



**AISI 4340 ÇELİĞİNİN PLAZMA NİTRÜRLENMESİ,
MİKROYAPISAL VE MEKANİK
ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU**

Mohammad BAFANDEGAN

**Doktora Tezi
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı
Prof. Dr. Ayhan ÇELİK
2019
Her Hakkı Saklıdır**

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

DOKTORA TEZİ

**AISI 4340 ÇELİĞİNİN PLAZMA NİTRÜLENMESİ,
MİKROYAPISAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU**

Mohammad BAFANDEGAN

**MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı**

**ERZURUM
2019**

Her hakkı saklıdır



T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



TEZ ONAY FORMU

**AISI 4340 ÇELİĞİNİN PLAZMA NİTRÜRLENMESİ, MİKROYAPISAL VE
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU**

Prof. Dr. Ayhan ÇELİK danışmanlığında, Prof. Dr. Alireza AKBARİ ortak danışmanlığında, Mohammad BAFANDEGAN tarafından hazırlanan bu çalışma 29.08.2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı – Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı'nda Doktora Tezi olarak (7/7) oybirliği ile kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. Ayhan ÇELİK

İmza:

Üye: Prof. Dr. Mehmet KARAKAN

İmza:

Üye: Prof. Dr. Yaşar YOTİK

İmza:

Üye: Prof. Dr. Ali Fatih YETİM

İmza:

Üye: Doç. Dr. Fatih YILDIZ

İmza:

Üye: Dr. Zafer EKİNCİ

İmza:

Üye: Dr. Halim KOVACI

İmza:

Yukarıdaki sonuç;

Enstitü Yönetim Kurulunun 12/09/2019 tarih ve 36/88 nolu kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Mehmet KARAKAN
Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZET

Doktora Tezi

AISI 4340 ÇELİĞİNİN PLAZMA NİTRÜRLENMESİ, MİKROYAPISAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU

Mohammad BAFANDEGAN

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ayhan ÇELİK
Ortak Danışman: Prof. Dr. Alireza AKBARI

Normalleştirilmiş AISI 4340 çelik numuneleri, 1, 4 ve 8 saat boyunca 470°C, 520°C ve 570°C farklı nitrürleme sıcaklıklarında %50 N₂-%50 H₂ işlem gazı karışımında plazma nitrürlenmiştir. Bileşik ve difüzyon tabakaları, optik ve elektron mikroskopi gözlemleri, X-Işını difraksiyon analizi ve mikro sertlik testi kullanılarak analiz edildi. Plazma nitrürlenmeye bağlı olarak oluşan artık gerilmeler, XRD g-sin²ψ metodu ile ölçülmüştür. Sabit gerilme genlikli ters eğilme yorulma testleri (R=-1) yapıldı. Sonuçlar, nitrürlenmiş numunelerin bileşik ve difüzyon tabakalarından oluştuğunu göstermiştir. Nitrürleme sıcaklığının artırılması azot difüzyonunu artırır ancak dekarbürizasyonunu artırır. Dekarbürizasyon, bileşik tabaka kompozisyonunu, kalınlığını, kesitsel sertlik profilini ve yüzey sertliği değerlerini güçlü bir şekilde etkiler. Buna bağlı olarak, daha yüksek nitrür sıcaklıklarında, γ'-Fe₄N ve ε-Fe₂₋₃N bileşik katmanı, Fe-Fe₄N'ye dönüşür ve 570°C'de nitrürlenme süresi yükseldikçe bileşik tabaka kalınlığı azalır. 8 saat boyunca 470°C'de nitrürlenmiş numuneler için 7 µm'lik en kalın bileşik tabaka elde edilmektedir. Difüzyon tabakası kalınlığı, nitrürleme sıcaklığı ve süresinin artmasıyla artar ve 8 saat boyunca 570°C'de nitrürlenmiş numuneler için 350 µm'lik en kalın difüzyon tabakası elde edilmektedir. En yüksek 750 HV yüzey sertliği, 8 saat boyunca 470°C'de nitrürlenmiş numune için elde edilmiştir. Yüksek nitrürleme sıcaklıklarında (570°C) nitrürlenme süresi yüzey sertliğini olumsuz etkilemektedir. S-N eğrileri göstermiştir ki, plazma nitrürlenmiş numunelerin yorulma dayanımı Nitrürlenmemiş numunelere göre maksimum %52 artmıştır ve maksimum yorulma mukavemeti, 470°C'de 8 saat boyunca plazma nitrülemeden sonra 550 MPa'ye ulaşmıştır. Plazma nitrürleme nedeni ile oluşan yüzey sertliği, nitrür tabakası kalınlığı ve bası artık gerilmelerinin, yorulma dayanımının iyileştirilmesinde ana rol oynadığı görülmüştür.

2019, 77 sayfa

Anahtar Kelimeler: Plazma Nitrürleme, AISI 4340 çeliği, Mikroyapı, Artık gerilme, Yorulma dayanımı

ABSTRACT

Ph.D. Thesis

MİCROSTRUCTURAL AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF PLASMA NITRIDED AISI 4340 STEEL

Mohammad BAFANDEGA

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering
Construction and Manufacturing

Supervisor: Prof. Dr. Ayhan ÇELİK
Co-supervisor: Prof. Dr. Alireza AKBARI

Normalized AISI 4340 steel samples were plasma nitrided in a mixture of 50%N₂-50%H₂ process gas at different nitriding temperatures of 470°C, 520°C and 570°C for 1, 4 and 8 h. The compound and diffusion layers were characterized using optical and electron microscopy observations, X-Ray diffraction analysis and microhardness testing. The residual stress created due to plasma nitriding was measured by XRD $g\text{-sin}^2\psi$ method. Constant stress amplitude plane reversed bending fatigue tests ($R=-1$) were conducted. The results indicated that nitrided case consists of compound and diffusion layers. Increasing the nitriding temperature enhances nitrogen uptake but intensifies substrate decarburization. Substrate decarburization strongly affects the compound layer composition, thickness, cross-sectional hardness profile and surface hardness values. Accordingly, at higher nitriding temperatures, ployphase γ' -Fe₄N and ϵ -Fe₂₋₃N compound layer evolves to monophase γ' -Fe₄N, and at 570°C compound layer thickness decreases with increasing nitriding time. The thickest compound layer of 7 μm is obtained for samples nitrided at 470°C for 8 h. The diffusion layer thickness increases with increasing the nitriding temperature and time and the thickest diffusion layer of 350 μm is obtained for samples nitrided at 570°C for 8 h. The highest surface hardness of 750 HV was obtained for sample nitrided at 470°C for 8 h. At the high nitriding temperatures, (570°C) nitriding time adversely affects the surface hardness. S-N curves show that plasma nitriding improves the fatigue limit by max. 52% of un-nitrided specimens and maximum fatigue limit was attained 550 MPa after plasma nitriding at 470°C for 8 h. It is shown that surface hardness, nitrided layer thickness and compressive residual stresses created by plasma nitriding have the principal effect on improvement of fatigue strength.

2019, 77 pages

Keywords: Plasma Nitriding, AISI 4340 steel, Microstructure, Residual stress, Fatigue strength

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın hazırlanmasında, yardımını, tecrübesini ve hoşgörüsünü esirgemeyen, bilgisi, çalışma anlayışı, becerisini ve engin bakış açısını daima örnek aldığım, saygıdeğer danışmanım Sayın Prof. Dr. Ayhan ÇELİK'e teşekkür ederim. Ayrıca tez çalışmamın tüm aşamalarında desteğini ve tecrübesini esirgemeyen, saygıdeğer ortak danışmanım Sayın Prof. Dr. Alireza AKBARI'ye teşekkürü borç bilirim.

Deneyisel çalışmalarım esnasında göstermiş oldukları katkı ve yardımları nedeniyle Sayın Dr. Öğr. Üyesi Halim KOVACI'ya, Sayın Prof. Dr. Ali Fatih YETİM'e ve tüm araştırma görevlisi arkadaşlarıma ve Atatürk Üniversitesi, Erzurum Teknik Üniversitesi ve Sahand Teknik Üniversitesi akademik ve idari personeline teşekkür ederim.

Hayatım boyunca bana destek olan ilk öğretmenlerim, değerli babam ve kıymetli anneme şükranlarımı sunarım. Ayrıca gösterdikleri destek, sabır ve anlayışlarıyla her zaman yanımda hissettiğim değerli eşim ve çocuklarıma teşekkürü borç bilirim.

Mohammad BAFANDEGA

Ağustos, 2019

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	9
2.1. Plazma İyon Nitrürleme	9
2.2. Plazma Nitrürleme İşleminin Mekanizması	12
2.3. Nitrürlenebilirlik.....	13
2.4. Artık Gerilme	15
2.4.1. Artık gerilme türleri.....	17
2.4.2 Artık gerilmenin önemi	17
2.4.3. Artık gerilmelerin ölçülmesinin ve izlenmesinin faydaları	18
2.4.4. Artık gerilmenin oluşturulması	18
2.4.5. Yüzey üstü ve yüzey altı artık gerilmeler.....	19
2.5. Çatlak Başlangıcı.....	19
2.6. Yorulma.....	19
2.6.1. Yorulma türleri	21
2.6.1.a. Kısa ömürlü yorulma	21
2.6.1.b. Uzun ömürlü yorulma	22
2.6.2. Yorulma hasarı oluşum mekanizması	23
2.6.2.a. Yorulma çatlağı oluşumu.....	23
2.6.2.b. Çatlağın kayma bantlarında ilerlemesi	25
2.6.3. Yorulma dayanımına etki eden faktörler	25
2.6.4. Yorulma test numuneleri	27
2.7. Nitrürlemenin Yorulma Özelliklerine Etkisi.....	28
2.7.1. Kabuk kalınlığı	29

2.7.2. Artık gerilme	30
2.7.3. Çekirdek sertliği	31
2.7.3. Katışkılarının etkisi	32
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	33
3.1. Materyal.....	33
3.2. Plazma ile Nitritleme.....	35
3.3. XRD, SEM ve Optical Mikroskop Çalışmaları.....	39
3.4. Mikrosertlik Ölçümleri.....	41
3.5. Artık Gerilme Ölçümleri	42
3.5.1 $g\text{-sin}^2\psi$ artık gerilme analizi.....	43
3.6. Yorulma Deneyleri	45
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA.....	47
4.1. İç Yapı ve Yüzey Analizleri.....	47
4.2. XRD Analizleri.....	54
4.3. Mikrosertlik	56
4.4. Artık Gerilme	60
4.5. Yorulma Deney Sonuçları	60
4.6. Net Gerilme	64
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	70
5.1. Sonuçlar.....	70
5.2. Öneriler.....	71
KAYNAKLAR	72
ÖZGEÇMİŞ	78

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

ε	Fe ₂₋₃ N fazı
ω	Tilt açısı
γ'	Fe ₄ N fazı
E_{hkl}	Elastisite modülü
ν_{hkl}	Poisson sabiti
$\varepsilon_{ij}, \sigma_{kl}$	2nd rank tensor
$\emptyset$	Eşdeğer çap
g	Grazing
HIC	Hidrojen sebepli çatlama
hkl	Miller indisleri
OES	Optical emission spectrometry
OM	Optik mikroskobu
R	Gerilme oranı
r	Nitrürleme potansiyeli
S_1, S_2	Elastik sabitleri
SCC	Gerilme korozyon çatlama
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
S-N	Gerilme genliği- kırılmaya kadar çevrim sayısı
XRD	X-Işını difraksiyon
λ	XRD dalga boyu
σ	Gerilme
σ_a	Genlik gerilme
σ_e	Yorulma dayanımı
σ_{kb}	Artık gerilme
σ_m	Ortalama gerilme
σ_N	Net gerilme
σ_r	Gerilme dağılımı
σ_y	Yorulma mukavemeti
φ	Azimuthal angle

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Plazma nitrürleme işleminin mekanizması.....	13
Şekil 2.2. Alaşım elementlerinin çeliğin nitrürasyonu sonrası sertliğe etkisi.....	14
Şekil 2.3. Alaşım elementlerinin 400HV sertlik değerinde ölçülen nitrürasyon derinliğine etkisi	15
Şekil 2.4. Kısa ömürlü yorulma çevrimi	22
Şekil 2.5. Uzun ömürlü yorulma	23
Şekil 2.6. Yorulma çatlağı oluşum mekanizması.....	24
Şekil 2.7. Çatlağın kayma bantlarında ilerlemesi	25
Şekil 2.8. Yorulma deneyi test numunesi bölümleri.....	27
Şekil 2.9. Wöhler eğrisi	28
Şekil 2.10. a) Yüzey sertleştirilmiş bir parçada, kesitteki yorulma dayanımının sertlik ve artık gerilmeye bağlı olarak değişimi (S 1993) b) kesit içerisinde sadece gerilme durumunu göz önüne alan basitleştirilmiş yaklaşım.....	32
Şekil 3.1. Kimyasal bileşim optik emisyon spektrometresi analizörü	34
Şekil 3.2. Numunenin çizimi	34
Şekil 3.3. Numunelerin kodları.....	35
Şekil 3.4. Plazma nitrürleme cihazı	36
Şekil 3.5. Plazma nitrürleme cihazının şematik resmi.....	36
Şekil 3.6. Yorulma numunelerinin nitrürlenmesi esnasında alınan örnek görüntüler	38
Şekil 3.7. Standart numunelerin nitrürlenmesi esnasında alınan örnek görüntüler	38
Şekil 3.8. Numune tutucusu ve cihazda yerleşimi	39
Şekil 3.9. X-Işını kırınım ölçer	40
Şekil 3.10. SEM cihazı	40
Şekil 3.11. Optik mikroskop	41
Şekil 3.12. Bakalite alma	41
Şekil 3.13. Mikrosertlik ve sertlik cihazı	42
Şekil 3.14. Artık gerilme ölçümleri için kullanılan yazılım	44

Şekil 3.15. X-Ray cihazı ile $g\text{-sin}2\psi$ yöntemi kullanılarak artık gerilme ölçümü.....	45
Şekil 3.16. Yorulma cihazı.....	46
Şekil 4.1. Numunelerin mikroyapıları	47
Şekil 4.2. (a) 470°C’de 1 saat, (b) 470°C’de 4 saat, (c) 470°C’de 8 saat, (d) 520°C’de 8 saat (e), 570°C’de 8 saat nitrülenmiş numunelerin yüzey görüntüleri ve profilleri	49
Şekil 4.3. (a) 470°C’de 8 saat, (b) 570°C’de 1 saat nitrülenmiş numunelerin SEM görüntüsü	50
Şekil 4.4. Beyaz (a) ve difüzyon (b) tabakadaki değişim	53
Şekil 4.5. Yüzeydeki karbon miktarı	54
Şekil 4.6. Plazma nitrüleme işlemi sonrası oluşan kristalografik yapıların X Ray difraktometre analizi.....	55
Şekil 4.7. 470°C’de 8 saat nitrülenmiş numuneden alınan mikrosertlik	56
Şekil 4.8. AISI 4340 çeliğine uygulanan plazma nitrüleme işlemi sonrasında yüzeyden itibaren sertlik dağılımı	57
Şekil 4.9. Farklı nitrüleme zamanları için nitrüleme sıcaklığının bir fonksiyonu olarak plazma nitrülenmiş AISI 4340 çelik numunelerinin yüzey mikro sertliğinde değişimler.....	59
Şekil 4.10. Farklı nitrüleme zamanları için nitrüleme sıcaklığının bir fonksiyonu olarak plazma nitrülenmiş AISI 4340 çelik numunelerinin İç (core) mikro sertliğinde değişimler.....	59
Şekil 4.11. Artık gerilme değerleri	60
Şekil 4.12. Normaliz edilmiş numenin çekme dayanımı testi.....	61
Şekil 4.13. Yorulma testleri	62
Şekil 4.14. Kırılan yorulma numunelerinin kesit yüzey görüntüsü	63
Şekil 4.15. 470°C’de nitrülenmiş numunenin farklı zamanlarda kesit içerisindeki gerilme durumu	64
Şekil 4.16. 520°C’de nitrülenmiş numunenin farklı zamanlarda kesit içerisindeki gerilme durumu	65
Şekil 4.17. 570°C’de nitrülenmiş numunenin farklı zamanlarda kesit içerisindeki gerilme durumu	65
Şekil 4.18. 470°C ve 8 saat nitrülenmiş numunede gerilmeler	66

Şekil 4.19. Farkılı nitrürleme sıcaklıkları ve süreleri için difüzyon tabakası, yüzey sertliği, yorulma dayanımı ve artık gerilme arasındaki ilişki	68
Şekil 4.20. Farkılı nitrürleme sıcaklıkları ve süreleri için difüzyon tabakası, yorulma dayanımı ve artık gerilme arasındaki ilişki	69
Şekil 4.21. Artık gerime ile yorulma arası ilişki	69



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. AISI 4340 nitrasyon çeliğinin kimyasal bileşimi	33
Çizelge 3.2. Plazma nitrürleme şartları.....	39
Çizelge 4.1. Farklı sıcaklık ve sürelerde plazma nitrürlenmiş AISI 4340 çeliğinin yüzey sertliği, beyaz tabaka, difüzyon tabaka, artık gelilme ve yorulma dayanımı değerleri.....	67



1. GİRİŞ

Kullanım amaçlarına bağılı olarak; aşınma ve yorulmaya dayanıklı, buna karşılık iç yapılarının sünek olması arzu edilen çelik malzemelerde yüzey sertleştirme yöntemi uygulanır. Bunun için, malzeme yüzeyinde istenilen derinliğe kadar sertleşme sağlayan, sünek iç yapıyı etkilemeyen farklı yüzey sertleştirme yöntemleri geliştirilmiştir.

Yüzey sertleştirme yöntemleri incelendiğinde; sertleştirilen malzeme özellikleri, arzu edilen sertlik değeri ve derinliği, uygulanabilirlik, malzemenin kullanım şartları ve gelişen teknolojiye bağılı olarak çok değişik yüzey sertleştirme yöntemlerinin kullanıldığı görülmektedir.

Yüzey sertleştirme yöntemlerinin büyük çoğunluğu ısıl işlemle gerçekleştirilmektedir. Isıl işlem; metal malzemelerde, katı haldeki sıcaklık değişimleri yoluyla bir ya da birbirine bağılı birkaç işlemle, amaca uygun özellik değişimlerinin elde edilmesi şeklinde tanımlanabilir. Bu tanımdan anlaşılacağı üzere; ısıl işlem, parçaların belli bir sıcaklığa kadar ısıtılması, bu sıcaklıkta uygun bir süre bekletilmesi ve belli bir programa uygun olarak sıcaklığın oda sıcaklığına düşürülmesi şeklinde üç kademede gerçekleştirilir. Nitrürasyon işleminin uygulanması sırasında da benzer prosedür takip edilir.

Nitrürasyonla yüzey sertleştirme işlemi ile çeliğe kazandırılan özellikler şöyle sıralanabilir:

- 1- Yüksek bir yüzey sertliği ve aşınma mukavemeti,
- 2- Temperlenmeye karşı yüksek direnç ve yüksek sıcaklık sertliği,
- 3- Yüksek yorulma mukavemeti ve düşük yorulma çentik hassasiyeti,
- 4- Paslanmaz olmayan çelikler için iyileşmiş korozyon direnci,
- 5- Diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine göre yüksek boyutsal kararlılık.

Nitrürasyonla yüzey sertleştirme işleminde, çeliğin yüzeyine difüzyon ile azot verilerek, malzemenin yüzeyindeki özellikler değiştirilir. Azotun atom çapı karbona göre daha küçük olduğundan demir kafesine nüfuz etmesi daha kolay olur. Azotun alınması, yüksek sıcaklıklarda östenitik katı çözeltisinde çok hızlı olur. Ancak azot bağlarının (nitrür) dış cidarda yığılması, yüzeyde kırılğan bir yapının oluşmasına neden olur. Ayrıca; östenit-ferrit dönüşümünden dolayı hacim değişmesi de meydana gelir ve bu tabaka parçalanarak pul pul dökülür. Bu nedenlerden dolayı azot, yüksek alaşımlı çelikler hariç östenitik yapıya değil, ferritik yapıya nüfuz ettirilir. Bu esnada, oldukça ince ve kırılğan bir yapı oluşur ve azot içeren bölgede nitrürler çökelir. Çökelmede oluşan alaşım nitrürleri, martenzit sertliğinden de fazla sertliği olan bir tabaka meydana getirir.

AISI 4340 nikel-krom-molibden çeliği, derin sertleşebilen, yüksek dayanımlı, düşük alaşımlı bir çelik türüdür. Kontrollü bir ısıtma işlemi (su verme ve temperleme), yüksek süneklik, yüksek tokluk ve yüksek mukavemet ve yorulma dayanımlarının bir kombinasyonu elde edilebilir. Bu çelik, havacılık uygulamalarında (iniş takımı ve diğer kritik yapısal elemanlar), otomotiv endüstrilerinde (krank milleri, eksantrik mili, dişliler, bağlantı çubukları ve akslar), petrol ve gaz endüstrilerinde (delme cihazları) ve diğer ağır hizmet bileşenlerinde (kaplinlerde, pimler, aynalar, kalıplar) yaygın olarak kullanılmaktadır (Bardes 1978; Garrison Jr 1990; Rossnagel *et al.* 1990; Sun *et al.* 2014).

