıklanabilir. Beyaz tabaka olarak adlandırılan kısım; nitrürleme işlemi sırasında ortamda oluşturulan iyonize olmuş azot atomlarının çelik yüzeyine yüksek enerji ile çarptırılması ve bu çarpmanın etkisiyle çelik yüzeyinden koparılan ve saçılan demir atomları ile belli bir sıcaklıkta bileşik oluşturması ile ortaya çıkar [7,26]. Difüzyon tabakası ise artan azot difüzyonunun etkisiyle çelikte bulunan alaşım elementlerinin azot atomlarıyla nitrürler oluşturup tane sınırlarında veya tane içlerinde çökelmesiyle meydana gelir [7]. Plazma nitrürleme işlemi uygulanmış numunenin yüzeyinde yapılan sertlik ölçümünde yüzey sertliğinin 700-800 VSD 0,2 değeri arasında değiştiği belirlendi, Şekil 26. Bu yüksek yüzey sertliğinin oluşması, beyaz tabakada difüzyonun etkisiyle artan azotun demir kafesi içerisinde çözünürlük sınırını aşması ve artan çökelmenin etkisiyle dislakasyon hareketinin engellenmesi ile açıklanabilir [7,9,18]. Ayrıca çeliğin çekirdek sertliğinin 30-32 RSD-C değerinde tutulmasının da yüzey sertliğinin artışında önemli bir etken olduğu düşünülmektedir. Nitekim çeliğin belli bir çekirdek sertliğine sahip olması veya sertliğinin arttırılmasının yüzey sertliğinin artışında önemli bir rol oynadığı daha önce yapılan çalışmada belirtilmiştir [6]. Yüzeydeki mikro sertlik değişimini gösteren Şekil 26' daki grafikten görüldüğü gibi yüzeyden çekirdeğe doğru ilerledikçe sertlik değeri düşmekte ve çekirdekte ise daha önce 620 °C sıcaklıkta uygulanan menevişleme sonrasında elde edilen değerde sabitlenmektedir. Sertlikteki bu düşüşün azalan azot difüzyonu sonucunda nitrür çökeltilerinin sertlik üzerindeki etkisini kaybetmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Yani çekirdek sertliğinin nitrürleme sıcaklığından etkilenmeyip nitrürleme öncesi değerini muhafaza ettiği sonucuna varılabilir. Ayrıca efektif sertlik derinliğinin 0,25-0,30 mm arasında olduğu belirlenmiştir.

Yorulma deneyinden elde edilen bulguların değerlendirilmesi sonucunda plazma nitrürleme işleminin yorulma davranışını önemli ölçüde iyileştirdiği görüldü. 620 °C sıcaklıktaki menevişleme işlemi sonrası plazma nitrürleme uygulanmış çeliğin geleneksel su verme sertleştirilmesi uygulanmış çeliğe göre daha yüksek yorulma dayanımı sergilediği gözlendi. Çeliğin yorulma performansındaki bu iyileşme çekirdekte oluşturulan tok yapıya, plazma nitrürleme işlemi ile yüzeyde ortaya çıkan yapısal değişime ve bu değişime bağlı olarak mukavemet değerlerindeki artışa dayandırılarak açıklanabilir. Şöyle ki; plazma nitrürleme işlemi çözünürlük sınırını aşarak tane içlerinde ve tane sınırlarında çökelen sert nitrür bileşikleri dislakasyon hareketinin engellenmesine neden olur [7,21,28]. Ayrıca yüzeyde oluşan sert nitrür çökeltileri azot difüzyonunun etkin olduğu kabuk bölgesinin genleşmeye çalışmasına neden olmakta çekirdeğin bu genleşmeye izin vermemesi sonucunda çeliğin yüzeyinde birbirine ters iki etkiden dolayı artık basma gerilmeleri oluşmaktadır. Yüzeyde oluşan sert tabaka ve artık basma gerilmeleri çatlak başlangıcının yüzeyde oluşmasına izin vermeyip çatlak başlangıcını geciktirmekle birlikte çatlakların yüzeyde değil difüzyon bölgesi ile çekirdek arasında bir yerde oluşmasına yol açmaktadır. Bu mekanizmayla oluşan çatlak balıkgözü (fisheye) çatlağı olarak adlandırılır [7,17-21]. Bu çatlağın yüzeyde değilde kabuk altında oluşmasıyla çeliğin yorulma ömrü artar. Bu