Malzemelerin statik veya dinamik servis yükleri altında hasara uğramadan çalışması ve yüksek mukavemete sahip olması için, endüstriyel bileşenlerin ve iş parçalarının çoğu, su verme-temperleme ısıtma işlemlerine tabi tutulur veya ısıtma işlemi uygulanmadan kullanılır. Diğer yandan, krank milleri gibi bazı uygulamalarda, bileşenler iyi bir mukavemet ve tokluk kombinasyonuna sahip olmalıdır ve bu nedenle normalleştirilmiş halde veya yüksek sıcaklıklarda ($> 550^{\circ}\text{C}$) temperlemeden sonra kullanılmalıdır (Varman and Balasubramanian 2013). Bununla birlikte, bu uygulamalar, düşük yüzey sertliğine sebep olduğu için malzemelerin yorulma dayanımını düşürmekte ve bileşenlerin aşınma direncini azaltmaktadır. Shot peening gibi çeşitli yüzey

mühendisliği teknikleri (Torres and Voorwald 2002), tungsten inert gaz sert kaplama (Kumar *et al.* 2017), termal sprey kaplama (Souza *et al.* 2008), indüksiyonla sertleştirme, karbürleme, nitrokarbürleme ve nitrürleme (Ahangerani *et al.* 2006; Bell *et al.* 2000; Lu *et al.* 2017; Dalke *et al.* 2018) 4340 düşük alaşımlı çeliğinin yüzey sertliğini geliştirmek için başarıyla uygulanmıştır. Plazma nitrürleme, düşük ve orta sıcaklıklarda katı hal difüzyonu yoluyla azotun çelik yüzeyine katılmasıyla yüzey sertliğini etkin bir şekilde arttıran termokimyasal bir yüzey işlemidir (Sun and Bell 1991; Akbari *et al.* 2010; Eric *et al.* 2015). Nitrürleme işleminin süresine ve sıcaklığına bağlı nitrit/nitrür sertleşme derinliğine bağlı olarak, onlarca veya yüzlerce mikron arasında bir değer elde edilebilir. Nitrür tabakası veya tabakaları yüksek sertlik, aşınma ve korozyon direnci ve iyileştirilmiş yorulma dayanımı sergiler (Sun and Bell 1991; Pye 2003; Mohammadzadeh *et al.* 2014; Eric *et al.* 2015). Genel olarak, düşük karbonlu ve düşük alaşımlı çeliklerin plazma nitrürlemesi, bileşenin üstünde ince bir bileşik (beyaz) tabaka ve bileşik tabakanın altında kalın bir difüzyon tabakanın oluşmasına neden olur. Çelik bileşimi ve nitrasyon koşullarına (plazma gazı bileşimi ve sıcaklık) bağlı olarak bileşik katman, tek veya iki fazlı ϵ -Fe₃N ve γ' -Fe₄N demir nitrürlerden oluşur. Buna rağmen bileşik tabaka yüksek kimyasal kararlılık sergiler ve nitrürlü bileşenlerin korozyon direncini artırır (Basu *et al.* 2008; Diaz-Guillen *et al.* 2013). Tekrarlı veya tribolojik temas yükleri altında kırılğan bir şekilde davranır. Bileşik tabakanın çıkarılmasının, nitrürlenmiş çelik bileşenlerin aşınma direncini arttırdığı gösterilmiştir (Çelik ve Karadeniz 1996). Difüzyon bölgesinde bir azot konsantrasyon profili vardır ve tabaka demir kafes içinde çözünmüş azottan ve alaşımlı nitritlerin/nitrürlerin ince dağılmış çökeltilerinden oluşur (Goune *et al.* 2003; Pye 2003; Xu *et al.* 2012; Eric *et al.* 2015). Bu tabakanın kalınlığı çelik bileşimine, nitrasyon tekniğine, plazma gazı bileşimine, zamana ve sıcaklığa bağlıdır.

Zhong ve arkadaşları, AISI 4340 çeliğinin plazma nitrürleme davranışını incelemişlerdir. Numuneler, 550°C'de DC elektrik boşalması (glow discharge) kullanılarak plazma nitrürlemeden önce 580°C'de su verilmiş ve temperlenmiştir. Sonuç olarak, 12 µm kalınlığında iki fazlı (γ' -Fe₄N ve ϵ -Fe₂₋₃N) bileşik tabaka ve 770 HV

sertliğinde 280 μm kalınlığında difüzyon tabakası oluştuğunu bildirmişlerdir (Zhong *et al.* 2016).

Ashara ve arkadaşları, 8-80 saat boyunca 500-570°C sıcaklık aralığında nitrürlenmiş 4340 çelik plazmanın aşınma direncini incelemişlerdir. Sonuç olarak, bileşik tabaka kalınlığı 5-8 μm olan 0.38-0.48 mm'lik toplam nitrit derinliği elde etmişlerdir. Ek olarak, plazma nitrürlemenin aşınma dayanımını artırdığını ve bileşik tabakanın yüzeyden kaldırılması ile nitrürleme sonrası aşınma direncini daha da arttırdığını gözlemlemişlerdir (Ashara and Zou 2014).

Arul Mozhi Varman ve arkadaşları, darbeli akın tekrarlamaya zamanının, 4340 çeliğinin plazma özellikleri üzerine etkilerini incelemiş ve darbe tekrarlamaya zamanını artırarak sertlik ve korozyon direncinin arttığını bulmuştur (Varman *et al.* 2016). Nitrürlemeden önce ısıtılma işlem ve alaşım çeliklerinin ilk mikroyapısının nitritli tabaka derinlikleri ve özellikleri üzerinde önemli etkileri olduğu da gösterilmiştir (Muzart *et al.* 1993; Akbari *et al.* 2010). Muzart ve arkadaşları, 200°C-700°C'de farklı sıcaklıklarda temperlenmiş ve nitrürlenmiş AISI 4340 çelik numunelerin sertliğini incelemişlerdir. Temperleme sıcaklığının, nitrürlü durum derinliğinin sertliği ve 600°C taban malzeme temperleme sıcaklığında elde edilen maksimum sertlik üzerinde belirgin bir etkisi olduğunu göstermişlerdir (Muzart *et al.* 1993).

Önceki araştırma çalışmalarının çoğu, su verilmiş ve temperlenmiş numuneler üzerinde AISI 4340 çeliğinin plazma nitrürlemesi ile ilgili olarak yapılmıştır (Lawall *et al.* 1993; Muzart *et al.* 1993; Ribeiro *et al.* 2008; Sirin and Kaluc 2012; Asadi and Mahboubi 2012; Yasavol and Mahboubi 2012; Diaz-Guillen *et al.* 2013; Ashara and Zou 2014; Varman *et al.* 2016; Zhong *et al.* 2016).

Plazma nitrürlemenin çeşitli çeliklerin yorulma davranışı üzerindeki etkisi çeşitli araştırmalarla incelenmiştir. Daha önceki araştırmalarda, yorulma sınırının artan tabaka kalınlığı ve yüzey sertliği ile arttığı, ancak bileşik tabakanın kalınlığı yorulma sınırını etkilemediği gösterilmiştir. Ek olarak, nitrürleme; yorulma, aşınma ve korozyon

dirençleri gibi yüzey özelliklerini arttırmayı amaçlayan karbon mikro alaşımlı çeliklerin köklü bir termokimyasal yüzey işlemidir. Buradaki fikir, ince bir nitrit çökeltmesi ve ayrıca bası artık gerilme durumundan dolayı yüksek sertleşme seviyesinden fayda sağlamaktır.

Nitrüleme sırasında bazı etkileşimler nedeniyle, sonuçlar değişebilir. Dekarbürizasyon ve denitridasyon etkileri, artık gerilme ve mikrosertlik gradyanı ve nitrojen difüzyonuna bağlı kimyasal gradyan sonucunda ortaya çıkan mikroyapı gradyanı etkileyebilir. Bir diğer nokta, karbonun difüzyonu ve işlem sırasında nitrürlü yüzey boyunca yeniden dağılımının da göz ardı edilmesidir. Karbon demir alaşımların deneysel karakterizasyonlarına dayanarak, Nitrüleme sırasında artık gerilme gelişiminin daha iyi anlaşılması için faz dönüşümlerinin, özellikle karbürlerin rolü araştırılmaktadır (Jegou, Barrallier, & Kubler, 2011) Nitritli demir bazlı alaşımlardaki artık gerilme, nitrojen ilavesine göre kimyasal olarak indüklenen yanlış uyumların oluşması ve ince MN nitridlerinin ($M = Cr, V, Mo...$) çökmesi sonucu ortaya çıkar. Nitrüleme sırasında, artan kalıntı gerilme gradyanı gelişir ve kaynağını nitrojen difüzyonu yoluyla bulur. Elde edilen mikroyapı gradyanı, çökme, ısıl etkiler, kimyasal faz oluşumu ve kafes bozulmalarına eşlik eden hacim değişikliğine göre bir hacimsel eigenstrain gradyanı içerir (Jegou *et al.* 2011).

Önceki araştırmalar, plazma ile sertleştirilmiş takım çeliklerinde mikro sertlik derinlik profili ile bası artık gerilme dağılımı arasında iyi bir ilişki olduğunu göstermiştir. Farklı nitrüleme koşulları için, derinlik üzerinden türetilen mikro sertlik derinliği profilinde minimum, maksimum bası gerilmesinin bulunduğu yere karşılık geldiği bulunmuştur. Bununla birlikte, bu teknik, bileşende bulunan kalıntı gerilme seviyesi hakkında herhangi bir bilgi vermemektedir (Podgornik *et al.* 2011a).

Bir bileşenin yorulma direncinin doğru bir şekilde tasarlanması ve tahmin edilmesi için, mühendislik bileşenlerinde mevcut olan kalıntı gerilmelerin düzeyi ve dağılımı hakkında kesin bir bilgi gereklidir. Önceki araştırmalar, plazma nitrüleme ile sertleştirilmiş takım çeliklerinde mikro sertlik derinlik profili ile bası artık gerilme

dağılımı arasında iyi bir ilişki olduğunu göstermiştir (Cruz *et al.* 1998; Podgornik *et al.* 2011b) Farklı nitrasyon koşulları için, derinlik üzerinden türetilen mikro sertlik derinlik profilinde minimum, maksimum bası gerilmesinin bulunduğu yere karşılık geldiği bulunmuştur. Bununla birlikte, bu araştırmada bileşende mevcut olan kalıntı gerilmelerin seviyesi hakkında herhangi bir bilgi vermemektedir.

Genel olarak, kalıcı kayma bantları veya yüzey kusurları nedeniyle numune yüzeylerinde yorulma çatlağı başlangıcı meydana gelir. Bununla birlikte, birçok çalışma, yorulma kırılmalarının küçük iç kusurlarda veya yeraltı bölgesinde, özellikle yüksek mukavemetli çeliklerde ve yüzeyi modifiye edilmiş malzemelerde, iç kusurlarda meydana geldiğini açıkça göstermiştir. Yüzey altı çatlağı başlangıcı uzun ömürlü rejimde ve düşük gerilme genliğinde baskın iken, yüzey çatlağı başlangıcı kısa ömürlü rejimde ve yüksek gerilimli genlikte baskındır (Yan *et al.* 2011). Birçok araştırmacı, plazma nitrülmenin çeşitli metalik malzemelerin yorulma davranışı üzerindeki etkilerini de araştırmıştır. Plazma nitrüleme işleminden sonra çeliklerin yorulma dayanımlarındaki artış, yüzey sertliği, artık gerilme dağılımı ve nitrüleme derinliğindeki artışa bağlanır (Soleimani *et al.* 2012). Tekrarlı ve çevrimsel yükler altında çalışan makine bileşenleri, ciddi şekilde yorulma tehlikesi riskine maruz kalmaktadır. Bu sorunu gidermek ve yorulma ömrünü iyileştirmek için bazı termo-kimyasal ve/veya mekanik yüzey işlemleri kullanılır. Özellikle çeliklerin yorulma ve aşınma özelliklerini geliştirmek için iyon nitrasyon kullanılır. Çeliğin nitrasyon yoluyla yorulma ömründe iyileşmesi, nitritli tabakaların özelliklerine, özellikle artık gerilmelerin dağılmalarına ve iç sertleşmesine bağlıdır (Marines *et al.* 2006; Terres and Sidhom 2012; Conc *et al.* 2014).

Nitrüleme işlemi, katı bir azot çözeltisi ile yüksek basınçlı artık gerilmeli güçlü ve sığ bir tabakanın oluşumu ile sonuçlanır. Nitrülenmiş çeliklerinin yorulma özellikleri, bası artık gerilmesi, numunelerin yüzeyinde nitrüleme işleminin oluşturduğu yüksek mukavemet ve sertlik nedeniyle büyük ölçüde iyileşecektir (Y. *et al.* 2012; Zhou *et al.* 2013). Nitrüleme gibi termokimyasal yüzey işlemleri, faz fraksiyonlarının karmaşık yüzeye yakın gradyanlarının, artık gerilmelerin ve mikro yapının oluşumunu ve

malzemenin yapısal ve fonksiyonel özelliklerini belirleyici bir şekilde etkiler (Kurz and Meka 2015).

Yıldız ve arkadaşları AISI 4340 çeliğine plazma nitrürleme uygulamış ve bu işlemin yorulma dayanımına etkilerini incelemişlerdir. Çalışmaya göre plazma nitrürlemeden sonra çeliğin yorulma dayanımı artmıştır. Ayrıca, çalışma sonucunda yorulma yüzeylerini incelediklerinde, yorulma çatlaklarının artan yüzey sertliği sebebi ile malzemenin yüzeyinde değil iç kısmında “balık gözü-fish eye” şeklinde oluştuğunu gözlemlemişlerdir (Sirin 2008).

Ganesh ve Jajaparakosh (Raman and Jayaprakash 2006) AISI 304 austenitic paslanmaz çeliğini 420°C sıcaklıkta ve 6 saat süre ile plazma nitrürlemişlerdir. Nitrürlenmiş numunelerin artık gerilmeleri ile nitrürlenmemiş numunelerin artık gerilmeleri ölçülmüş ve karşılaştırılmıştır.. Plazma nitrürlenmiş numuneler daha yüksek yüzey sertliği, yüzeyde bası artık gerilmeler sahip olmuştur. Bununla birlikte, plazma nitrürleme işlemi görmüş numuneler, nitrürlenmemiş numunelere kıyasla düşük plain yorulma ve yıpratma yorulma ömürleri sergilemiştir.

Şengül ve Çelik (Sengul ve Celik 2011) AISI 4140 çeliğine plazma nitrürlemenin etkisini yorulma çatlak ilerlemesi bakımından incelemişlerdir. Analizlerin sonuçları, 10 zamanlı bir gerilme bloğu aşırı yüklenmesinin uygulanmasının, hem nitrürlenmiş hem de nitrürlenmemiş numuneler için FCG'nin gecikmesine yol açtığını, ancak çatlak geciktirme süresi, nitrürlenmemiş numuneler için daha uzun olduğunu göstermiştir.

Çelik ve Karadeniz (Celik ve Karadeniz 1995, 1996) AISI 4140 çeliğinin plazma nitrürlenmesinde oluşan bileşik tabakasının yapısını incelemişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucunda; en kalın bileşik tabakanın 550°C’de elde edildiğini, daha yüksek sıcaklıklarda tabaka kalınlığının azaldığını, çok yüksek sıcaklık ve uzun işlem sürelerinde çok ince bir beyaz tabaka elde edilebildiğini, ancak bu durumun yüzey sertliğinin azalmasına neden olduğunu belirtmişlerdir.

Kovaci ve arkadaşları (Kovaci, Yetim, Baran, & Çelik, 2016) AISI 4140 çeliğine farklı şartlarda plazma nitrüleme işlemi yaparak numuneleri çatlak ilerlemesi(FCG) bakımından incelemişlerdir. Sonuçlara göre, nitrüleme sıcaklık ve süresi yükseldikçe difüzyon tabaka kalınlığı, sertlik ve artık gerilme artmaktadır. Plazma nitrülenmiş numunelerin FCG ömrü, artık gerilme ve difüzyon nedeni ile artmıştır.

Buradan görüldüğü üzere, normalize edilmiş AISI 4340 çeliğinin plazma nitrülenmesi, oluşan artık gerilme ve yorulma testler hakkında veri bulunmamaktadır. Bu çalışmanın amacı plazma nitrülenmiş AISI 4340 düşük alaşımlı çeliğin karakterizasyonudur. Bu amaçla numuneler, farklı sıcaklıklarda ve sürelerde plazma nitrülemeden önce normalizasyon ısıl işleme tabi tutulmuştur. Plazma nitrülemeden sonra bası artık gerilmeleri ölçülmüştür ve farklı şartlarda nitrülenmiş numunelerin yorulma dayanımı elde edilmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Plazma İyon Nitrürleme

“Plazma” terimi ilk olarak Lewi Tonks ve Irving Langmuir tarafından 1929 yılında kullanılmış olmakla birlikte, daha sonraki yıllarda genişletilerek “içerisinde elektronlar, pozitif ve negatif iyonlar, atomlar, moleküller, radikaller ve fotonların bir kısmını veya tamamını barındıran yüklü, uyarılmış ve nötr parçacıklar bütününden oluşan maddenin bir hali” olarak tanımlanmıştır (Rauscher *et al.* 2010).

İyonlaşma derecesi, iyon haline gelen atomların(normalde elektronların sayısına eşittir) toplam atom veya moleküllere olan oranı olarak tanımlanır. Bir elektrik boşalmasında atomların çok küçük bir kısmı iyonlaşır (Harry 2010). Bir plazma, dış ortama karşı elektriksel olarak nötrdür çünkü herhangi bir yük dengesizliği, yükleri bu dengesizliği yok edecek şekilde hareket ettirecek elektrik alanlara sebep olur. Böylelikle, elektronların ve negatif iyonların yoğunluğu toplamı, pozitif iyonların yoğunluğu toplamına eşit hale gelir. Bu durum “kuasinötrallite” olarak da bilinir. Nötr atom ve/veya moleküllerin iyonlaşan kısmı olarak da ifade edilen “iyonlaşma derecesi” plazma halinin önemli bir parametresidir. Plazmalar “zayıf iyonlaşmış” ve “tam iyonlaşmış” plazmalar olarak ifade edilebilirler ve endüstriyel uygulamalarda kullanılan plazmaların neredeyse tamamı zayıf iyonlaşmış plazmalardır. Bir plazmayı başlatmak ve devam ettirebilmek için gerekli iyonlaşma, bir gazı enerji verilmesini gerektirir. Bu sebeple plazma maddenin dördüncü hali olarak anılsa da, devamlı bir süreç gerçekleştiğinden belirgin bir faz geçişi olmaz (Rossnagel *et al.* 1990).

Yüzey mühendisliği, günümüzde katı yüzeylerin hemen her özelliğini değiştirmek için kullanılabilecek olan elzem bir teknoloji halini almıştır. Metaller, seramikler, polimerler ve kompozitler istenilen özellikleri kazanacak şekilde yüzey mühendisliği teknikleri kullanılarak ince filmlerle kaplanabilmekte veya bunların yüzey kimyaları

değiştirilebilmektedir. Bu şekilde ürünlerin ömürleri uzatılabilmekte, daha efektif kullanımları veya daha dekoratif olmaları sağlanabilmektedir (Martin 2011).

Termokimyasal yüzey işlemleri temel olarak difüzyon ile yüzey kimyasının değiştirilmesi esasına dayanan süreçler olarak tanımlanır. Kullanılan temel mekanizma termokimyasaldır. Çünkü yüzey ve yüzey altı özellikleri değiştirecek olan parçacıkların (atom, iyon gibi) difüzyonunun sağlanabilmesi veya iyileştirilebilmesi için ısı enerjisi kullanılmaktadır. Termokimyasal yöntemler, yüzey kimyasını değiştirmekte kullanılacak olan parçacıkların türüne göre isimlendirilir ve gaz, sıvı, katı veya plazma ortamında gerçekleştirilebilir. En sık kullanılan termokimyasal yüzey işlemleri, nitrürleme, karbürleme, oksitleme ve borlama olup nirtokarbürleme veya oksinitrürleme gibi birleştirilmiş işlemler de yapılabilmektedir (Cotell *et al.* 1994b).

Çeliklerin yüzeylerine azot verilerek uygulanan nitrürasyon işleminde uygulama süresinin çok uzun olması, bu sürenin kısaltılması yönünde araştırmacıları sürekli meşgul etmiştir. Yapılan araştırmalar sonucunda, 1960'lı yıllardan itibaren endüstriyel anlamda kullanım alanı bulan plazma nitrürasyon/nitrürasyon ya da diğer ismiyle iyon nitrürleme yöntemi geliştirilmiştir. Plazma nitrürasyon yönteminde azot difüzyonu, metal yüzeyinde ve yüzeye çok yakın bölgede termo-kimyasal reaksiyonlarla gerçekleştirilir. Azot difüzyonuyla teşekkül eden nitrürler ve malzemenin özelliklerine etkisi, alışılmış diğer nitrürasyon yöntemlerinde olduğu gibidir. Termo-kimyasal reaksiyonların oluşması için gerekli azot, azot gazının ya da azot içeren bir gaz veya gaz karışımının yüksek gerilimli doğru akım ile iyonlara ayrıştırılması ile elde edilmektedir. Bu yöntemde gaz olarak genellikle azot yada amonyak kullanılmaktadır. Nitrür partiküllerinin oluşması için gerekli olan aktifleşme enerjisi ise, fırın cidarı ile parça arasında oluşturulan yüksek gerilim ile azot verilecek parçaya doğru ivmelendirilen iyonların parça yüzeyini bombardımanı sonucunda açığa çıkmaktadır.

Plazma nitrürleme sistemi; vakum fırını, gaz dağıtım sistemi ve elektrik güç kaynağı olmak üzere üç ana donanımdan meydana gelmektedir. Güç kaynağının kapasitesi, nitrürasyon yapılacak yüzey alanına bağlıdır. 400-800 V arasında doğru akım alınabilen

transformatörlerde akım yoğunluğu 1 mA/cm^2 seviyesindedir. Gaz jeneratöründe üretilen gazda N_2/H_2 oranı genellikle %2 ile %25 aralığında değişmektedir. Vakum pompası 1-10 torr basınç aralığında çalışabilmektedir. Nitrürasyon işlemi sırasında yüzeyin sıcaklığı ölçülmektedir (Callister 2009).

Nitrürasyon yapılacak parçanın yüzeyi yağ ve kirlerden temizlendikten sonra, vakum fırınına katot (negatif) olacak şekilde yerleştirilir. Fırın duvarları anot (pozitif) görevi yapar. Fırın 0.01 mbar basıncına kadar bir rotasyon pompası ile vakuma alınır. Fırın duvarları ile iş parçası arasında 100-1500 V arasında bir doğru akım uygulandıktan sonra, fırın içerisine azot ya da amonyak gazı, fırın basıncı 1-10 mbar düzeyine gelene kadar yavaş yavaş verilir. Başlangıçta 1000 V değerine kadar yükselen gerilim farkı, artan gaz miktarı ile azalarak 600-700 V civarında istenilen basınç ve sıcaklık sağlandığında sabit duruma gelir. Bu sırada, iyonlaşmış gazın akkor ışını, katodik pozisyonunda olan iş parçasını tamamen sarmış ve elektrik boşalması adı verilen ayrılmış gaza ait iyonların parça yüzeyine bombardımanı başlamıştır. Bu iyon bombardımanı ile iş parçasında mükemmel bir yüzey temizliği sağlanır. Nitrürasyon için gerekli azot difüzyonu ise, difüzyon için gerekli sıcaklığa ulaşıldığında başlar.

Plazma nitrürasyon uygulanan yüzeylerde elde edilen sertlik profili, diğer nitrürasyon yöntemlerine benzer. Ancak gerek yüzeyde gerekse yüzeye yakın bölgelerde, işlem daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştiği için daha yüksek yüzey sertlikleri elde edilebilir. Benzer nedenden dolayı, ölçü değişimi ve deformasyon en az iyon nitrürasyon yönteminde meydana gelir. Ayrıca nitrürasyon uygulanmış yüzeyde geçiş bölgesinin çok ince olması yorulma dayanımının artmasına katkıda bulunur (Cotell *et al.* 1994a; Hacısaliho *et al.* 2010; Martin 2011).

Plazma nitrürasyon yönteminin, diğer nitrürasyon yöntemlerine göre sağladığı üstünlükler şöyle sıralanabilir:

a- Sadece iş parçasının ısıtılması nedeniyle enerji tasarrufu sağlanır ve ısı verim yüksektir.

- b- İşlem süresi açısından değerlendirme yapıldığında; diğer nitrürasyon yöntemlerine göre aynı sıcaklık ve derinlik için işlem süresi yaklaşık %50-70 daha kısadır.
- c- İşlem sırasında ölçü değişimi ve deformasyon riski minimum düzeydedir.
- d- Düşük basınçlarda çalışıldığında gaz tasarrufu sağlanabilir.
- e- Sert ve daha az kırılğan bir yüzey elde edildiği için, yüzey bitirme işlemlerine daha az gereksinim duyulur.
- f- Nitrürasyon yapılmak istenilmeyen yüzeylerin mekanik olarak izolasyonu mümkündür.
- g- Gaz veya diğer atıklarla çevreyi kirletmez, insan sağlığı açısından zararlı değildir.
- h- Otomasyona uyumludur. Sistem değişkenlerin kontrol altında tutulması kolaydır.
- i- İş parçası üzerindeki tüm girinti, çıkıntı ve delikler üzerinde homojen bir azot difüzyonu sağlanabilir.
- j- Reaksiyonun gerçekleştiği fırında hareketli parçalar söz konusu olmadığından fırın bakım masrafları daha düşüktür.
- k- Nitrürlenecek parçanın büyüklüğü ve ağırlığı önemli değildir.

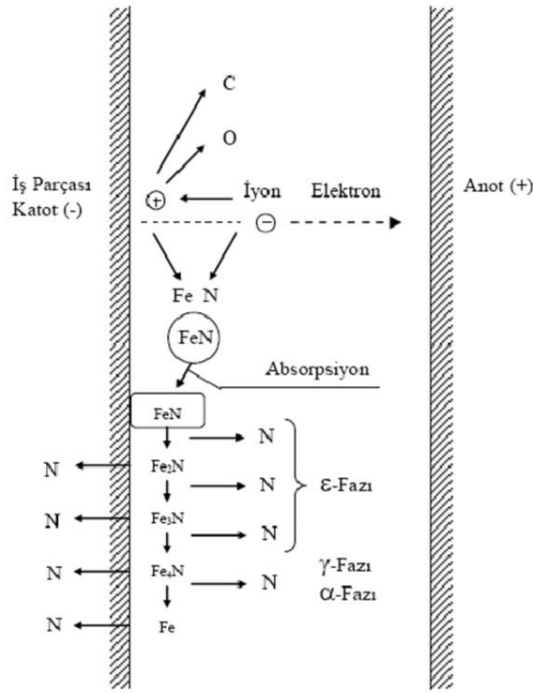
Plazma nitrürasyon yönteminin avantajları olmasına rağmen birtakım dezavantajları da mevcuttur. Bu dezavantajlar şöyle sıralanabilir:

- a- İlk yatırım maliyetleri yüksektir. Bu nedenle sadece seri üretimde ekonomiktir.
- b- Nitrürlenecek parçanın hacmine, dolayısıyla reaksiyon fırının hacmine bağlı olarak 40 kW ila 1000 kW arasında enerji gereksinimine ihtiyaç vardır.
- c- Aynı şarjda; sadece aynı boyut ve kesitteki parçalara nitrürasyon uygulanabilir.

2.2. Plazma Nitrürleme İşleminin Mekanizması

Elektriksel boşalma şartları altında azot gazı iyonize olur. Azot iyonları elektrostatik alana doğru ivmelenir ve katoda bağlı iş parçasını bombardımana uğratar. Yüzeye çarpan iyonlar, yüzeyde yüksek sıcaklıklar oluşturarak buharlaşmaya yol açar. Bunun sonucu olarak iş parçası yüzeyindeki demir ve diğer alaşım elemanları, metalik olmayan element atomları (karbon, oksijen, azot) ile elektronlar yüzeyden uzaklaşır (saçılma).

Yüzeye çarpan iyonların ancak çok az bir kısmı iş parçasına yayılır (doğrudan implantasyon). Bu iyonların büyük bir kısmı saçılma olayını sağlar. Saçılan demir atomları ile yüksek enerjili azot atomları, yüzeyde FeN şeklinde birleşerek birikir (yoğunlaşma). FeN sıcak metal yüzeyinde kararsızdır ve kararlı diğer nitrürlere (Fe_2N , Fe_3N , Fe_4N) dönüşür (Şekil 2.1). Dönüşme sırasında serbest kalan azot atomları ya metale yayılır ya da plazmaya döner (kimyasal absorpsiyon). Saçılma ve yoğunlaşma işlemleri büyük ölçüde kullanılan gaza bağlıdır. Ayrıca basınç ve gerilim gibi diğer parametrelerin değiştirilmesiyle de etkilenir (Edenhofer 1974).

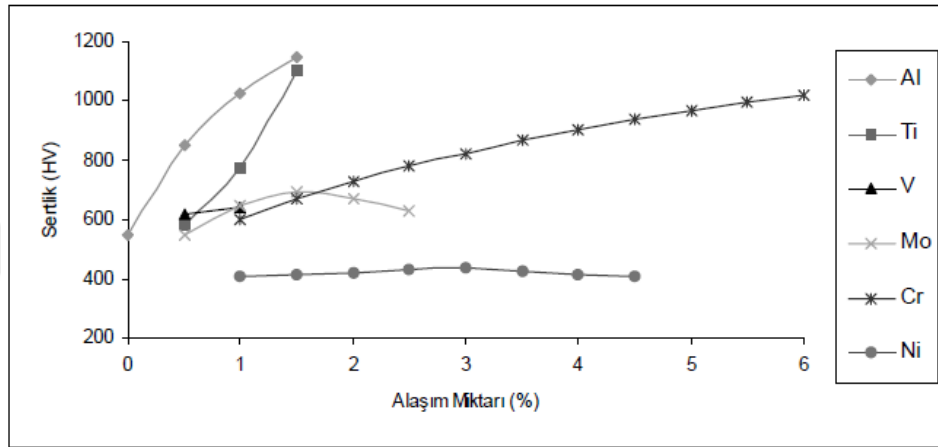


Şekil 2.1. Plazma nitrüleme işleminin mekanizması (Edenhofer 1974)

2.3. Nitrülenebilirlik

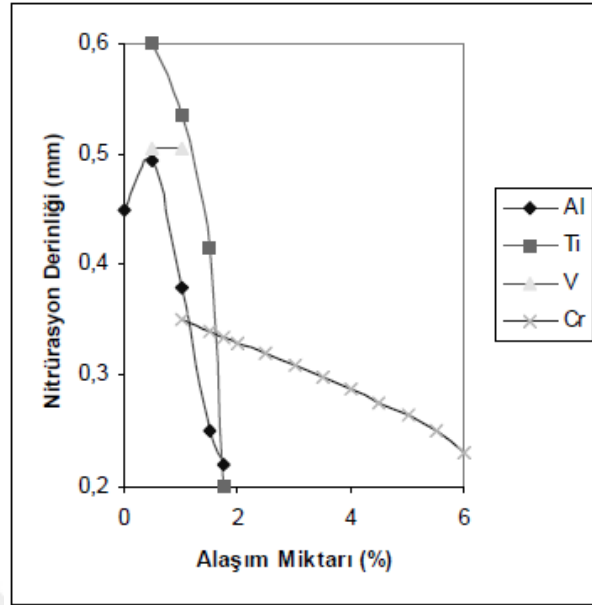
Nitrülenebilirlik; çeliğin azotu absorbe edebilme kabiliyeti ve azotun sağladığı sertlik artışı olarak ifade edilir. Alaşım elementlerinin çeliğin nitrürasyonu sonrası sertliğine etkisi Şekil 2.2’de verilmiştir (Menthe *et al.* 1995).

Yüksek yüzey sertliği istenen nitrürlenecek bir çeliğin bileşimi üzerinde karar verileceği zaman, seçim, genellikle Al, Cr ve Mo gibi nitrür oluşturan elementler üzerinde yapılır. Şekil 2.2'deki diyagramdan da görüleceği gibi; yüzey sertliği üzerinde en büyük etkiye sahip Al'dir. Bunu sırasıyla Ti, Cr, Mo ve V takip eder. Ni'nin etkisi sade karbonlu çeliklerde oluşan yüzey sertliği kadardır.



Şekil 2.2. Alaşım elementlerinin çeliğin nitrürasyonu sonrası sertliğe etkisi (Menthe *et al.* 1995)

Nitrürasyon derinliği Şekil 2.3'te görüleceği gibi alaşım elementi miktarının artmasıyla azalır. Ayrıca yüksek alaşımlı çeliklerde nitrojen tüketiminin daha fazla olduğunu ve karbon miktarının artmasıyla nitrojenin çelik matrise difüzyonu için gerekli olan aktivasyon enerjisinin arttığını göstermişlerdir sertlik artışında en büyük etkiye sahip olan Al ve Ti aynı zamanda azotun difüzyonuna en fazla geciktirici etkiyi gösterir. Bu elementlerin miktarı arttıkça, azotun çeliğin bünyesine alınması zorlaşır. Optimum sertlik ve nitrürasyon derinliğinin sağlanması için tavsiye edilen Al oranı %1 civarındadır. Karbonun da benzer şekilde azot difüzyonuna karşı kuvvetli bir engelleyici özelliği vardır. Alaşım elementlerinin difüzyona karşı etki göstermelerinin nedeni, azotla beraber nitrürler oluşturmalarıdır (Menthe *et al.* 1995)..



Şekil 2.3. Alaşım elementlerinin 400HV sertlik değerinde ölçülen nitrürasyon derinliğine etkisi (Menthe *et al.* 1995).

2.4. Artık Gerilme

Artık gerilmeler, çeşitli imalat aşamalarından sonra; örneğin kaynaklı imalat, döküm, yüzey işlemleri ve ısıtım işlem prosesleri veya malzemeye homojen olmayan deformasyon uygulanması neticesinde parça içerisinde kalan gerilmelerdir. Artık gerilmeler, üretim sonrasında parça içerisinde kaldığından dolayı kullanım sırasında dışarıdan uygulanacak olan gerilmeler bu gerilmelerle birlikte parçaya etki eder (Dilmeç vd 2008).

Çeliklerin ısıtım işleminde dönüşüm sertleştirilmesi esnasında martenzite dönüşmeden, martenzit yapı içerisinde oda sıcaklığına kadar kalabilen artık östenitin kullanım sırasında deformasyon destekli martenzite dönüşümü boyutsal değişim yarattığından dolayı, iç gerilmelere neden olabilmektedir. Artık östenitin ve termal genleşme farklılıklarının artık gerilmeye neden olabilmesinden dolayı, artık gerilme içeren bir parçada, parçaya etki eden gerçek yükleme/analiz durumu, hesaplama sonuçlarından çok daha farklı olabilmektedir.

Çeliğin ısıtılmasında, çeliğe su verme sonucunda, malzemenin merkezinde ve yüzeyinde farklı soğuma sonucunda oluşan termal gerilmeler çekme ve basma artık gerilme karakterlidir. Bu gerilmeler, malzemenin performansına yararlı olur veya zarar verir (Asi ve Asi 2003).

Artık gerilmeler üretilen malzemenin servis ömrünü doğrudan etkiler. Çeki artık gerilmeleri, malzemenin yorulma ömrünü azaltıp malzemenin erken hasara uğramasına neden olabilirken, bası artık gerilmeleri ise malzemeye; yorulma ömrünü ve gerilmeli korozyona karşı direncini artırıcı yönde faydalı bir etkiye sahiptir. Üretim sırasında oluşan zararlı artık gerilmeleri (çekme) mümkün olduğu kadar kontrol altına almak için ısıtılma teknikleri uygulanır. Buna karşın parçanın yorulma performansını geliştirmek amacıyla, parçada faydalı artık gerilmeler (basma) özellikle oluşturulmaktadır (bilyalı dövme ve sementasyon işlemleri gibi). Uygulanan gerilmeler ve artık gerilmeler, malzemenin nihai dayanımını veya performansını belirlemek için bir arada değerlendirilmektedir. Örneğin, artık gerilmeler büyükse, malzeme yüksek gerilmelere karşı dayanıklı olmayacaktır (Withers and Bhadeshia 2001).

$$\text{Net Gerilme} = \text{Artık Gerilme} + \text{Uygulanan Gerilme}$$

Örneğin; -450 MPa artık gerilmeye sahip bir malzemeye, +550 MPa'lık bir yük uygulandığını düşünelim. Malzemenin maruz kaldığı toplam gerilme, iki gerilmenin toplamı veya +100 MPa'dır. Bu nedenle, artık gerilme durumunun bilinmesi, bir yapı üzerindeki gerçek yükleri belirlemek için oldukça önemlidir. Genel olarak, yapının yüzeyindeki basma/bası artık gerilmesi yapının mukavemetine fayda sağlamaktadır. Yorulma mukavemetini ve yorulma ömrünü artırıp, çatlak yayılma hızını azaltmakta ve çevresel etkilerle desteklenen gerilme korozyonu çatlaması ve hidrojen kaynaklı çatlama gibi hasarlara karşı malzeme direncini artırmaktadır. Yapı yüzeyindeki çekme gerilmesi, malzemenin yorulma mukavemetini ve yorulma ömrünü düşürmekte, çatlak yayılım hızını artırmakta ve çevresel etkilerin desteklediği çatlaklara karşı malzemenin direncini düşürmektedir. Bu sebeple yüzeydeki çekme gerilmesi genel olarak istenmemektedir (Withers and Bhadeshia 2001).

2.4.1. Artık gerilme türleri

Artık gerilmeler, malzeme içinde bulundukları ölçeğe göre karakterize edilebilmektedir. Malzeme içinde uzun mesafelerde oluşan gerilmeler, makro gerilmeler olarak adlandırılmaktadır. Yalnızca lokal olarak (ya taneler arasında ya da bir tanenin içinde) bulunan gerilmeler mikro gerilmeler olarak adlandırılmaktadır. Bir malzemenin belirli bir yerindeki toplam kalıcı gerilme, aşağıdaki 3 gerilme tipinin toplamı olmaktadır.

- 1- İçinde çok sayıda tanecik içeren malzemelerde oluşan makro gerilmeler.
- 2- Bir malzemenin mikro yapısındaki farklılıkların neden olduğu mikro gerilmeler malzemedeki tane büyüklüğü ile kıyaslanabilecek mesafelerde meydana gelmektedir. Tek fazlı malzemelerde tanelerin anizotropik davranışlarından dolayı veya çok fazlı malzemelerde faz farklılığından dolayı oluşabilmektedir.
- 3- Malzeme içindeki farklı mikro yapıların varlığı mikro gerilmeleri ortaya çıkarabilmektedir.

2.4.2 Artık gerilmenin önemi

Uygulanan gerilmeye karşı olan bası artık gerilmesi malzemenin yorulma dayanımına en önemli faktör olmaktadır. Artık gerilme aşağıda verilen özellikleri etkilemektedir:

- Düşük çevrim (low cycle) ve yüksek çevrim (high cycle) yorulma performansı
- Deformasyon
- Çekişle şekillendirme (kontrollü deformasyon)
- Yıpranma
- Gerilme korozyon çatlaması (SCC) ve hidrojen sebepli çatlama (HIC)
- Çatlak başlaması ve yayılması (Hasar toleransı)

Artık gerilme dağılımı, FE modellerinde ve/veya kırılma mekaniğinde nadiren göz önüne alındığından dolayı; modellemenin doğruluğunu ve etkinliğini arttırmak için gerçek veriler gerekmektedir.

2.4.3. Artık gerilmelerin ölçülmesinin ve izlenmesinin faydaları

- Bir parçanın kritik bölgelerinin yüzey sertleştirilmesi (peening) işlemi optimize edilebilir.
- Şartnameleri ve Go/No-Go kararlarını hazırlamak için nicel bir metrik sağlayabilir.
- Ürün kalitesini iyileştirmek, tedarikçi kalitesini doğrulamak, mühendislik kaynak onayı (ESA) gibi avantajları olabilir.
- Yapının güvenliği geliştirilebilir ve katastrofik hasarlar azaltılabilir.
- Yeterli gerilme sağlanarak komponentin veya yapının ömrünü uzatacak çalışmalar yapılabilir.
- Onarılan alanın orijinal özelliklerine tamamen geri döndüğü kontrol edilebilir.
- Kalıntı gerilmenin azalması izlenerek daha doğru parça değiştirme gereksinimleri belirlenebilir.
- Artık gerilme bilgileri, diğer tahribatsız tekniklerin uygulanmasında yardımcı olabilir.

2.4.4. Artık gerilmenin oluşturulması

Artık gerilmeleri belirlemek ve yönetmek için birçok yöntem bulunmaktadır. Bunlar arasındaki bilya ile sertleştirme, lazer şokla sertleştirme, ultrasonik sertleştirme, döverek sertleştirme, çekiçleme, parlatma, düşük plastisite parlatma, haddeleme ve kazıma gibi soğuk çalışma teknikleri basma yüzey artık gerilmeleri üretebilmektedir. Isıl işlem, kontrollü soğutma ve lokalize ısıtma gibi sıcak çalışma teknikleri, artık gerilmeyi en aza indirmek veya azaltmak için sıklıkla kullanılmaktadır. Bu işlemler kuponlar veya Almen şeritleri kullanılarak sıklıkla kontrol edilmektedir. Ancak, parça üzerindeki artık gerilmeler hakkında bilgi sağlamamaktadırlar. Örneğin, Almen şeridi üzerinde

uygulanan bilya ile sertleştirme, işlem hakkında detaylar vermesine rağmen parçadaki artık gerilme hakkında bilgi sağlamamaktadır.

2.4.5. Yüzey üstü ve yüzey altı artık gerilmeler

Yorulma çatlakları genellikle yapının yüzeyinde başlamaktadır. Bu nedenle yüzeydeki artık gerilme, çatlağın başlaması ve yayılması potansiyelinin belirlenebilmesi için önemlidir. Yüzey altındaki çatlaklar genellikle yüzeyin altında bulunan kusurlardan veya farklı malzeme katkılarından dolayı ortaya çıkmaktadır. Yüzeydeki gerilmeler, yüzey altındaki çatlak yayılımını da oldukça fazla etkilemektedir (Jegou *et al.* 2011).

Bilya ile yüzey sertleştirme (shot peening), işleme veya diğer yüzey modifikasyon işlemlerinin etkilerini tam olarak karakterize etmek için yüzey ve yüzey altı gerilme gradyanları gerekmektedir. Parça işleme ve diğer yüzey modifikasyonlarının yeterince kontrol edildiği özel durumlarda, yüzeydeki kalıntı gerilme, işlem kalitesinin bir göstergesi olarak kullanılabilir (Jegou *et al.* 2011).