durum Şekil 39' da ki kırılma yüzeyi fotoğrafından açıkça görülmektedir. Ayrıca mekanik özelliklerdeki iyileşme yorulma dayanımını artıran bir diğer unsurdur. Şöyle ki; nitrürleme sonrası mekanik özelliklerdeki ve özelliklede tokluktaki bu artışın sonucu olarak yüzeyde oldukça sert, çekirdekte ise tok bir yapının oluşmasının yorulma performansını önemli ölçüde iyileştirdiği düşünülmektedir. Nitekim literatürde bu tespiti doğrulayan çalışmalar mevcuttur [6,7,28,29]. Ayrıca geleneksel su verme sertleştirmesinde yüksek sıcaklıklara çıkarılması nedeniyle bu yöntem ile üretilen tabanca kapaklarında oluşan mikro çatlakların yüzeye yakın bölgelerde mukavemeti düşürmesinden dolayı yorulma çatlağının yüzeyde erkenden başlamasına sebep olduğu düşünülmektedir.

Bu çalışmada incelenen AISI 4140 çeliğinin hammadde, geleneksel sertleştirilmiş ve plazma nitrürlenmiş durumdaki yorulma deneylerinden elde edilen veriler kullanılarak yorulma ömrü (log N) – gerilme genliği (log  $\sigma$ ) grafiği çizildi, Şekil 28. En küçük kareler yöntemi kullanılarak elde edilen doğruların korelasyon katsayılarının (c) 1' e çok yakın olduğu belirlendi. Bu nedenle söz konusu çeliğin her durumdaki yorulma davranışının Basquin bağıntısı ile ifade edilebileceği sonucuna varılabilir.

Yapılan çalışmadan elde edilen veriler, hafif silah endüstrisinde nitürleme işleminin geleneksel sertleştirme işlemine göre daha üstün ve uzun ömürlü ürünler ortaya koyabileceğini göstermektedir.

#### **5. SONUÇLAR**

Soğuk şekillendirme işleminin ardından uygulanan geleneksel sertleştirme ve plazma nitrürleme işlemlerinin AISI 4140 çeliğinin yapı ve mekanik özellikleri ile yorulma performansına etkisinin incelendiği bu çalışmadan aşağıdaki genel sonuçlar elde edilmiştir.