Mühendisler, malzeme performansını etkilediklerinden dolayı artık gerilmelere karşı dikkatle yaklaşmaktadır. Yapılar genellikle önemli emniyet faktörleri ile tasarlanmışlardır ve artık gerilmelerin etkileri göz ardı edilebilmektedir. Fakat teknolojinin en ileri noktasına yakın çalışan yüksek performanslı yapılar için artık gerilme gibi faktörler, yapının performansı ya da hasara uğraması konusunda belirleyici olabilmektedir (Jegou *et al.* 2011).

2.5. Çatlak Başlangıcı

Bölgesel gerilmelerin en fazla olduğu noktada veya bölgesel mukavemetin en az olduğu noktada yorulma çatlakları meydana gelmektedir. Etkiyen gerilmenin şiddeti, yoğunlaşan gerilme değeri, gerilme tipi ve temel gerilmeleri yoğunlaştıran parçaya ait yüzey kusurları gibi bölgesel özellikler ile ilgili malzeme biçimi ile belirlenmektedir. Yoğunlaşan direnç de, halihazırdaki karma gerilmelerin ve devamlı olmayan yüklerin

araştırılması ile tespit edilebilmektedir. Yorulmaya sebep olan çatlaklar için en iyi çözümlerden biri, yüzeyde pürüzsüz bir yapı elde etmek ve iç yapıda homojenliği sağlayabilecek bir parça üretmekten geçmektedir. Neticede yorulmanın başlıca nedenlerinden biri olan gerilme yığılmalarının da gözönüne alınmaktadır. Metalurjik olaylardan malzeme kalıntıları, parçaçıklar, çökelti, tane sınırları gibi kristal süreksizlikler malzemenin yapısı içerisindeki yorulma çatlak başlangıcı sebep olan mikroskobik gerilme yığılmalarına örnek olarak gösterilebilmektedir. Sürekli gerilmeler nedeni ile kristal yüzeylerin hareket etmesi neticesinde çentik benzeri girintiler, çıkıntılar gibi yüzeyde oluşan süreksizliklerde çatlak başlangıç bölgeleri oluşabilmektedir. Yorulma çatlakları, sürekli gerilmelere maruz kalması neticesinde oluşan kalıcı deformasyon sonucu da gerçekleşebilmektedir (Hofinger et al., 1999; Kawasaki & Watanabe, 1999; WULPI, 1985).

Belli alanda meydana gelen kalıcı deformasyon neticesinde oluşan yorulma çatlaklarının başlangıcı, kayma hareketleri neticesinde malzeme kesitindeki girinti ve çıkıntıların oluşmasıyla ilişkilendirilmiştir. Devamlı artan gerilmelerin neticesinde oluşan deformasyon tek yönlüdür. Ancak yorulma olayına sebep olan gerilmelerde, yükler nedeniyle oluşan deformasyon, sürekli yön değiştirerek büyüklük açısından azalır veya artar. Bahsedilen deformasyon, malzemenin kristal yapısı tarafından tam elastik olarak giderilebildikleri sürece risk arz etmezler, ancak uygulanan gerilmeler elastik sınır altında olsa da gerilme yığılmalarına bağlı olarak, malzeme kusurlarına etkileyen gerilmeler akma sınırının çok üzerinde gerçekleşebilmektedir. Parçanın yapısı içerisinde mikro boyutta bu gerilmeler etkisinde, bölgesel kalıcı deformasyon oluşmaktadır. Basit, kalıcı ve azımsanabilecek deformasyon kırılma olayı olmaksızın kristal kafes tarafından tolere edilebilmektedir. Sürekli deformasyon, kristal kafesin farklı bölümlerinin yeni bir denge durumu sağlanıncaya kadar ötelenmesi vasıtasıyla meydana gelmektedir. Maruz kalınan tekrarlı gerilmelerin etkisiyle, kayma bantları, p yüzeyinde girintilerin ve çıkıntıların dolayısıyla çatlak oluşumuna sebep olabilecek gerilme yığılmalarının oluşmasına neden olmaktadır (Tilbrook, 2005; WULPI, 1985).

2.6. Yorulma

Birçok makine parçaları ve yapı elemanları kullanılırken esnasında tekrarlanan gerilmeler (yükler) altında ve titreşimler altında çalışmaktadır. Tekrarlanan gerilmeler altında çalışan metalik parçalarda, gerilmeler parçanın statik dayanımından küçük olmalarına rağmen, belirli bir tekrarlama sayısı sonunda genellikle yüzeyde bir çatlama ve bunu takip eden kopma olayına neden olurlar, yorulma adı verilen bu olay ilk defa 1850'li yıllarda Wöhler tarafından incelenmiştir.

Yorulma olayına sadece parçaya dışarıdan uygulanan kuvvetler değil, ısı genleşme ve büzülmeyle doğan ısı gerilmelerinde neden olmaktadır. Yorulma olayında çatlak genelde yüzeydeki bir pürüzde, bir çentikte, bir çizikte, bir kılcal çatlakta veya ani kesit değişimlerinin olduğu yerlerde başlamaktadır. Yorulma çatlağının teşekkülü için;

- a-) Yeteri derecede yüksek bir maksimum çekme gerilmesinin olması,
- b-) Uygulanan gerilmenin oldukça geniş değişimi veya dalgalanması,
- c-) Uygulanan gerilmenin yeterince büyük tekrarlanması gerekmektedir

Bu ana faktörlerin yanında çok sayıda yan faktörde yorulma olayında önemlidir. Örneğin; yüzey kalitesi, korozyon, sıcaklık, aşırı yükleme, kalıcı iç gerilmeler, gerilim konsantrasyonu, frekans, mikroyapı, tane boyutu, faz dağılımı, inklüzyonlar gibi.

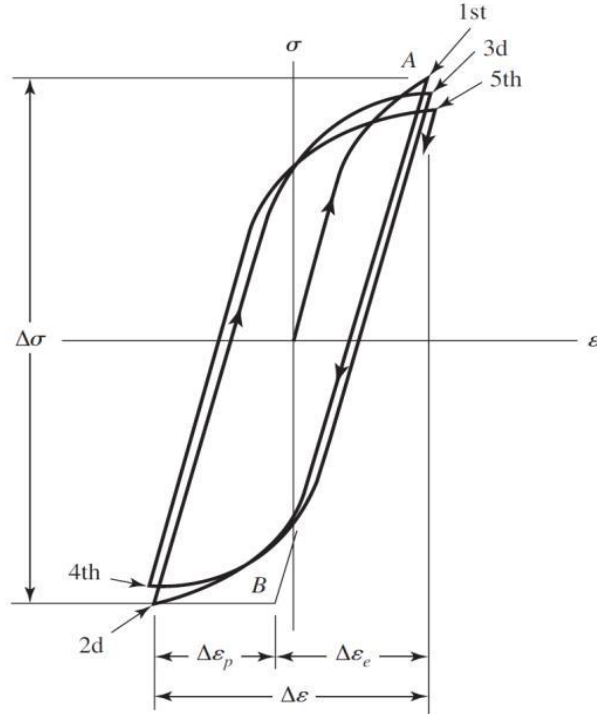
Nitrüleme işlemlerde yüzey sertlik ve artık gerilme oluşması nedeniyle genellikle malzemenin yorulma dayanımını artırır.

2.6.1. Yorulma türleri

2.6.1.a. Kısa ömürlü yorulma

Kısa ömürlü yorulma, hasar çevrim sayısı 10^4 'den daha düşük olan yorulma hasarlarına verilen genel isimdir. Akmanın ötesinde plastik şekil değişimlerinin söz konusu olduğu

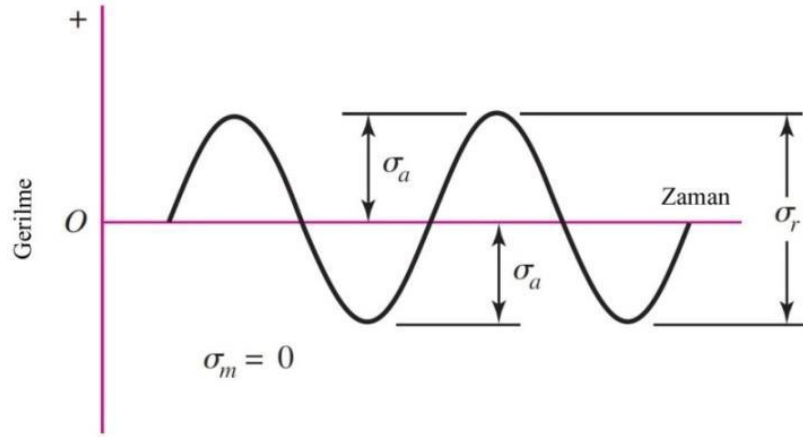
kısa ömürlü yorulma, uzun ömürlü yorulmanın aksine gerilme genliği ile değil Şekil 2.4’de görüldüğü gibi birim şekil değişimi genliği ile kontrol edilmektedir.



Şekil 2.4. Kısa ömürlü yorulma çevrimi (ASM Handbook Committee, Fatigue and Fractur 1997; Kalluri and Bonacuse 2000)

2.6.1.b. Uzun ömürlü yorulma

Uzun ömürlü yorulma, Şekil 2.5’de görülen ve tam değişken olan, hasar çevrim sayısı 10^5 ’ten daha büyük olan yorulma hasarlarına verilen genel isimdir. Akmanın söz konusu olmadığı uzun ömürlü yorulmada, gerilme genliği ile devir sayısı kontrol edilmektedir.



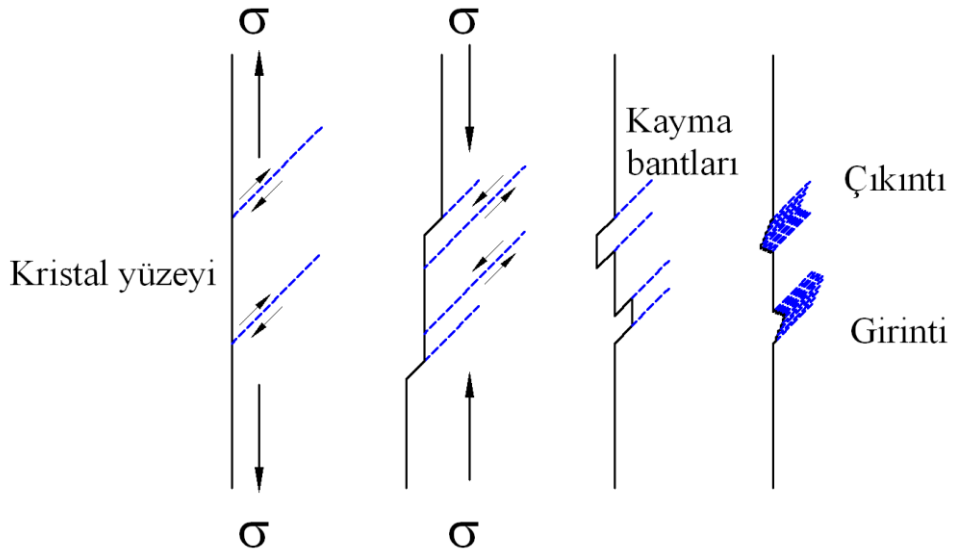
Şekil 2.5. Uzun ömürlü yorulma (Budynas and Nisbett 2011)

2.6.2. Yorulma hasarı oluşum mekanizması

Yorulma hasarının oluşum mekanizması üzerine yapılan araştırmalar neticesinde hasarın oluştuğu ortaya konmuştur. Bunlardan;

2.6.2.a. Yorulma çatlağı oluşumu

Parça üzerine etki eden kuvvet sonucu oluşan gerilme, parça yüzeyinde büyük değere ulaşır. Çevrimsel zorlanmalar neticesinde oluşan ve Şekil 2.6'da şematik çizimi belirtilen kristal içindeki kayma hareketleri, yüzeyde son bulur. Çatlak oluşumunda, önce mikro ölçekte plastik şekil değişimlerinden kaynaklanan kararlı kayma bantları meydana gelmektedir. Gerilmenin yön değiştirmesiyle birlikte, kayma bantlarında meydana gelen kayma olayı bir takım yan etkilerden dolayı tam anlamıyla geri dönememekte, böylece malzeme yüzeyinde girinti ve çıkıntıların oluşmasına yol açmaktadır. Atomik mertebedeki oluşan, bu yüzey pürüzlülüğü zorlanmalar sırasında gerilme yığılmalarına yol açar. Bu gerilme yığılmaları neticesinde büyük değerlere ulaşan gerilme, yorulma çatlağının çekirdeklenmesini sağlar. Bu mekanizma toplam yorulma ömrünün yaklaşık %10'unu kapsamaktadır (Lee *et al.* 2005).



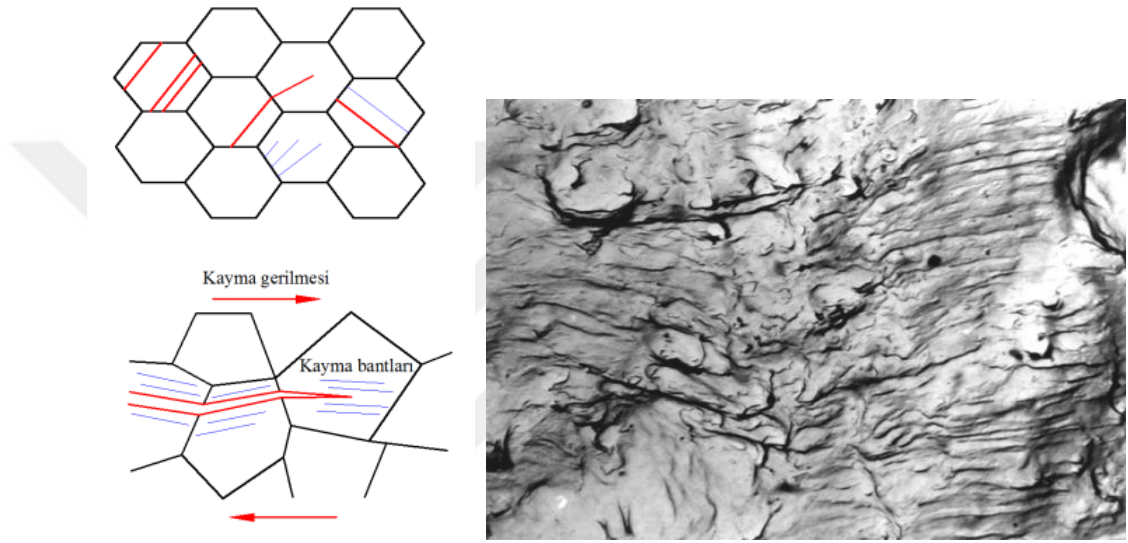
Şekil 2.6. Yorulma çatlakları oluşum mekanizması (Lee *et al.* 2005)

Yorulma çatlaklarının oluşumu ile ilgili çeşitli teoriler vardır. Bunlardan GOUGH'a göre; metal çevrimsel gerginlik altında aynı yönlü ve tek eksenli gerginlikte olduğu gibi aynı kristalografik yönlerde kayar.

Yalnız tek eksenli kayma, yapının her yerinde görülürken, yorulmada bazı tanelerde kayma bantları görülmez. Kayma hatları ilk birkaç bin çevrimde ortaya çıkar. Çevrim sayısı arttıkça, kayma bantları da artar. Fakat kayma bantlarının sayısı, çevrim sayısı ile doğru orantılı değildir. Birçok metalde kayma, bir doygunluk değerine ulaşır. Bu, daha çok ağır kayma bölgesinde görülür. İşte çatlaklar, genellikle başlangıçta kayma bandına paralel olan ağır deformasyon bölgesinde ilerler. Çatlaklar yorulma sınırının altındaki gerilmelerde oluşmuştur. Yani; yorulma esnasında kaymanın oluşması, çatlakların oluşacağı anlamına gelmez. Yorulma testi bir yerde kesilip yüzey elektro parlatma ile parlatıldığı zaman bile yok olmayan kayma bantları, embriyonik yorulma çatlaklarıdır. Bu tür bantlar toplam yorulma ömrünün %5'inden sonra görülür. Bu bantlara küçük bir çekme gerilmesi uygulanmasıyla bantlar geniş çatlaklara dönüşür (Lee *et al.* 2005).

2.6.2.b. Çatlağın kayma bantlarında ilerlemesi

Oluşan mikro çatlaklar Şekil 2.7’de görüldüğü gibi önce kayma bantları boyunca ilerler. Bu ilerleme genellikle parça üzerine etki eden gerilmenin eksenine 45° ’lik bir açı yaparak taneler içinde gelişmesini sürdürür.



Şekil 2.7. Çatlağın kayma bantlarında ilerlemesi (Reddy 2004; Socie 2005)

2.6.3. Yorulma dayanımına etki eden faktörler

Yorulma dayanımına etki eden faktörler aşağıdaki gibidir (Kaya 2016).

- 1- Ortalama ve Bileşik Gerilmenin Etkisi
- 2- Boyut Etkisi
- 3- Parça Biçiminin Etkisi
- 4- Yüzey İşlemlerinin Etkisi
- 5- Korozyon Ortamının Etkisi
- 6- Sıcaklığın Yorulmaya Etkisi
- 7- Metal ve Alaşımın Soğuk İşlenmesi
- 8- Frekansın Etkisi

9- Mikro Yapının Etkisi

10- Darbe Etkisi

11- Artık Gerilmelerin Etkisi

Makine parçasının üretimi sırasında bünyesinde oluşacak artık gerilmeler, işletme gerilmeleri yönünde ise yorulma ömründe azalmalara neden olur. Ancak işletme gerilmesinin ters yönünde bir artık gerilme malzeme bünyesinde yaratılmışsa bu defa yorulma ömründe bir artış söz konusu olacaktır. Çünkü gerilmelerin vektörel olarak toplanabilmesi esasına göre işletme sırasında oluşacak gerilmeler önce artık gerilmenin üzerine çıkmaya çalışacağından gerçek değerinde azalmaya uğrayacak, bu ise yorulmaya neden olan gerilme genliğinin daha düşük seviyede kalmasına neden olacaktır.

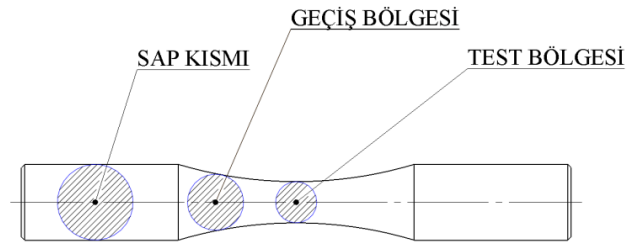
Endüstriyel uygulamalarda bu etkiden çok yaygın olarak yararlanılmaktadır. Yorulmaya çalışan makine parçalarının sadece yüzeyleri ve yüzeye çok yakın bölgeleri bilya püskürtülerek plastik deformasyona uğratılmaktadır. Bu işleme bilyeli dövmenin (shot peening) ve yüzey sertleşme işlemlerde malzeme yüzeyinde basma yönünde artık gerilme oluşturmaktadır. Böylece çekme zorlaması altında yorulmaya çalışan makine parçalarının ömürlerinde 2-10 katına varan artışlar sağlanabilmektedir.

12- Yüzey Sertliğinin Etkisi

Yorulma çatlakları yüzeyde olduğu için yüzey şartlarının, yorulma hasar ömrünün arttırılıp azaltılmasında büyük önemi vardır. Malzeme yüzeyine nitrürleme ve sementasyon gibi yüzey sertleştirme yöntemlerinin uygulanması yorulma dayanımının arttırılmasını sağlamakta, dekarbürizasyon gibi yüzeyde yumuşamaya neden olan işlemler ise yorulma dayanımını azaltmaktadır (Kaya 2016).

2.6.4. Yorulma test numuneleri

Yorulma numunesi deneyin amacına ve kullanılan yorulma makinesinin türüne göre değişik şekil ve boyutlarda olabilir. Deney numunesi araştırılacak malzemenin özelliklerini yansıtacak boyutta ve kesitte olmalıdır. Numune temel olarak; test bölgesi, geçiş bölgesi ve tutuculara bağlanan sap kısmı olmak üzere üç bölümden oluşur. Numunenin test bölgesi kritik gerilmenin oluşturulduğu bölüm olması sebebiyle numunenin en önemli kısmıdır. Numune üzerine etki eden yük sonucu oluşan gerilmenin, istenilen noktada oluşması amaçlanmış ve Şekil 2.8’de görüldüğü gibi diğer kısımlara göre kesiti azaltılmıştır (ASTM 2002; DIN 1982b).



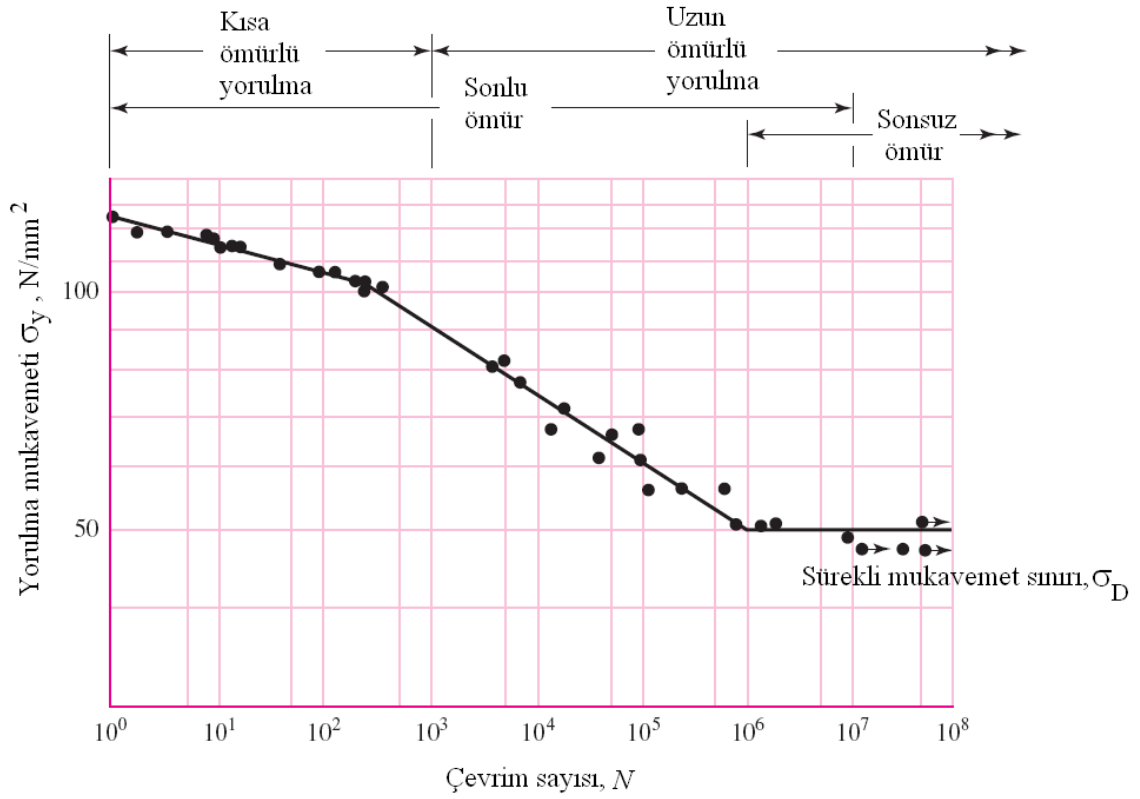
Şekil 2.8. Yorulma deneyi test numunesi bölümleri (ASTM 2002; DIN 1982b).

Bu bölge üzerinde çentik etkisi oluşturacak çiziklerin olmaması gerekmektedir (DIN 1982b; ASTM 2002). Numune üzerinde olabilecek çentikler gerilme yığılmalarına yol açıp, oluşturulmak istenen gerilmenin farklı noktalarda oluşmasına sebep olur. Bu nedenle numuneler üzerinde çentik etkisi yaratacak çizikler istenmez. Bu çizikleri ortadan kaldırmak için numuneler kesitlerine uygun olarak yüzeyleri parlatılır. Parlatma işlemi genellikle numune eksenine boyunca olacak şekilde yapılır ve parlatma işlemi sırasında yüzeyde artık gerilmelerin oluşturulmamasına dikkat edilir.

Wöhler Yorulma Diyagramı

Wöhler tarafından, 1866’da yapılan deneylerle zaman mukavemeti ve sürekli mukavemet konusunda ilk sonuçlar alınmıştır. Bu nedenle gerilme genliği ve yük tekrar

sayısı arasındaki bağıntıyı veren deney sonuçlarını gösteren Şekil 2.9'de belirtilen eğrilere Wöhler Eğrisi denilmiştir.



Şekil 2.9. Wöhler Eğrisi (ASTM 2004a, 2004b)

2.7. Nitrürlemenin Yorulma Özelliklerine Etkisi

Diğer yüzey sertleştirme işlemlerinde olduğu gibi nitrürleme işlemi sonrasında da yüzey ve yüzeye yakın bölgelerin dayanımı artmakta, kabuk bölgesinde bası artık gerilmeleri oluşmakta ve böylece yüzeyde dislokasyon hareketlerinin engellenmesi ve etkin gerilmenin azalması sonucunda parçanın yorulma dayanımı önemli oranda artmaktadır (Dieter 1988).

Nitrürleme ile yorulma dayanımındaki artış kullanılan çelik türü ile yakından ilişkilidir. Alaşımsız çeliklerde nitrürleme ile yorulma dayanımında artış %100'e kadar ulaşırken, alaşımlı çeliklerde ise artış %50 mertebelerine ancak ulaşmaktadır. Benzer bulgulara,

sıvı nitrürlenmiş ve farklı elementlerle alaşımlandırılmış çeliklerde de rastlanmıştır. Düşük karbonlu çeliklerin sıvı nitrüleme ile yorulma dayanımlarında %80-100 mertebelerinde artışlar gözlenmiş, orta karbonlu çeliklerde bu artışın %60-80, paslanmaz çeliklerde ise %25-35 mertebelerinde olduğu görülmüştür (Heat treating 1991).

İyon nitrürlenmiş parçaların yorulma dayanımındaki artışın, klasik yöntemlerle nitrürlenmiş parçalara göre %40'a kadar yüksek olduğu ifade edilmektedir.

Yüzeyi nitrürlenerek sertleştirilmiş bir parçada, parçanın yorulma dayanımına birden fazla değişken etkilemektedir. Bunlar kabuk kalınlığı, yüzeydeki basma artık gerilmesi seviyesi, yüzey ve çekirdek sertliği şeklinde sayılabilir (Heat treating 1991).

2.7.1. Kabuk kalınlığı

Nitrüleme sonrası yayınma bölgesinden başka yüzeyde beyaz tabakanın oluşması, özellikle yorulma dayanımının gözetildiği uygulamalarda istenmemekte veya çok sınırlı düzeyde bulunması kabul edilmektedir (Heat treating 1991). Dolayısıyla burada kabuk kalınlığından söz edilirken sadece yayınma tabakasının kalınlığı dikkate alınmaktadır. Yüzeyi nitrürlenerek sertleştirilen bir çok malzemede kabuk kalınlığı ile parçanın yorulma dayanımının arttığı gözlenmiştir (Bell and Loh 1982). Ancak yorulma dayanımını etkileyen bir çok değişkenin bulunması ve bunların birbirlerini etkilemesi nedeniyle, kabuk kalınlığı değerindeki artış aynı şekilde yorulma davranışına yansımayaabilmektedir. Kabuk kalınlığının işlem süresiyle orantılı olduğu göz önünde bulundurulursa, uzun süreli sertleştirme işlemlerinin beraberinde doğuracağı etkiler(yüzey sertliğinde düşme, iç yapıda değişiklik, artık gerilmede değişme, çekirdeğin aşırı temperlenmesivs), bir optimum işlem süresini dolayısıyla optimum bir kabuk kalınlığının tanımlanmasını gerektirmektedir. Bir malzeme için en yüksek yorulma dayanımını veren kabuk kalınlığı, parçanın kalınlığı ve şekliyle değişmektedir (Bell and Loh 1982).

Islah şartlarındaki parçalarda yorulma çatlağı genellikle yüzeyden başlarken nitrülenmiş parçalarda çatlak kabuk altından başlamaktadır. Yorulma çatlağının düz parçalarda yüzeyden başlayamaması, yüzey pürüzlülüğü ve uygulanan gerilmenin büyüklüğü ile de yakından ilişkilidir (Source Book On Nitriding 1977).

2.7.2. Artık gerilme

Nitrüleme sonrasında, kabuğun genişlemek istemesine rağmen çekirdek tarafından engellenmiş olması kabukta artık basma gerilmesi oluşumuna yol açmakta ve kuvvet dengesi gereği, çekirdekte çekme türünde bir artık gerilme meydana gelmektedir. Burada kabuğun makro düzeyde şekil değiştirmesi ve bunun çekirdek tarafından engellenmesi söz konusudur. Mikro şekil değişimi ise sadece sertlikte artışa neden olmaktadır. Yüzeydeki basma artık gerilmesinin değiştirdiği etkin olan net gerilme çatlak oluşumu ve ilerlemesini engellemektedir. Ancak çok uzun süreli nitrüleme şartlarında yüzeyde basma yerine çekme artık gerilmesinin bile gelişmesi söz konusudur (Mittewjer *et al.* 1980; Mittemeijer 1983). Mikro şekil değişiminin azalması sertlikte düşmeye neden olduğundan çentikli döner eğmeye zorlanan deney parçalarıyla yapılan yorulma deneyleri sonucunda, belirli bir nitrüleme süresine dek yorulma dayanımının arttığı, daha sonra ise dayanımın düştüğü görülmüştür. Bu gözlemler sonunda; i) yorulma dayanımının en büyük değerini belirli bir nitrüleme süresinde aldığı, dolayısıyla bir optimum nitrüleme süresinin söz konusu olduğu, ii) nitrüleme ile yorulma dayanımı arasında kurulacak olan bir modelin hem artık gerilmeleri, hem de sertlikte değişmeyi yansıtan mikro gerilmeleri (veya mikro şekil değiştirme) içermesi gerektiği ortaya çıkmaktadır (Mittemeijer 1983).

Bilindiği gibi nitrüleme işleminde yüzeyden içeriye doğru azot yoğunluğu azalarak değişmektedir. Artan nitrüleme süresiyle hem içeride hem de yüzeyde azot yoğunluğu farklılık göstermektedir. 2 mm kalınlığındaki demir numunenin 560°C’de 8 saate kadar farklı sürelerde nitrülenmesi sonrasında yüzeyindeki artık gerilme değerleri ölçülmüş ve bu işlemler sonunda 4 saatlik sürede nitrülenen parçanın yüzeyinde en büyük basma gerilmesinin olduğu saptanmıştır. Bölüm 2.8.3.a’da değinilen işlem süresi-şekil

değiştirme ilişkisi, artık gerilme açısından incelenecek olursa, nitrürleme süresinin aşırı uzun olması durumunda sadece mikro-şekil değiştirmeler azalarak sertlikte düşme değil, aynı zamanda makro-şekil değişimlerinin de azalması sonucu yüzeye ve yüzeye yakın kısımlarda oluşan basma artık gerilmesi değerinin de düştüğü ve hatta çekme gerilmesine dönüşebildiği görülmektedir. Eğer parçanın yorulma davranışı artık gerilme tarafından baskın olarak belirleniyorsa, nitrürleme süresinin kısa tutulması önerilmektedir (Mittemeijer 1983).

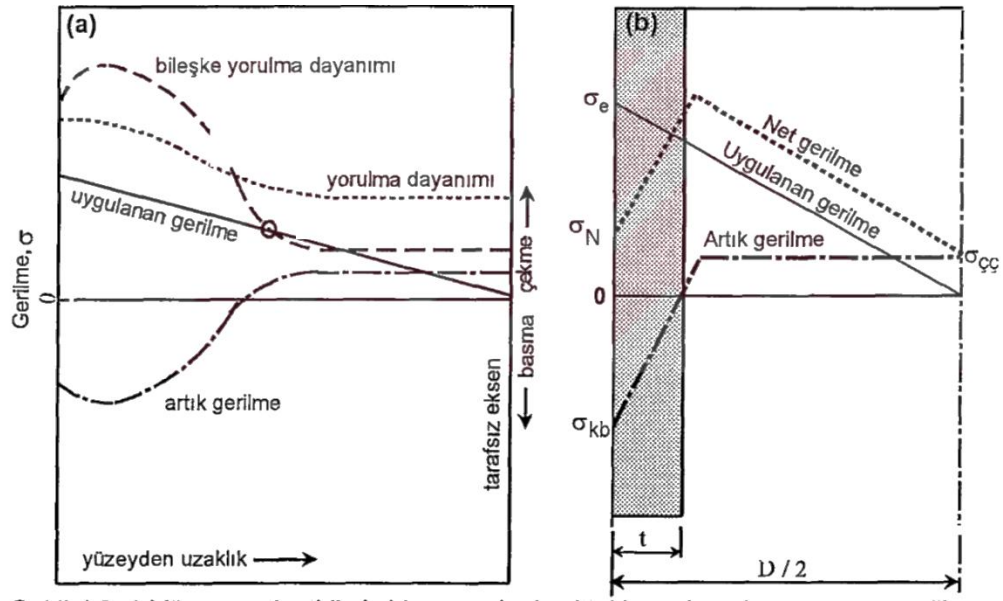
Kabukta oluşan basma artık gerilmesi çekirdekteki çekme artık gerilmesi, kabuk alanı ve çekirdek alanı arasında kuvvet dengesi basit olarak ifade edilebilir ve bu ilişki tüm yüzey sertleştirme işlemleri için geçerli sayılabilir. Çevrimsel yükler altında artık gerilme değerinde azalmanın olası gevşeme neticesinde oluşup oluşmayacağı uygulanan gerilmenin büyüklüğüne bağlı olmakla birlikte gerilmedeki düşmenin ihmal edilebilecek düzeyde olduğu iddia edilmektedir (Mittemeijer 1983).

2.7.3. Çekirdek sertliği

Sadece ıslah işlemine tabi tutulan çelik parçanın yüzeyindeki eğme gerilmesi malzemenin yorulma dayanımını aşmadığı sürece yorulma hasarı oluşmayacaktır.

Nitrürlenmiş düz parçalarda ise yorulma hasarı yüzey (kabuk) altından başlamaktadır. kabuk kalınlığının boyutsuz bir parametere ile tanımlandığı parçanın kabuk-çekirdek ara bölgesindeki gerilmenin göz önüne alınmasının nedeni, nitrürlenmiş düz ve yüzeyi yeterince parlatılmış parçalarda gerilmenin en büyük değerini kabuk-çekirdek ara yüzeyinde almış olmasıdır. Nitrürleme sonrasında kabukta basma türünde, çekirdekte ise çekme türünde oluşan artık gerilme profiline, yüzeyden tarafsız eksene doğru doğrusal bir şekilde azalan eğme gerilmesi eklendiğinde elde edilecek olan net gerilme profili şematik olarak Şekil 2.10'da verilmiştir. Burada net gerilmenin kabuk-çekirdek ara bölgesinde en büyük değerini aldığı dikkati çekmektedir. Bell ve Loh, iyon nitrürlenmiş, çekmeye zorlanan bir parçada, yorulma dayanımını boyutsuz şekilde tanımlanan kabuk kalınlığına bağlı olarak ifade ederken, artık gerilmenin

kabuğun yüzeyinden çekirdeğe doğru doğrusal olarak azaldığı var sayımıyla Şekil 2.10(b)'de şematik olarak verilen gerilme dağılımını öngörmüşlerdir (Bell and Loh 1982).



Şekil 2.10. a) Yüzey sertleştirilmiş bir parçada, kesitteki yorulma dayanımının sertlik ve artık gerilmeye bağlı olarak değişimi (S 1993) b) kesit içerisinde sadece gerilme durumunu göz önüne alan basitleştirilmiş yaklaşım (Bell and Loh 1982)

2.7.3. Katışkılarının etkisi

Çeliğin içerdiği katkı miktarı ve boyutu yorulma çatlak başlangıcında önemli rol oynamaktadır

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

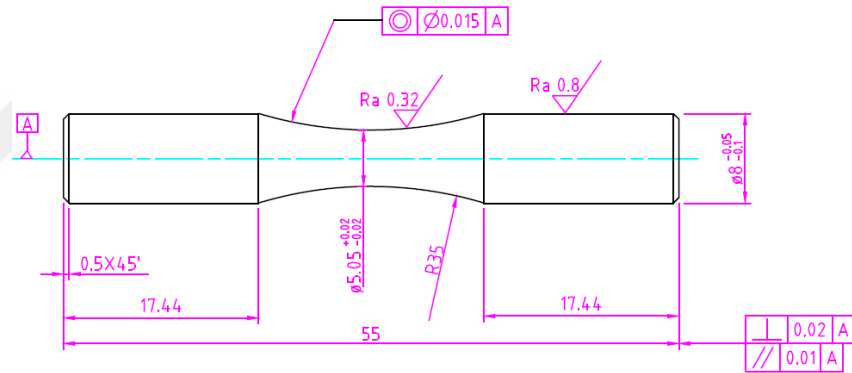
Plazma nitrürleme için gerekli örnekler ticari Ni-Cr-Mo düşük alaşımlı AISI 4340 çelikten hazırlanmıştır. Tablo 3.1'de verilen AISI 4340 çeliğinin kimyasal bileşimi (%Ağırlık); bir SPECTRO M8-Germany (Şekil 3.1) analizörü kullanılarak optik emisyon spektrometresi analizi ile elde edilmiştir. 15 mm yüksekliğinde ve 8 mm çapındaki yorulma numuneleri (Şekil 3.2) ekstrüzyonlu yuvarlak çubuktan talaşlı imalat ile üretilmiş ve 850°C'de 30 dakika östenitleme ve ardından havada soğutma ile normalleştirme ısı işlemine tabi tutulmuştur. Normalleştirmeden sonra numuneleri sertliği 280±10 HV olarak ölçülmüştür. Numuneler sırası ile 600, 800, 1000 ve 1200 mesh SiC zımparalar ile kaba parlatmaya tabi tutulmuştur. Numunelerin yüzeyi zımparalandıktan sonra 1 µm elmas süspansiyonu ile parlatılmıştır. Bu işlemde sonra numunelerin yüzey pürüzlülüğü (Ra) 0,4 µm olarak ölçülmüştür. Numuneler daha sonra (%30NH₃+%3HF) çözeltisinde 1 dakika dağlanmış ve etil alkolle temizlendikten sonra kurutulmuştur. Bu numuneler 70°C'deki alkali solüsyonda ultrasonik olarak işlem görüp, önce sıcak sonra soğuk saf su ile yıkanıp, tekrar alkolle kurutulmuştur.

Çizelge 3.1. AISI 4340 nitrasyon çeliğinin kimyasal bileşimi (%ağırlık)

C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	S	P	Al	Cu	Fe
0.373	1.570	1.700	0.219	0.660	0.243	0.007	0.014	0.012	0.067	Bal.



Şekil 3.1. Kimyasal bileşim optik emisyon spektrometresi analizörü



Şekil 3.2. Numunenin çizimi

Farklı işlem süreleri ve sıcaklıklarda işlem gören numunelerin bir biri ile karışmaması için numuneler Şekil 3.3'te gösterilen şekilde kodlanmıştır.



Şekil 3.3. Numunelerin kodları

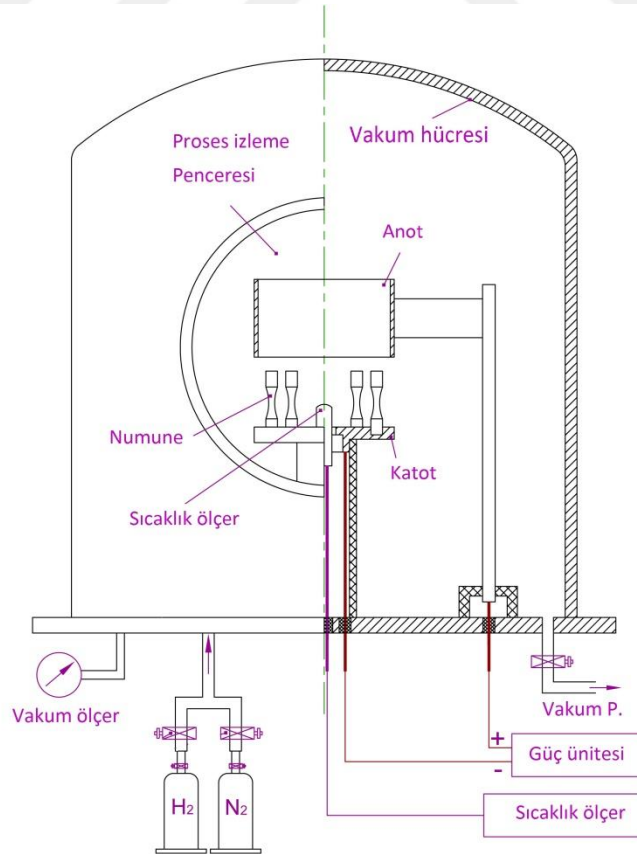
3.2. Plazma ile Nitrürleme

Plazma ile nitrürleme işlemi Atatürk Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünde bulunan ve Şekil 3.4 ve 3.5’de sırası ile fotoğrafı ve şeması gösterilen iyon nitrürleme deney sisteminde yapılmıştır. Proses sıcaklığı, katot yüzeyindeki numunelerin yanına yerleştirilen numune tutma plakasına doğrudan monte edilmiş bir K-tipi Ni-Cr-Ni termokupl kullanılarak ölçülmüş ve izlenmiştir. Reaktör sıcaklığı $\pm 5^{\circ}\text{C}$ aralığında kontrol edildi. Nitrürleme sisteminin detaylı açıklamaları başka çalışmalarda da verilmiştir (Çelik ve Karadeniz 1995; Alsaran ve Çelik 2001).

Nitrürleme işleminden önce, reaktör 0.03 mbar’lık bir basınca indirildi. Nitrasyon, $5 \pm 0,2$ sabit çalışma basıncı altında %50 N_2 -50% H_2 gaz karışımı içinde, boşalma akımı, darbe frekansı ve görev döngüsünün hassas bir şekilde ayarlanmasıyla, plazma üretimi için doğru akım (DC) darbeleri besleme ünitesi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Nitrasyon odasına yüklenmeden önce, numuneler etanol içindeki ultrasonik bir banyoda temizlendi. Plazma nitrürleme öncesinde, numune yüzeyindeki oksit tabakalarını çıkarmak için 20 dakika boyunca 480°C ’de hidrojen gazı kullanılarak bir püskürtme temizleme işlemi gerçekleştirildi. Plazma nitrürlemeden sonra oksitlenmeyi önlemek için numuneler vakum odası içinde 250°C ’nin altında soğumaya bırakılır.