- Soğuk şekillendirme uygulanmış hammadde durumundaki AISI 4140 çeliğinin içyapısı ferrit ve perlit fazlarından oluşmaktadır. Deformasyonun etkisiyle tane yapısında yönlenme meydana gelmektedir.
- Geleneksel su verme sertleştirmesi ve menevişleme uygulanmış AISI 4140 çeliğinin içyapısı büyük oranda martenzit ve az da olsa kalıntı ostenitten oluşmaktadır.
- 3. Plazma nitrürleme işlemi sonrası AISI 4140 çeliği yüzeyinin kimyasal bileşimi değişmekte ve çekirdek bölgesininki ise aynı kalmaktadır. İşlem sonrası çeliğin yüzeyinde, 4,266 µm kalınlığında ve büyük oranda darbeli yüklere dayanıklı  $\gamma^2$ -*Fe*<sub>4</sub>N, az miktarda ise  $\varepsilon$ -*Fe*<sub>2-3</sub>N gibi demir-nitrür bileşiklerinden oluşan beyaz tabaka ve onun hemen altında alaşım nitrürlerinden oluşan difüzyon tabakası yer almaktadır. Efektif sertlik derinliği ise 0,25 0,30 mm arasında ölçülmüştür.
- 4. Plazma nitrürleme işleminin etkisiyle AISI 4140 çeliğinin sertlik, çekme dayanımı ve darbe direnci değerleri geleneksel sertleştirme işlemine göre artar. Darbe direncinin artmasında çekirdekte oluşturulan tok yapının etkisi büyüktür.
- 5. En yüksek yorulma ömrü plazma nitrürleme işlemi uygulanmış durumda elde edilmiştir.
- 6. Hammadde ve geleneksel sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin yorulma sonucunda oluşan kırık yüzeylerinde yorulma çatlakları yüzeyden başlar ve içeriye doğru ilerler. Plazma nitrürlenmiş durumda ise çekirdek bölgesi ile difüzyon tabakası arasında balıkgözü (fisheye) olarak bilinen çatlaklar oluşur. Çatlak başlangıcının yüzeyde değilde bu bölgede oluşması yorulma dayanımını arttıran önemli bir etkendir.
- 7. Hammadde, geleneksel sertleştirilmiş ve plazma nitrürlenmiş AISI 4140 çeliğinin uzun ömürlü yorulma davranışları Basquin bağıntısı kullanılarak ifade edilebilir.

## 6. ÖNERİLER

- 1. Soğuk şekillendirme sonrası geleneksel sertleştirme olmadan elde edilebilecek bir çekirdek sertliği ile plazma nitrürlenmiş AISI 4140 çeliğinin yapı ve mekanik özellikleri incelenebilir.
- 2. Plazma nitrürleme işlem parametreleri değiştirilerek yapı ve mekanik özelliklere, özellikle de yorulma performansına etkisi incelenebilir.



#### 7. KAYNAKÇALAR

- 1. Thelning, K-E., Steels and Its Heat Treatment Bofors Handbook, Butterworths, 1974.
- 2. Savaşkan, T., Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Altıncı Baskı, Trabzon, 2012.
- 3. Callister, W.D. ve Retwisch, D.G., Materials and Engineering, Genel K. Sekizinci Baskı, Nobel, 2013.
- 4. Zhou, C., Wang, M., Hui, W., Dong, H., Wang, L. ve Wu E., Rotating Bending Fatigue Properties of Two Case Hardening Steels After Nitriding Treatment, <u>Materials</u> and <u>Design</u>, 46 (2013) 539-545.
- 5. Karakan, M., Alsaran A., Çelik, A. ve Gavgalı, M., AISI 8620 Çeliğinin Argon Gazı Atmosferinde İyon Nitrürlenmesi, 9. Denizli Malzeme Sempozyumu, Mayıs 2002, Denizli, 22-27.
- Şirin, Ş.Y., Şirin, K. ve Kaluç, E., Influence of Initial Conditions on the Mechanical Behavior of Ion Nitrided AISI 4340 Steel, <u>Materials Science and Engineering A</u>, 564 (2013) 232-241.
- 7. Genel, K., İyon Nitrürlenmiş AISI 4140 Çeliğinin Yorulma ve Korozyonlu Yorulma Davranışı, Doktora Tezi, İ.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2000.
- 8. Töre, C., Mekanik Tasarımda Çelik ve Özellikleri, TMMOB Makine Mühendisleri Odası, Ankara, 2007.
- Polat, Ş., Atapek, Ş.H. ve Topaç, H., Gaz Nitrasyon ile Yüzeyleri Sertleştirilmiş AISI 4140 ve DIN 1.2344 Çeliklerinde Mikroyapısal Karakterizasyon, 6. International Advanced Technologies Symposium, Mayıs 2011, Elazığ, 498-502.
- 10. Mahboubi, F. ve Abdolvahabi, K., The Effect of Temperature on Plasma Nitriding Behaviour of DIN 1.6959 Low Alloy Steel, <u>Vacuum</u>, 81 (2006) 239-243.
- Alsaran A., Kaymaz, İ., Çelik, A., Yetim, F. ve Karakan, M., A Repair Process for Fatigue Damage Using Plasma Nitriding, <u>Surface and Coating Technology</u>, 186 (2004) 333-338.
- 12. Şirin, Ş. Y. ve Kaluç, E., Structural Surface Characterization of Ion Nitrided AISI 4340 Steel, <u>Materials and Design</u>, 36 (2012) 741-747.
- 13. Nitrex metal Inc., Armanent Applications, 2012.
- 14. Slamecka, K., Pokluda J. ve Kianicova., M., Fractographically-Aided Analysis of Fish-Eye Crack Growth In Nirided Steels, Journal of Theoretical and Applied Mechanics, 51, 2 (2013) 439-446.