Şekil 3.4. Plazma nitrürleme cihazı



Şekil 3.5. Plazma nitrürleme cihazının şematik resmi

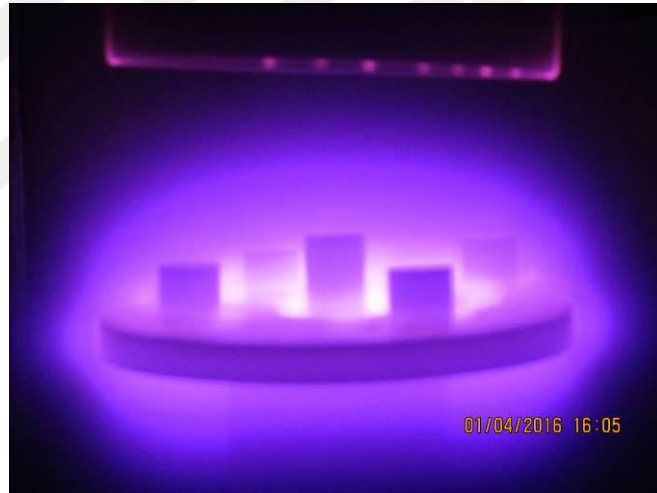
Plazma ile nitrürleme işlemi aşağıdaki adımlarla gerçekleştirilir:

- 8 mm çaplı numuneler 55 mm yüksekliğinde Şekil 3.3'te gösterilen DIN 50113 standartına göre (DIN, 1982a) üretilir ve sırasıyla 80-1200 numaralı zımparalarla parlatıldıktan sonra sırasıyla 5 ve 3 μm 'lik alümina tozları ile parlatma işlemine tabii tutulur.
- Numuneler hazır hale getirildikten sonra etil alkol ile temizlenir ve daha sonra numuneler Şekil 2.4'de görüldüğü gibi tutucuya yerleştirilir ve vakum 3.10^{-2} mbar'a düşürülür.
- İyon nitrürleme işlemine başlamadan önce hazırlanan numuneler üzerinde bulunabilecek kirlilikleri gidermek için, 375 V gerilim altında, 20 dakika süre ile ortama H_2 gazı gönderilerek saçılma işlemine maruz bırakılır.
- H_2 gazı ortama verildikten sonra tekrardan vakuma alınır.
- Vakum ortamına %50 H_2 ve %50 N_2 gazları gönderilerek işleme devam edilir.
- Vakum odasının basıncı 500 Pa'a sabitlenir..
- Elektriksel boşalma güç kaynağı açılır..
- Numunelerin sıcaklığı önceden belirlenen değerlerde sabitlenir (bu sabitlemede ± 5 sıcaklık farkı olabilir).
- Belirlenen sıcaklığa ulaşıldığı anda deney süresi başlatılır.
- Deneyler belirlenen sürede işleme tabii tutuktan sonra enerji kaynağı kesilir fakat vakum ortamı, sıcaklık oda sıcaklığına ulaşana kadar devam ettirilir.

Çizelge 3.2'de verilen şartlarda nitrürleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Nitrürleme işlemi 470 °C, 520 °C ve 570 °C olmak üzere 3 farklı sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.6, Şekil 3.7 ve 3.8'de nitrürleme işlemine ait numune görüntüleri verilmiştir. Nitürleme işlemi gerçekleştirilirken her seferde 8 adet numune için işlem yapılmıştır.



Şekil 3.6. Yorulma numunelerinin nitrülenmesi esnasında alınan örnek görüntüler



Şekil 3.7. Standart numunelerin nitrülenmesi esnasında alınan örnek görüntüler



Şekil 3.8. Numune tutucusu ve cihazda yerleşimi

Çizelge 3.2. Plazma nitrüleme şartları

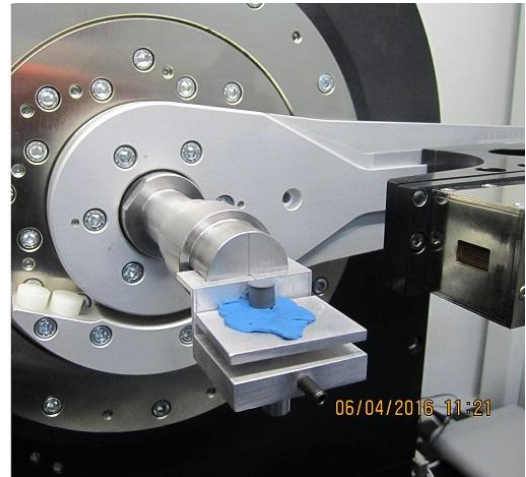
Cod	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Sıcaklık (°C)	united	470	470	470	520	520	520	570	570	570
Zaman (h)		1	4	8	1	4	8	1	4	8

3.3. XRD, SEM ve Optik Mikroskop Çalışmaları

Plazma ile nitrüleme işlemi yapılmış numunelerin faz analizleri Erzurum Teknik Üniversitesi (ETÜ) bünyesinde bulunan XRD-GNR cihazı kullanılarak belirlenmiştir (Şekil 3.9). Elde edilen sonuçlar Toz Kırınımından Faz Tanımlaması, MACH- Version 2.1 yazılımı kullanarak pik listeleri ile karşılaştırılmış ve oluşan fazların kimyasal kompozisyonları tespit edilmiştir. İşlemsiz ve plazma nitrülenmiş numunelerinin faz bileşimi, 20°-110° 2θ aralığında 30 KV ve 30 mA'da çalıştırılan bir Co Ka radyasyonu ($\lambda = 0.17890\text{nm}$) kullanılarak incelenmiştir.

Şekil 3.10'da verilen FEI QUANTA-FEG250 taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Şekil 3.11'de verilen Olympus PMG3 optik mikroskobu (OM) kullanılarak numunelerin mikro yapısı incelenmiştir. OM ve SEM gözlemleri için, örnekler dikkatli bir şekilde

kesilmiş ve akrilik reçineye monte edilmiştir (Şekil 3.12). Mikroskobik incelemeler için numuneler öncelikle kabadan inceye doğru zımpara kâğıdı ile zımparalanmış ve sonrasında 1 ile 3 μm elmas süspansiyonları kullanılarak parlatılmıştır. Son olarak, parlatılmış numuneler metalografik çalışmalar için nital reaktifle (etanolde yüzde 3.5 nitrik asit) dağlanmıştır.



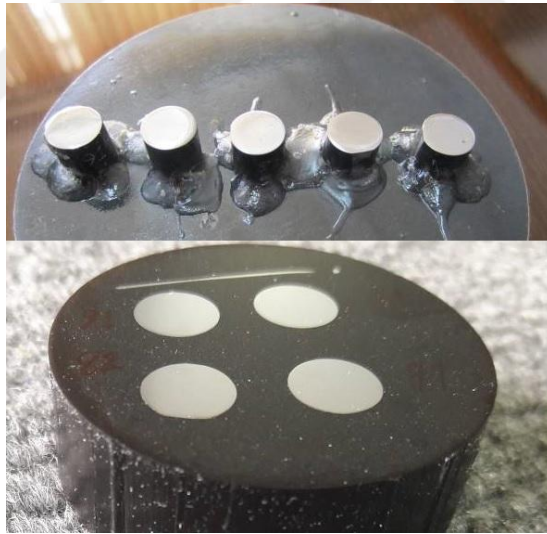
Şekil 3.9. X-Işını kırınım ölçer



Şekil 3.10. SEM cihazı



Şekil 3.11. Optik Mikroskop



Şekil 3.12. Bakalite alma

3.4. Mikrosertlik Ölçümleri

Plazma ile nitrüleme işleminden sonra, 8 mm çapındaki ve 4 mm yüksekliğindeki numuneler bakalite alınmış ve yüzeyleri 150-1200 numaralı SiC zımparalardan geçirildikten sonra $1\mu\text{m}$ ve $0,05\mu\text{m}$ 'lik alümina pasta ile parlatılmıştır. Şekil 3.13'te gösterilen Bruker-UMT ve SHIMADZU mikro sertlik cihazı ile numunelerin en dış

kısımından ölçümlere başlanmak üzere numunelerin merkezine doğru belirli mesafelerden ölçümler alınmıştır. Yüzeye yakın ölçülen ilk sertlik değeri yüzey sertliği olarak kabul edilirken, merkeze doğru taban malzeme sertliğine ulaşılan kadar gidilen mesafe difüzyon derinliği olarak kaydedilmiştir. Difüzyon tabakasının kalınlığı, ASTM E 384 standardına göre yüzey sertliğinden çekirdek sertliğinden yaklaşık 50 HV daha yüksek olan noktaya kadar olan mesafe olarak ölçülerek kesitsel mikro-sertlik profillerinden belirlenmiştir (ASTM). Her numune için yüzey ve kesit sertliği ölçümleri, 50 gr yük altında bir Vickers uç (indenter) ile ve 10 s yükleme süresi kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 3.13. Mikrosertlik ve sertlik cihazı

3.5. Artık Gerilme Ölçümleri

Nitrüleme sonrası parça yüzeyinde oluşan artık gerilmenin ölçülmesi amacıyla 8 mm çapında ve 10 mm boyutunda olan nitrürlenmiş numuneler kullanılmıştır. Artık gerilmeler XRD- GNR cihazı ile $g\text{-sin}^2\psi$ yöntemi ile ölçülmüştür.

Genel olarak $\text{sin}^2\psi$ yöntemi hasarsız artık gerilme yöntemlerinden biridir. Kaplamaların, ince filmlerin ve yüzey işlemleri gerçekleştirilmiş numunelerin gerilme durumu genellikle geleneksel $\text{sin}^2\psi$ yöntemiyle belirlenemez. Çünkü

penetrasyon derinliği ölçüm sırasında değişiklik gösterir (ψ fonksiyon olarak). Gerçekte gerilme gradyanları genellikle bu tür malzemelerde bulunur (aslında yüzlerce MPa/ μm). Bu nedenle, anlamlı sonuçlara ulaşmak için neredeyse sabit bir ışın derinliği gerekir (Skrzypek & Baczmański). Bu sebeple $g\text{-sin}^2\psi$ yöntemi kullanmıştır.

3.5.1 $g\text{-sin}^2\psi$ artık gerilme analizi

$G\text{-sin}^2\psi$ (grazing $\text{sin}^2\psi$) yöntemi, aynı faza ait farklı hkl'lerin sabit bir incidence açısında toplanmasıyla gerçekleştirilir. Bu nedenle her tepe noktasında farklı ψ var.

Prensip olarak X-Ray elastik sabitleri S_1 ve S_2 hkl'ye bağlıdır. Bu yüzden biaxial stres analizi için gerilme-gerilme denklemi şöyledir (GNR, 2015):

$$\begin{aligned} \varepsilon &= \frac{\Delta u}{L_0} = \frac{L-L_0}{L_0} \quad \text{Strain} \longrightarrow \quad \varepsilon_{ij}: 2^{\text{nd}} \text{ rank tensor} \\ \sigma &= \frac{F}{A} \quad \text{Stress} \longrightarrow \quad \sigma_{kl}: 2^{\text{nd}} \text{ rank tensor} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \frac{d^{hkl} - d_0^{hkl}}{d_0^{hkl}} &= (\varepsilon_{33}^{hkl})_{\phi\varphi} = \frac{1+v_{hkl}}{E_{hkl}} (\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi) \sin^2\varphi - \frac{v_{hkl}}{E_{hkl}} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \\ &= \frac{1}{2} S_2^{hkl} (\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi) \sin^2\varphi + S_1^{hkl} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \end{aligned}$$

$$S_1^{hkl} = -\frac{v_{hkl}}{E_{hkl}} \quad S_2^{hkl} = 2 \frac{1+v_{hkl}}{E_{hkl}}$$

$$\begin{aligned} \frac{(\varepsilon_{33}^{hkl})_{\phi\varphi}}{S_1^{hkl}} &= \frac{1}{2S_1^{hkl}} S_2^{hkl} (\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi) \sin^2\varphi + (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \\ &= g(\varphi, hkl) (\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi) + (c + \sigma_{22}) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \frac{(\varepsilon_{33}^{hkl})_{\phi\varphi}}{S_1^{hkl}} &= \frac{1}{2S_1^{hkl}} S_2^{hkl} (\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi) \sin^2\varphi + (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \\ &= \underbrace{g(\varphi, hkl)}_y \underbrace{(\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi)}_x \underbrace{\sin^2\varphi}_b + \underbrace{(\sigma_{11} + \sigma_{22})}_a \end{aligned}$$

$$b(\varphi = 0) = b_0 \quad \sigma_{11} = b_0$$

$$b(\phi = \frac{\pi}{4}) = b\pi/4 \quad \sigma_{22} = b\pi/2$$

$$b(\phi = \frac{\pi}{2}) = b\pi/2 \quad \sigma_{12} = b\pi/4 - \frac{1}{2}(b_0 + b\pi/4)$$

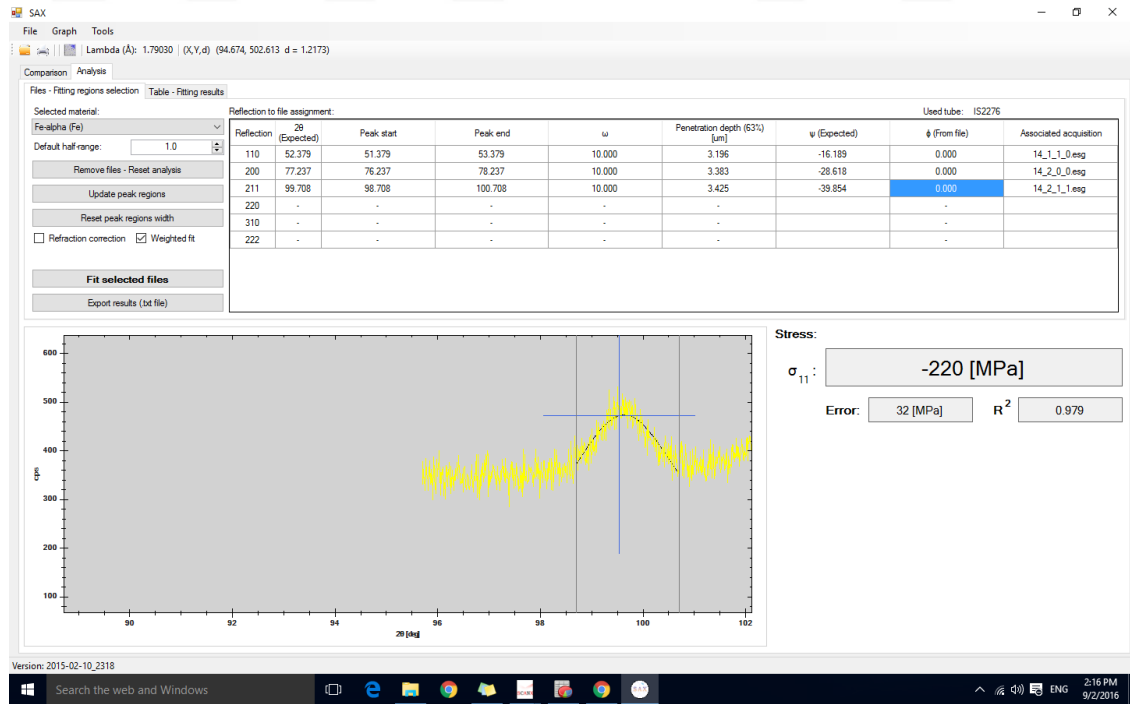
Bu 3 farklı ϕ değerindeki farklı tepe noktaları için S_1^{hkl} ile $g(\psi, hkl)$ 'e bölünen gerilme değerlerini çizerek, sırayla tespit etmek mümkün olmalıdır:

- σ_{11} Eğimden b_0 değeri;

- σ_{22} Eğimden $b\pi/2$ değeri;

- σ_{12} $\phi=0, \pi/4, \pi/2$. E.g.'deki lineer eğim kombinasyonundan değer

Nitrülenmiş ve nitrülenmemiş numunelerin XRD sonuçlarındaki α demirin piklerinin değişimi incelenerek artık gerilme değeri ölçülmüştür.. S_1^{hkl} , S_2^{hkl} ve v^{hkl} elastik sabitlerini α demirinin sabitleri ile beraber tutarak artık gerilme ölçüm işlemleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.14. Artık gerilme ölçümleri için kullanılan yazılım



Şekil 3.15. X-Ray cihazı ile $g\text{-sin}^2\psi$ yöntemi kullanılarak artık gerilme ölçümü

3.6. Yorulma Deneyleri

Yorulma deneyleri, İran’da yer alan Sahand Üniversitesinin Malzeme Mühendisliği Bölümündeki Şekil 3.16’da gösterilen “Roell Amsler UBM200” ($N=2400$ rpm, $R= -1$) döner eğme yorulma cihazı ile hava sıcaklığında yapılmıştır. Nitrürlenmiş parçaların yorulma deneyine geçilmeden önce ıslah şartlarındaki deney parçalarına uygulanan yüzey hazırlama işlemlerinin aynısı uygulanmış böylece tüm yorulma deney parçaların yüzey kalitesinin bir olması sağlanmıştır.

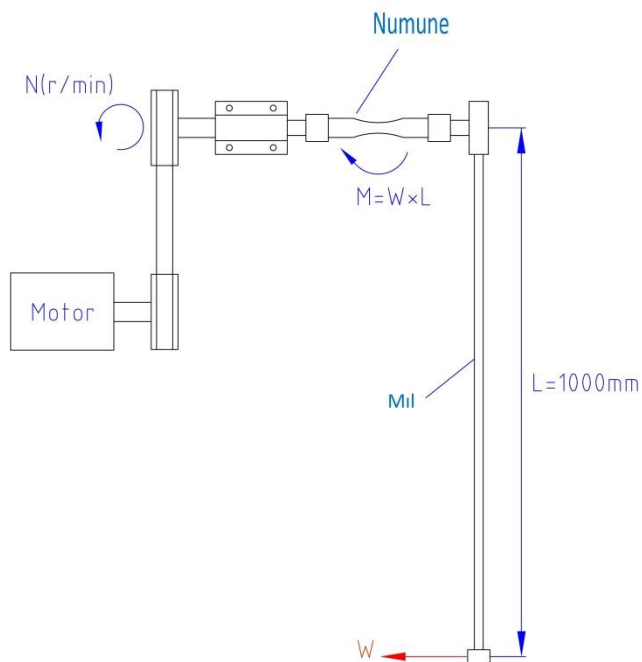
Yorulma deneyleri sırasında en küçük çapı 4 mm olan deney parçasına, uzaklığı (moment kolu) 1000 mm olan yükleme noktasından ağırlık asılarak parça eğilmesi uygulanan yüke bağlı olarak kısaca aşağıdaki gibi yazılabilir.

$$\sigma(N/mm^2) = \frac{G * 9.81 * 1000 * 32}{d^3 * \pi}$$

Bu eşitlikte G yükün ağırlığı (kg) ve σ eğme gerilmesini (MPa) ifade etmektedir. Tüm numunelerin tek tek çapı ölçülmüştür ve uygulanan yük miktarı ile çap değerleri eşitlikte yerine koyulmuştur.

Numuneler merkezi bir gerilme ye maruz kalmaktadır. Bu gerilme küçük olduğundan dolayı (%0.2 eğme gerilme) ihmal edilmiştir.

Yorulma etkisinden kırılan numuneler incelenmiştir ve S-N eğrisi çizilmiştir. Her bir şartın eğrisini çizmek için en az 7 adet numune kullanmıştır.

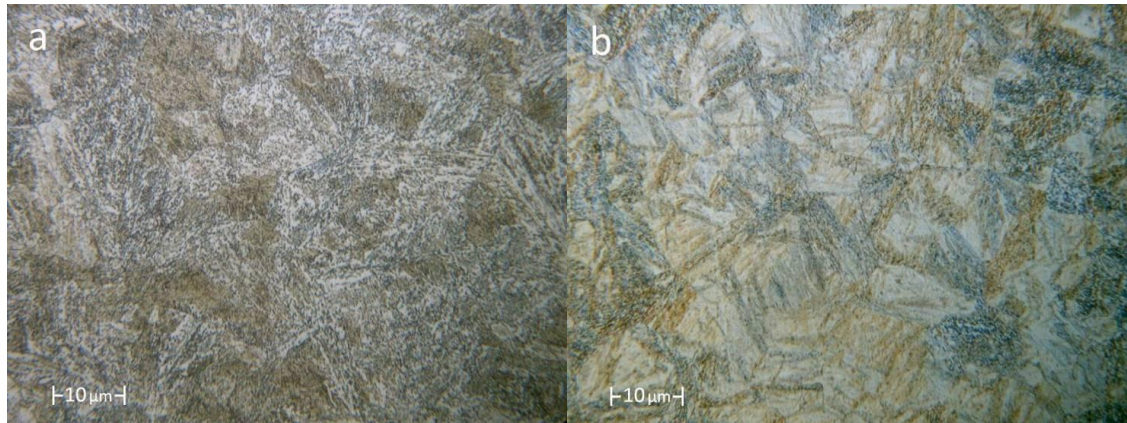


Şekil 3.16. Yorulma cihazı

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1. İç Yapı ve Yüzey Analizleri

Plazma nitrüleme işleminin malzemenin mikroyapısal özellikleri üzerindeki etkilerini göstermek için optik mikroskopu ile numuneler incelenmiş ve elde edilen görüntüler Şekil 4.1’de verilmiştir. Şekil 4.1.a’da normalize edilmiş numunenin tipik optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Şekil 4.1.b’de ise 8 saat süre ile 570°C’de nitrülenmiş numunenin görüntüleri verilmiştir. Normalize edilmiş numunenin mikro yapısı, nitrülemeden sonra ferrit ve kaba perlite dönüşen üst beynit ve perlit iken 570°C’de 8 saat boyunca nitrülenmiş numunede ise (Şekil 4.1.b) bazı ferrit tane sınırları gözlenmiştir. İlk bainit plakalardan eksantrik tahılların oluşumunu gösterir. Beynit temperleme ile ilgili mikroyapısal değişimler mikroyapısaldır. kalınlaştırılması, eksantrik ferrit taneciklerinin oluşumu, karbür kalınlaştırılması ve geri kazanılması çukuk altyapısı (Bhadeshia 2015). Bu nedenle, gözlenen mikro yapı değişiklikleri olabilir. bainit temperleme ile ilişkilendirildi. Bainit dönüşüm sıcaklığı daha yüksek olduğundan martenzitten daha fazla, oto-temperleme, bainit oluşumu sırasında meydana gelir; dolayısıyla bainit sertliği ilave temperlemeye daha az duyarlıdır (Bhadeshia 2015).

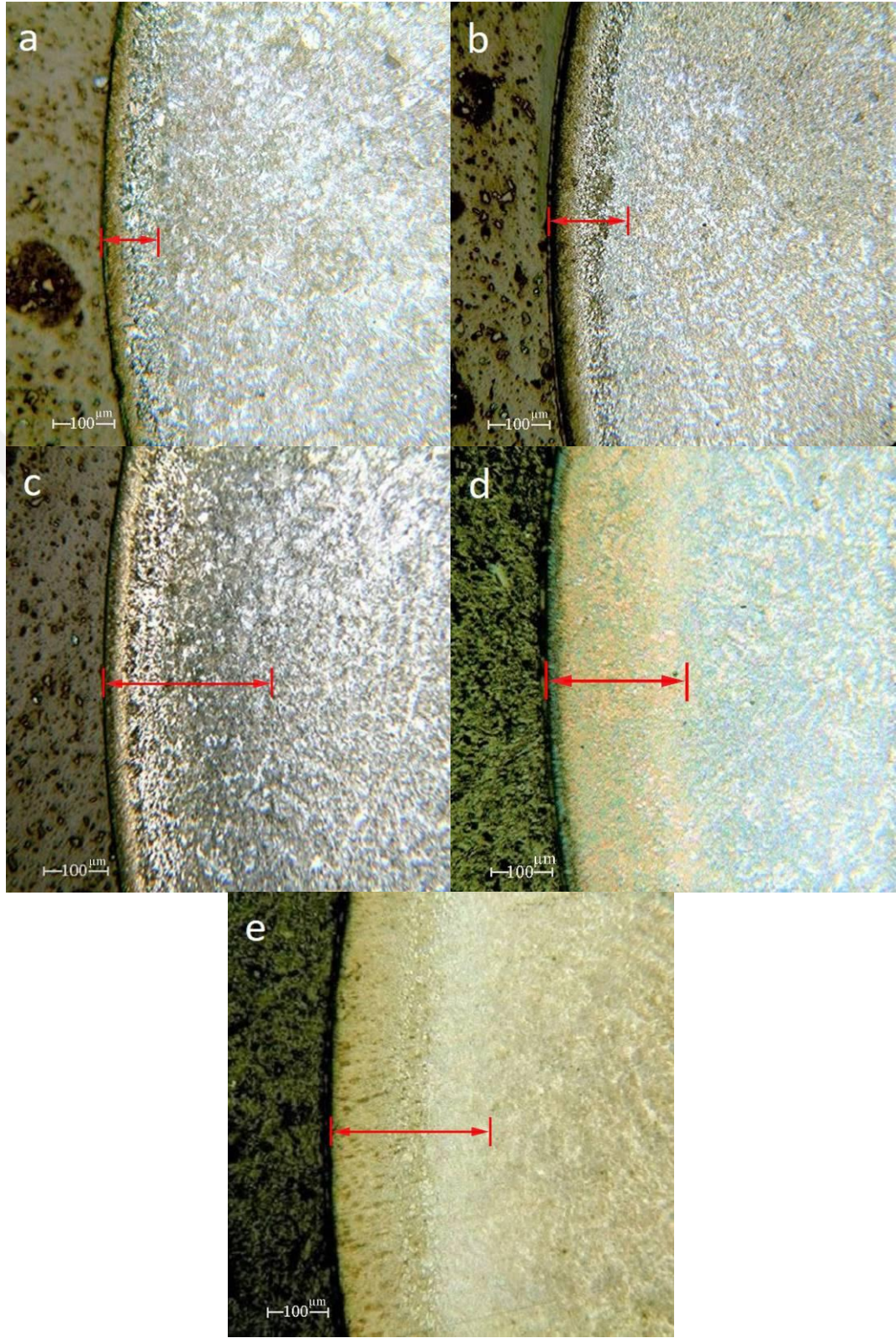


Şekil 4.1. Numunelerin mikroyapıları

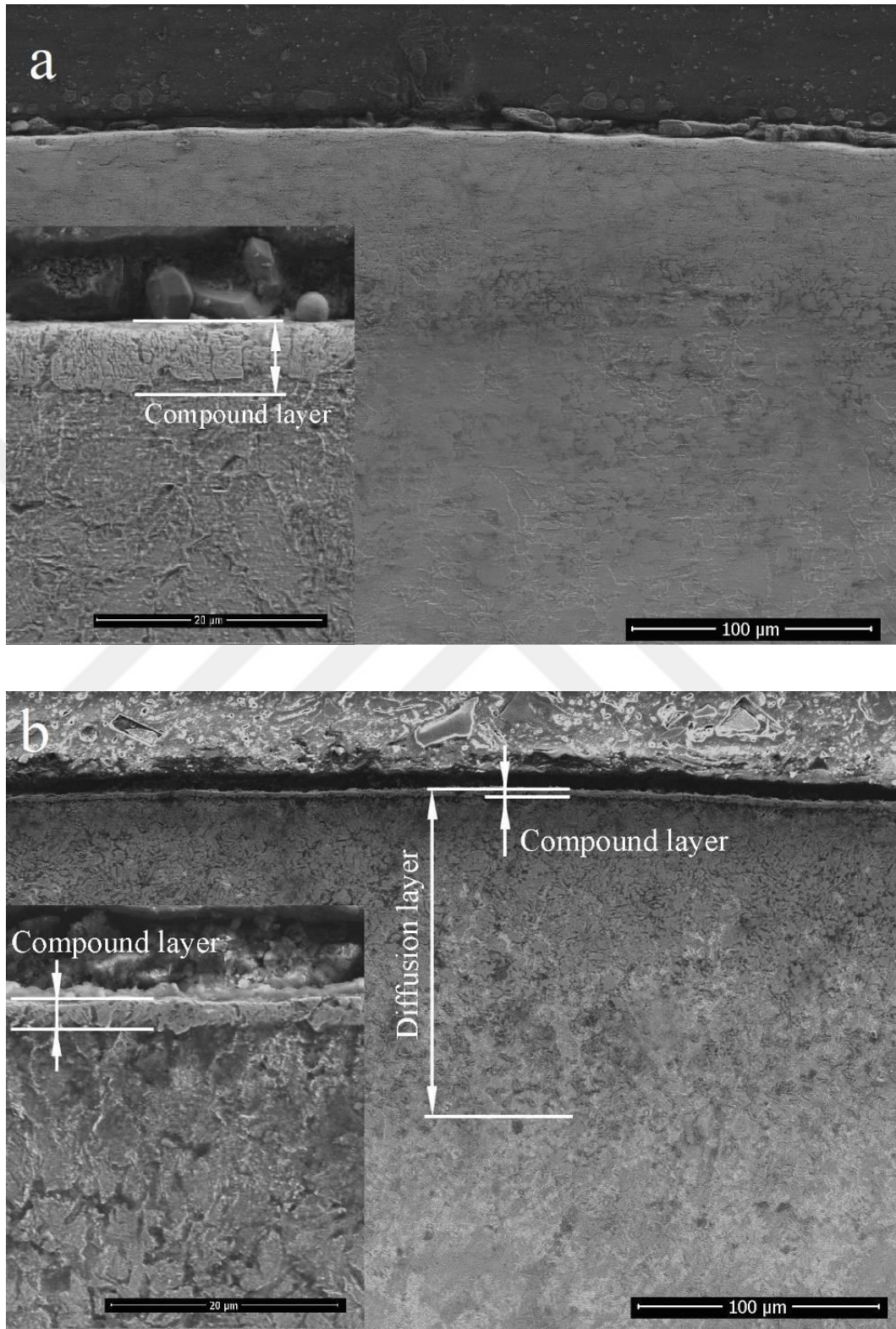
(a) Normalize edilmiş işlemsiz numune ve (b) 570°C’de 8 saat nitrülenmiş numune

Şekil 4.2’de 470°C (1, 4 ve 8 saat), 520°C (8 saat) ve 570°C (8 saat)’de nitrürleme işlemi yapılmış numunelerin enine kesitleri boyunca alınan optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Nitrür tabakası ince bir bileşik (beyaz) ve kalın bir difüzyon tabakasından (diffusion layer) oluşmaktadır. Bileşik tabakalar, numune kenarlarında kolayca kırılğan oldukları için optik mikroskobu ile kolayca görülemez. Bileşik tabakasının (compound layer) daha iyi bir şekilde gözlemlenmesi ve kalınlığının ölçülmesi için SEM kullanılmıştır. Şekil 4.3’te maksimum ve minimum bileşik tabaka kalınlıklarına karşılık gelen, 470°C 8 saat ve 570°C 1 saat nitrürlenmiş numuneler için bileşik tabakaların tipik enine kesit SEM görüntüsünü gösterilmiştir.

Şekil 4.4a ve Şekil 4.4b farklı nitrürleme sıcaklıkları için işlem süresinin bir fonksiyonu olarak sırasıyla bileşik ve difüzyon tabakası kalınlığının varyasyonlarını göstermektedir. Bileşik tabaka kalınlıkları için Şekil 4.4a’da verilen veriler SEM enine kesit görüntülerinden kantitatif olarak belirlenmiştir ve difüzyon tabakası kalınlıkları için Şekil 4.1b’deki veriler enine kesitsel mikro-sertlik profillerinden belirlenmiştir.. SEM kesit görüntülerinden alınan difüzyon tabakası kalınlığının değeri, Şekil 4.4.b’ deki ile iyi uyum içindedir (%10’dan az fark).



Şekil 4.2. (a) 470°C'de 1 saat, (b) 470°C'de 4 saat, (c) 470°C'de 8 saat, (d) 520°C'de 8 saat (e), 570°C'de 8 saat nitrülenmiş numunelerin yüzey görüntüleri ve profilleri



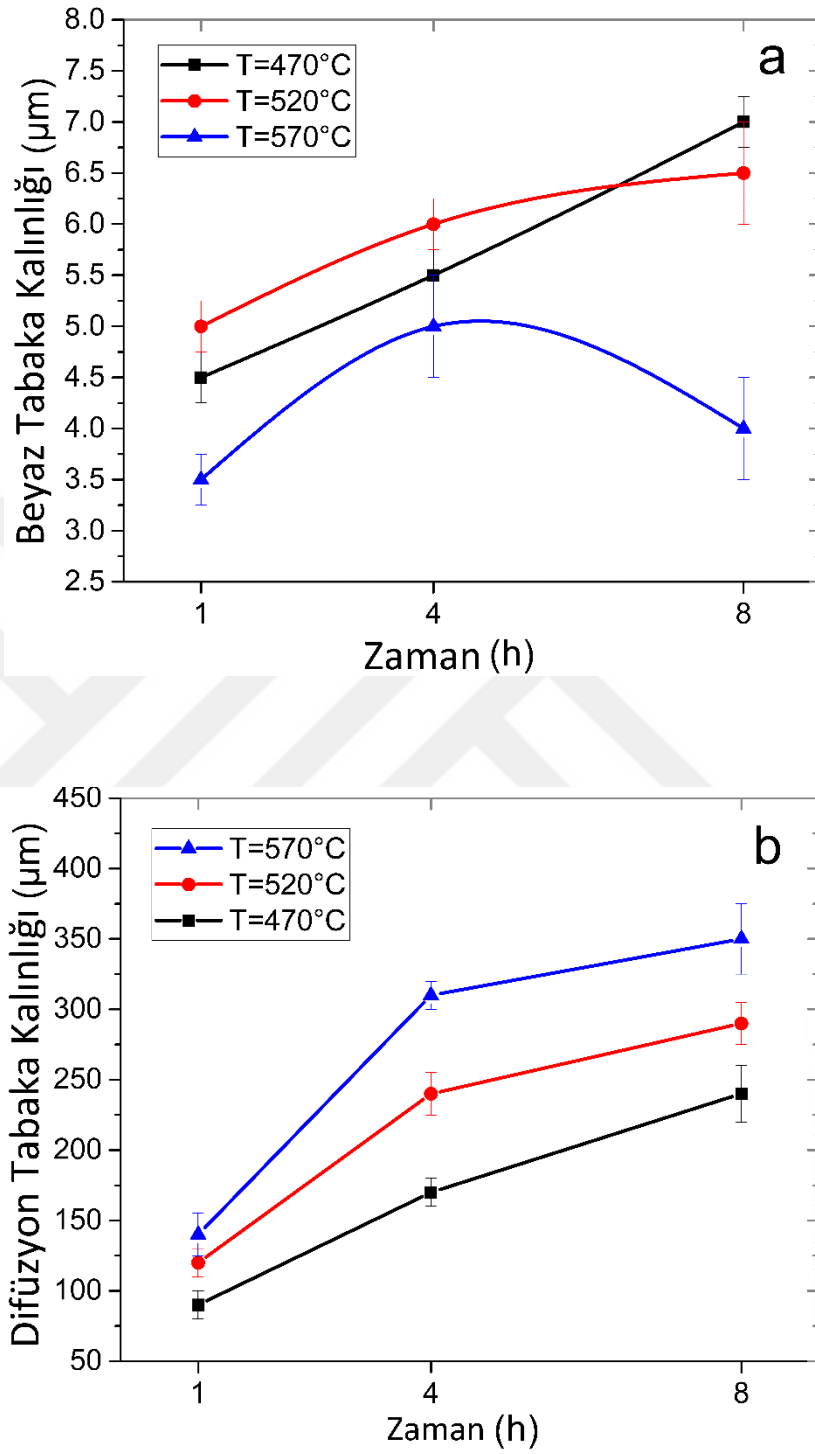
Şekil 4.3. (a) 470°C’de 8 saat, (b) 570°C’de 1 saat nitrülenmiş numunelerin SEM görüntüsü

470°C ve 520°C'de nitr rl nmiř numuneler i in bileřik tabaka kalınlıęı artan nitr rl nme s resi ile birlikte artar. Bununla birlikte, 570°C'de nitr rl nmiř numune i in bileřik tabaka kalınlıęı bařlangı ta y kselir ve daha sonra nitr rleme s resiyle azalır ve 470°C'de ve 520°C'de benzer s re ile nitr rl nen numunelere kıyasla daha d ř k bileřik tabaka kalınlıęına sahip bir eęilim g sterir. Sırasıyla 470°C'de 8 saat ve 570°C'de 1 saat nitr rl nmiř numuneler i in 7  m ve 3.5  m bileřik bileřiminin maksimum ve minimum bileřik tabakaları elde edilmiřtir.. Mevcut sonu lar,  elik ve Karadeniz tarafından bildirilen 4140  elięiyle uyum i indedir (Celik ve Karadeniz 1996). Ayrıca, řirin ve Kalu  (Sirin and Kaluc 2012) AISI 4340  elięi i in, bileřik tabaka kalınlıęının artan plazma nitr rleme s resi ve sıcaklıęı ile arttıęını bildirmiřtir.

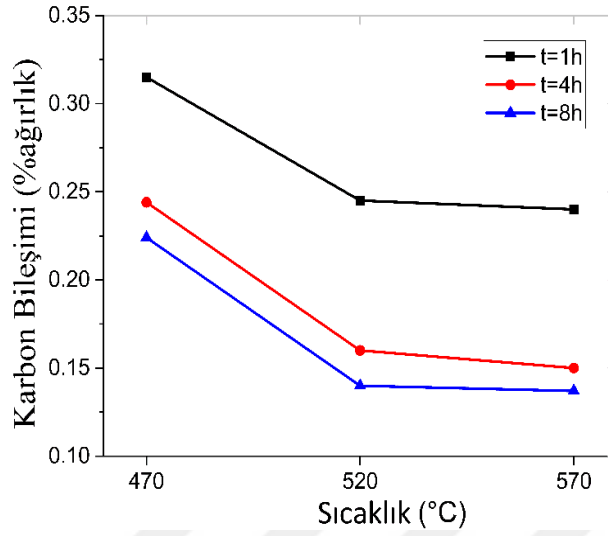
Nitr rasyon potansiyeli ($r = N_2 / H_2$ plazması i in $r = N_2 / H_2$ oranı), nitrasyon sıcaklıęı, taban malzemenin alařım bileřimi ve denitritasyon reaksiyonları, bileřik tabakasının kompozisyonunu ve kalınlıęını kontrol eden ana parametrelerdir. Bazı arařtırmacılar, y ksek nitr rleme sıcaklıklarında bileřik tabaka kalınlıęındaki azalmayı denitr rleme ve dekarburizasyon iřlemine baęlamıřtır (Celik ve Karadeniz 1996; Alsaran ve Celik 2001). Denitr rasyonun, hidrojenle ind klenen reaksiyonlar ve DC plazma nitr rlemesi sırasında bir miktar numune y zeyinde meydana gelen p sk rtme iřleminden dolayı olduęu varsayılmıřtır. Y ksek nitr r sıcaklıkları her iki iřlemi de teřvik edebilir. Bununla birlikte, denitr rizasyon iřlemi d ř k nitr rleme potansiyellerinde meydana gelir (Sun and Bell 1991; Alsaran ve Celik 2001). Bu  alıřmada nitr rleme potansiyeli y ksektir ($r = N_2 / H_2 = 1$). Bu nedenle bileřik tabaka kalınlıęındaki azalma ile denitritasyon arasında herhangi bir iliřki kurulamaz.

Çelik taban malzemenin karbon içeriğinin, demir nitrürlerin oluşumunda ve stabilitesinde ve bileşik tabakanın kalınlığında önemli bir rol oynadığı gösterilmiştir (Sun and Bell 1991; Ruset and Grigore 2010). İncelenen nitrürasyon sıcaklıklarında (470°C ila 570°C aralığında) $r = 1$ oluşumu nitrasyon potansiyelindeki saf demir taban malzeme için γ' -Fe₄N fazının oluşması beklenir.

Çelik taban malzemenin daha yüksek karbon içeriği γ' -Fe₄N fazı üzerinden ϵ -Fe₂₋₃N fazının oluşumunu kolaylaştırır. Nitrürlemenin zamana bağlı yayılma işlemi olduğu göz önüne alındığında, dışarıya doğru karbon difüzyonu mümkündür. Bu nedenle, bir dereceye kadar dekarburizasyon, özellikle daha yüksek nitrürleme sıcaklıklarında beklenebilir. Bu hipotezi değerlendirmek için, 8 saat boyunca 470°C ve 570°C'de nitrürlenen numunelerin karbon içeriği (bileşik tabaka altında) OES tekniği kullanılarak analiz edilmiştir. Şekil 4.5'e göre bu numunelerin karbon içeriği, ağırlıkça %0.224 ve %0.137 olarak belirlenmiştir. Bu durum sırasıyla, nitrürlenmiş numuneye göre %63 ve %35 azalma göstermektedir. Buna göre, bileşik tabaka kalınlığındaki sıcaklığa bağlı azalma, nitrürlenmiş numunelerin belirgin dekarburizasyonu ile ilgili olabilir. Şekil 4.4b'ye göre, difüzyon tabakası kalınlığı, nitrürleme sıcaklığı ve zamanı arttıkça artar. Difüzyon tabakası kalınlığındaki bu artış, 470°C'de nitrürlenme süresinin karekökü ile doğrusaldır ve nitrürlenme sıcaklığı arttıkça doğrusallıktan sapar. 90 µm ile en düşük difüzyon tabakası kalınlığı 470°C'de 1 saat ve en yüksek difüzyon tabakası kalınlığı ise 350 µm ile 570°C 8 saatte elde edilmiştir.