- 15. O'brien, J.M. ve Goodman, D., ASM Handbook, Volume 4, ASM International, Ohio, 1991.
- 16. Özdemir, U. ve Erten, M., Plazma (İyon) Nitrürleme Yöntemi ve Malzeme Özellikleri Üzerindeki Etkisi, <u>Havacılık ve Uzay Teknolojileri Dergisi</u>, 1, Sayı 2, 2003, 41-48.
- 17. Akgün, A., Altun, H., Karakan, M. ve Çelik, A., Effect of Post-Oxidizing On Tribological and Corrosion Behaviour of Plasma Nitrided AISI 5140 Steel, <u>Surface and Coatings Technology</u>, 176 (2004) 344-348.
- Genel, K., Demirkol, M. ve Çapa, M., Effect of Ion Nitriding On Fatigue Behaviour of AISI 4140 Steel, <u>Materials Science and Engineering</u>, A279 (2000) 207-216.
- 19. Soleimani, S.M.Y., Mashreghi, A.R., Ghasemi, M. ve Moshrefifar, M., The Effect of Plasma Nitriding On The Fatigue Behavior of DIN 1.2210 Cold Work Tool Steel, <u>Materials and Design</u>, 35 (2012) 87-92.
- 20. Tokaji, K. ve Takahashi, S., Fatigue Fracture Process with Fish-Eye In Gas-Nitrided Low Alloy Steel, <u>Transactions On Engineering Sciences</u>, 33 (2001) 171-180.
- 21. Çelik, A. ve Karadeniz, S., Improvement of The Fatigue Strength of AISI 4140 Steel by An Ion Nitriding Process, <u>Surface and Coatings Technology</u>, 72 (1995) 169-173.
- 22. Lee, M.K., Kim, G.H., Kim, K.H. ve Kim, W., Control of Surface Hardnesses Hardening Depths and Residual Stresses of Low Carbon 12Cr Steel by Flame Hardening, <u>Surface and Coatings Technology</u>, 184 (2) (2004) 239-246.
- 23. Topbaş, M.A., Isıl İşlemler, Prestij Basın Yayın ve Hizmetleri, İstanbul, 1993.
- 24. Genel, K. ve Demirkol, M., Effect of Case Depth On Fatigue Performance of AISI 8620 Carburized Steel, <u>International Journal of Fatigue</u>, 21 (1999) 207-212.
- Yeğen, İ. ve Usta, M., The Effect of Salt Bath Cementation on Mechanical Behavior of Hot-Rolled and Cold Drawn SAE 8620 and 16MnCr5 Steels, <u>Vacuum</u>, 85 (3) (2010) 390-396.
- 26. Pye, D., Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing, ASM International, Ohio, 2003.
- 27. Spies, H.J. ve Dalke, A., Comprehensive Materials Processing, Volume 12, Elsevier, Freiberg, 2014.
- Şirin, Ş.Y., Şirin, K. ve Kaluç, E., Effect of The Ion Nitriding Surface Hardening Process on Fatigue Behavior of AISI 4340 Steel, <u>Materials Characterization</u>, 59 (2008) 351-358.
- Ashrafizadeh, F., Influence of Plasma and Gas Nitriding on Fatigue Resistance of Plain Carbon (Ck 45) Steel, <u>Surface and Coatings Technology</u>, 173-174 (2003) 1196-1200.

- İğdil, M.C., Tosun, M. ve Trabzon, L., Plazma Nitrürleme İşleminin 316L Ostenitik Paslanmaz Çeliğinin Malzeme Özelliklerine Mikro ve Nano Etkisi, <u>TMMOB MMO</u> <u>Mühendis ve Makine Dergisi</u>, 53 (630), 2012, 54-68.
- Boßlet, J., Hef-Durferrit, <u>http://www.durferrit.de/media/pdf/Tenifer\_QPQ\_eng.pdf</u>, 13 Şubat 2017
- 32. Alsaran, A., Determination of Tribological Properties of Ion-Nitrided AISI 5140 Steel, <u>Materials Characterization</u>, 49 (2003) 171-176.
- 33. Çelik, A., Efeoğlu, İ. ve Şakar, G., Microstructure and Structural Behavior of Ion-Nitrided AISI 8620 Steel, <u>Materials Characterization</u>, 46 (2001) 39-44.
- De La Cruz, P., Oden, M. ve Ericsson, T., Influence of Plasma Nitriding on Fatigue Strength and Fracture of a B-Mn Steel, <u>Materials Science and Engineering</u>, A242 (1998) 181-194.
- 35. Zhou, C., Wang, M., Hui, W., Dong, H., Wang, L. ve Wu, R., Rotating Bending Fatigue Properties of Two Case Hardening Steels After Nitriding Treatment, <u>Materials and Design</u>, 46 (2013) 539-545.
- 36. Alsaran, A. ve Çelik, A., Structural Characterization of Ion-Nitrided AISI 5140 Low-Alloy Steel, <u>Materials Characterization</u>, 47 (2001) 207-213.
- 37. Karakan, A., Alsaran, A., Çelik, A. ve Gavgalı, M., AISI 8620 Çeliğinin Argon Gazı Atmosferinde İyon Nitrürlenmesi, 9.Denizli Malzeme Sempozyumu, Mayıs 2002, Denizli, 22-27.
- Alsaran, A., Karakan, M. ve Çelik, A., The Investigation of Mechanical Properties of Ion-Nitrided AISI 5140 Low-Alloy Steel, <u>Materials Characterization</u>, 48 (2002) 323-327.
- 39. Alsaran, A., Çelik, A. ve Çelik, C., Determination of the Optimum Conditions for Ion Nitriding of AISI 5140 Steel, <u>Surface and Coatings Technology</u>, 160 (2002) 219-226.
- 40. Gebeshuber, A. ve Trigueros, R., Plasma-Especially in the Gear Industry, Rübig Gmbh, <u>http://www.industrialheating.com.br/wp-content/uploads/artigos/SIR.pdf</u>, 13 Şubat 2017.
- 41. Swanson, S.R., Handbook of Fatigue Testing, ASTM Special Technical Publication 566, USA, 1974.
- 42. Karakan, M., Alsaran A. ve Çelik, A., Effects of Various Gas Mixtures on Plasma Nitriding Behavior of AISI 5140 Sreel, <u>Materials Characterization</u>, 49 (2003) 241-246.

## ÖZGEÇMİŞ

Muhammet Anıl KAYA 1987 yılında Giresun'da doğdu. 2004 yılında Giresun Lisesi' ni bitirdi. 2010 yılında Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümün' den Makine Mühendisi ünvanı ile mezun oldu. 2010 yılında özel bir savunma sanayi firmasında Makine Mühendisi olarak göreve başladı. 2011 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı' nda yüksek Lisans öğrenimine başlayan Kaya, 2012 yılından bu yana aynı firmada kalite kontrol müdürü olarak görevine devam etmekte olup, iyi derecede İngilizce bilmektedir.