Şekil 4.4. Beyaz (a) ve difüzyon (b) tabakadaki değişim



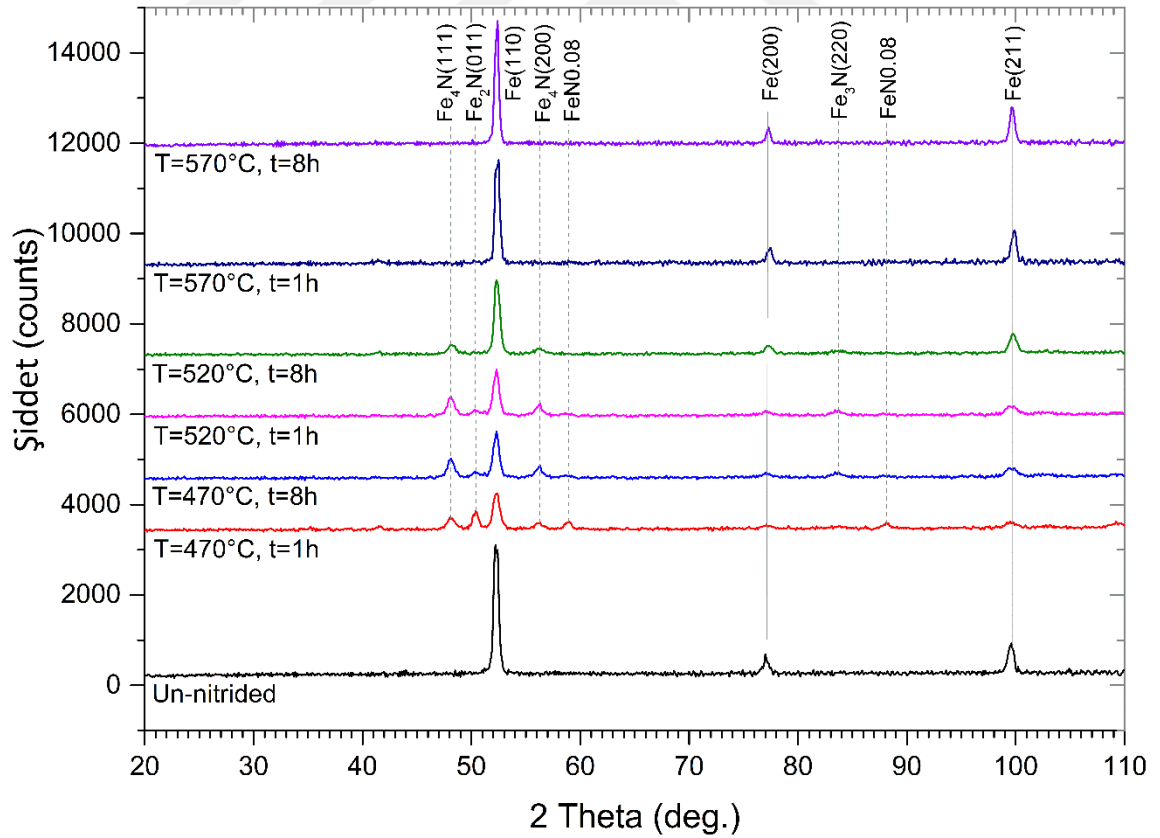
Şekil 4.5. Yüzeydeki karbon miktarı

4.2. XRD Analizleri

470°C, 520°C ve 570°C'nin farklı sıcaklıklarında 1 ve 8 saat süreyle nitrürlenmiş ve seçilen nitrürlü numunelerin XRD grafikleri, Şekil 4.6'te gösterilmiştir. 470°C'de nitrürlenmiş örnekler için XRD deseni bileşik tabakadaki γ' -Fe₄N ve ϵ -Fe₂₋₃N fazlarının birlikte varlığını ortaya koymaktadır. Nitrürleme sıcaklığının 520°C'ye yükseltilmesiyle, Fe-Fe₂₋₃N fazına karşılık gelen XRD pikleri kaybolmuş ve bileşik tabaka sadece γ' -Fe₄N fazından oluşmuştur. 570°C'de yüksek nitrürleme sıcaklığında γ' -Fe₄N veya ϵ -Fe₂₋₃N fazlarına karşılık gelen tüm yansımalar kaybolmuştur. XRD grafikleri belirli bir nitrürleme sıcaklığında karşılaştırılması sonucunda ϵ -Fe₂₋₃N fazının yoğunluğunun nitrürleme süresinin artması ile azaldığı görülmüştür. Ek olarak, hem Fe-Fe₄N hem de ϵ -Fe₂₋₃N fazlarının yoğunluğu nitrürleme sıcaklığının artmasıyla azalır. Fe-Fe₄N ve ϵ -Fe₂₋₃N piklerinin yoğunluğundaki azalma, önceki bölümde tartışılan bileşik tabaka kalınlığındaki azalma ile orantılıdır. Bu fazların birlikte varlığını ortaya koymaktadır. Nitrürleme sıcaklığının 520°C'ye yükseltilmesiyle, Fe-Fe₂₋₃N fazına karşılık gelen XRD pikleri kaybolur ve bileşik katmanı sadece γ' -Fe₄N fazından oluşur. 570°C daha yüksek nitrürleme sıcaklığında γ' -Fe₄N veya ϵ -Fe₂₋₃N fazlarına karşılık gelen tüm yansımalar kaybolmuştur. XRD desenlerinin belirli bir nitrürleme sıcaklığında karşılaştırılması açıkça ϵ -Fe₂₋₃N fazının yoğunluğunun nitrürleme süresini artırarak azaldığını gösterir.

Ek olarak, hem Fe-Fe₄N hem de ϵ -Fe₂₋₃N fazlarının yoğunluğu nitrürleme sıcaklığının artmasıyla azalır. Fe-Fe₄N ve ϵ -Fe₂₋₃N XRD piklerinin yoğunluğundaki azalma, önceki bölümde tartışılan bileşik tabaka kalınlığındaki azalma ile orantılıdır (ilişkilidir).

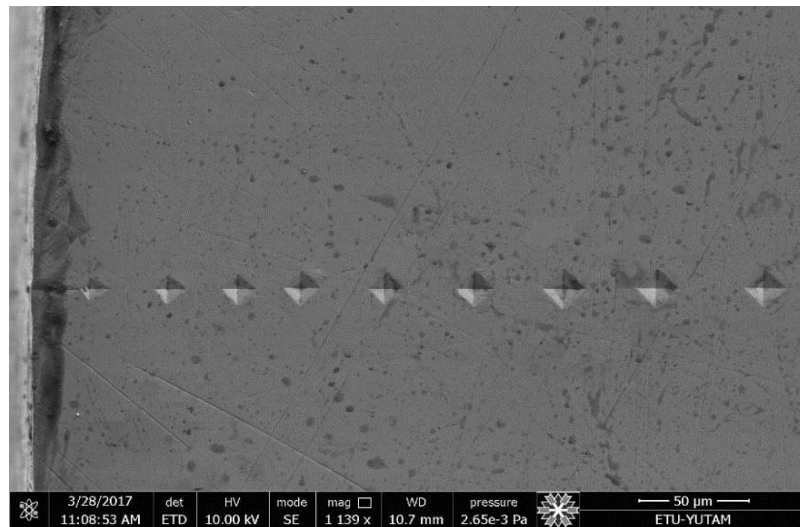
Fe-Fe₄N ve ϵ -Fe₂₋₃N XRD yoğunluğunda gözlenen değişimler nitrürasyon süresi ve sıcaklığı ile zirve yapar. Bu durum taban malzeme dekarbürizasyonuna dayanarak açıklanabilir. Taban malzeme, yüksek karbon içeriğine sahip olduğu için kısa süre boyunca düşük nitrürleme sıcaklığında (470°C, 1 saat) çok fazlı bileşik tabaka oluşumu beklenir. Bunun nedeni karbonun ϵ -Fe₂₋₃N fazını ve ağırlık olarak 3.6 % ağırlık 'ya kadar dengelemesidir. % ϵ -Fe₂₋₃N'de çözünebilir (Ratajski *et al.* 2003; Sun and Bell 1991). ϵ / γ' oranının düşürülmesi ve monofaz γ' -Fe₄N'nin nitrürleme süresinin ve sıcaklığını arttırmasıyla oluşumu, taban malzeme dekarbürizasyonu ile ilgilidir.



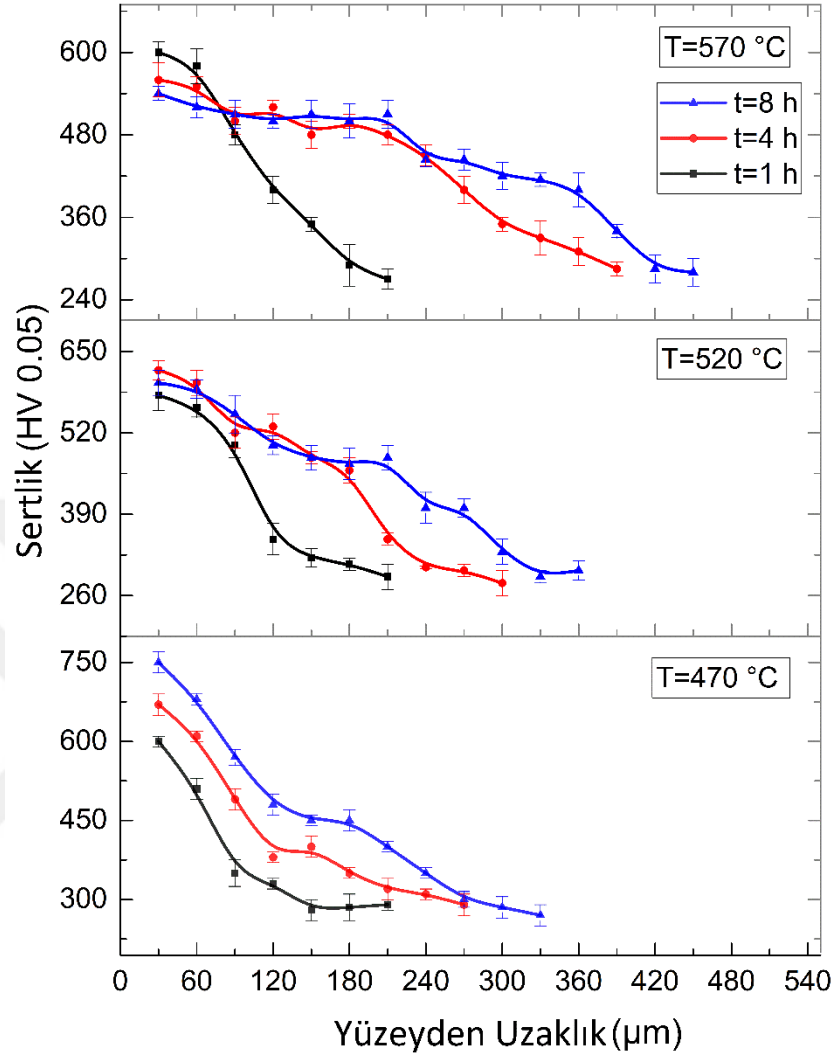
Şekil 4.6. Plazma nitrürleme işlemi sonrası oluşan kristalografik yapıların X Ray difraktometre analizi

4.3. Mikrosertlik

Farklı sıcaklık ve sürelerde nitrülenmiş numunelerin kesit boyunca mikro sertlik profili, Şekil 4.7'da gösterilmiştir. Şekil 4.8'deki her veri noktası, en az üç bağımsız ölçümün ortalamasına karşılık gelir. 470°C'de nitrülenmiş numuneler için sertlik profili eğrileri nitrüleme süresinin artırılmasıyla artmıştır. Nitrüleme sıcaklığının 520°C ve 570°C'ye yükseltilmesiyle, daha derin sertleşme derinlikleri elde edilmiş ancak beklenmedik şekilde daha düşük sertlik değerleri ise numunelerin alt yüzey bölgesinde elde edilmiştir. Daha önce yapılan çalışmalarda, nitrürlü çeliğin kesitsel sertlik profilindeki artış; (i) demir kafes içinde çözülmüş azot atomları biçiminde azot katılımı nedeniyle oluşan azot katılımı nedeniyle katılaştıran katı çözelti dâhil farklı güçlendirme mekanizmalarının birleşik etkileri ile, (ii) matris fazında ince nano boyutlu tutarlı dağılmış alaşım nitrürlerinin oluşumu ile ve (iii) nitrürlü durumda bası artık gerilmelerin gelişimi ile ilgili olabilir (Pellizzari *et al.* 2003; Mohammadzadeh *et al.* 2014; Mittemeijer and Somers 2015). Belirtilen tüm bu mekanizmalar, kesitsel azot profiline bağlıdır. Genel olarak, enine kesit sertliği profili doğrudan azot konsantrasyon profiline ilgilidir. Bununla birlikte, bu çalışmada, gözlenen sertlik profili, taban malzemeden dekarburizasyon ve taban malzemenin nitrasyon sıcaklığının oluşturduğu temperleme nedeniyle doğrudan nitrojen profiline ilişkili olamaz.



Şekil 4.7. 470°C’de 8 saat nitrülenmiş numuneden alınan mikrosertlik

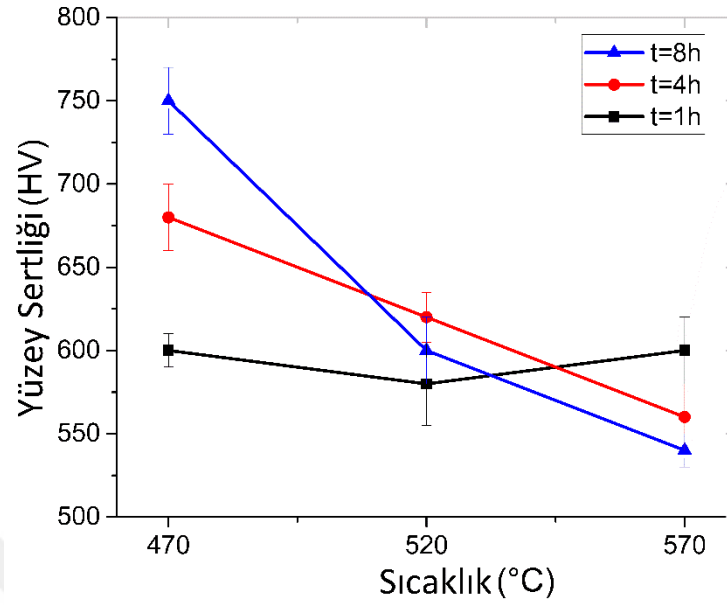


Şekil 4.8. AISI 4340 çeliğine uygulanan plazma nitrürleme işlemi sonrasında yüzeyden itibaren sertlik dağılımı

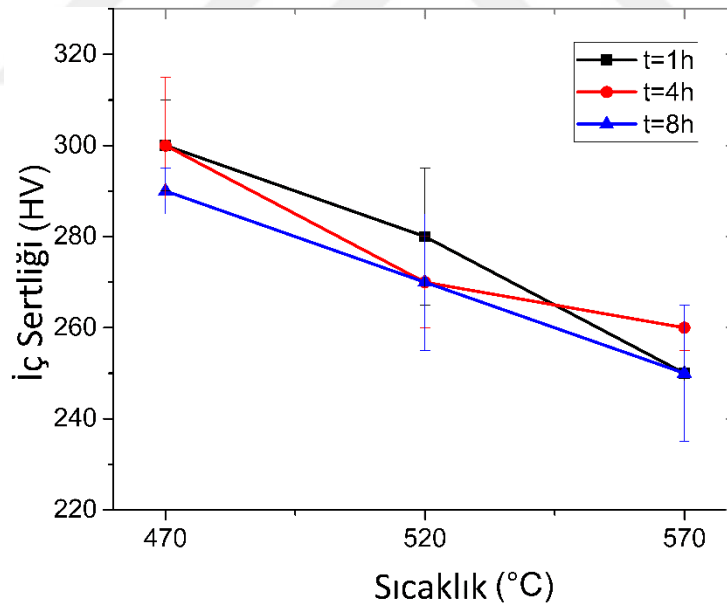
Aslında, taban malzemeden dekarbürizasyon yüzey ve yüzey altı bölgelerinde sertlik azalması ile sonuçlanır ve kesitsel sertlik profilini değiştirir. Nitrürleme sıcaklığının bir fonksiyonu olarak numunelerin yüzey sertliği değerlerindeki farklı nitrürasyon zamanlarındaki değişimler Şekil 4.9'da gösterilmektedir. Artan nitrürleme sıcaklığının yüzey sertliği değerlerini düşürdüğü görülebilir. 470°C 'de nitritlenmiş numuneler için nitrürleme süresinin artmasıyla yüzey sertliği değerleri artmış, aksine, nitrürleme süresinin arttırılmasıyla 570°C 'de yüzey sertliği değerleri azalmıştır. Sırasıyla 470°C ve 570°C 'de 8 saat nitrürlü numuneler için en yüksek ve en düşük sertlik değerleri 750 HV ve 540 HV olarak elde edilmiştir. Şekil 4.10, farklı nitrürleme süreleri için nitrürleme

sıcaklığının bir fonksiyonu olarak plazma nitrülenmiş numunelerin çekirdek sertliğindeki değişimleri gösterir. Bu sertlik değerleri nitrür tabakalarından uzakta ölçüldüğü için, nitrojen difüzyonundan etkilenmezler. Bu nedenle, Şekil 4.10'da gösterilen çekirdek sertlik değerlerindeki farklılıklar, plazma nitrüleme sırasında yüksek sıcaklığa maruz kalmanın neden olduğu temperleme etkileriyle ilgili olabilir. Çekirdek sertlik değerlerinin nitrüleme sıcaklığının artmasıyla neredeyse doğrusal olarak azaldığı görülebilir. Nitrüleme sıcaklığının 470°C ve 570°C arasında artırılması, çekirdek sertliğinin yaklaşık 30 HV azalmasına neden olur. Bu tür çekirdek sertliği azaltması, sırasıyla 4 ve 8 saatlik nitrüleme süreleri için yüzey sertliği azaltmasının yaklaşık %30 ve %15'ine karşılık gelir. Bu nedenle, yüzey sertliği azaltmasının sadece %15 ila %30'u, nitrasyon sıcaklığının artırılması ile indüklenen tavlama etkilerine karşılık gelirken, diğer %70 ila %85'i örnek dekarburizasyonuna karşılık gelir.

Bu sonuçlar, yüksek aşınma direnci ve yorulma dayanımı için gereken yüksek yüzey sertliğine ulaşmak için, bileşen yüzeyindeki dekarburizasyonun önlenmesi gerektiğini, en azından plazma gazı kompozisyonunu ayarlayarak ve yüksek nitrasyon sıcaklıklarından kaçınılması gerektiğini göstermektedir. Nitrüleme sıcaklığının yeterince düşük seçilmesiyle, hem dekarburizasyon hem de taban malzeme sertliğinde azalmaya neden olan temper etkisi azaltılabilir veya önlenir.



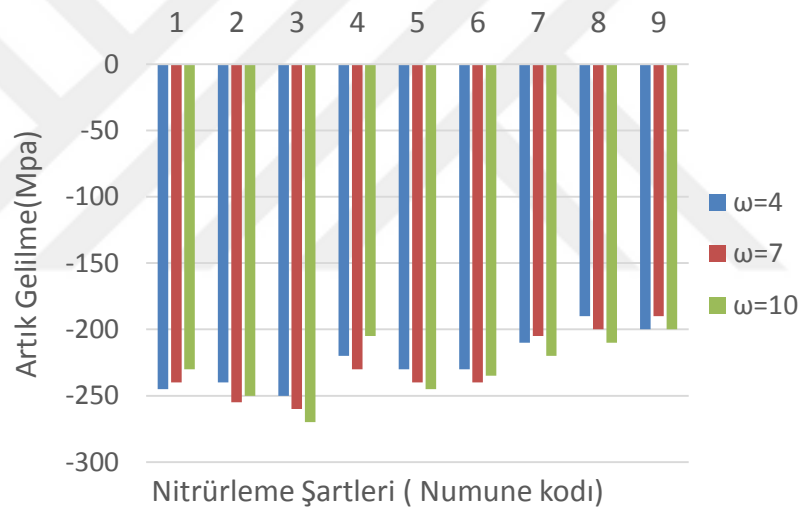
Şekil 4.9. Farklı nitrüleme zamanları için nitrüleme sıcaklığının bir fonksiyonu olarak plazma nitrülenmiş AISI 4340 çelik numunelerinin yüzey mikro sertliğinde değişimler.



Şekil 4.10. Farklı nitrüleme zamanları için nitrüleme sıcaklığının bir fonksiyonu olarak plazma nitrülenmiş AISI 4340 çelik numunelerinin İç (core) mikro sertliğinde değişimler.

4.4. Artık Gerilme

Artık gerilme ölçümünde dikkat etmek için her şartta nitrülenmiş numune 3 ω 'de ($\omega=3,7,10$ derece) ölçüm işlemi yapılmıştır. Bası artık gerilmelerin miktarı 200 MPa ila 260 MPa arasında ölçülmüştür. En düşük artık gerilme 200 MPa olarak 570°C ve 8 saat sürede nitrülenmiş numuneye (cod 9) aittir ve en yüksek artık gerilme 470°C ve 520°C ve 8 saat süre (kod 3 ve kod 6) ile nitrülenmiş numuneden ölçülmüştür (Şekil 4.11). Yüksek sıcaklıklarda taban malzeme dekarburizasyonundan dolayı bası artık gerilme değerleri azalmıştır.



Şekil 4.11. Artık gerilme değerleri

4.5. Yorulma Deney Sonuçları

Yorulma testlerinden önce normalize edilmiş numunenin çekme dayanımı elde edilmiştir. Şekil 4.12'de gösterildiği gibi 4340 normalleşmiş numunenin çekme mukavemeti 860 MPa ölçülmüştür (bu testte 4 mm çapında numune kullanılmıştır).



Şekil 4.12. Normaliz edilmiş numenin çekme dayanımı testi

Laboratuar şartlarında, kuru ortam havasında yapılan deneylerin normalize edilmiş ve farklı şartlarda nitrülenmiş numunelere ait Wöhler (S-N) eğrileri stair case yöntemi ile Şekil 4.13’de görülmektedir.

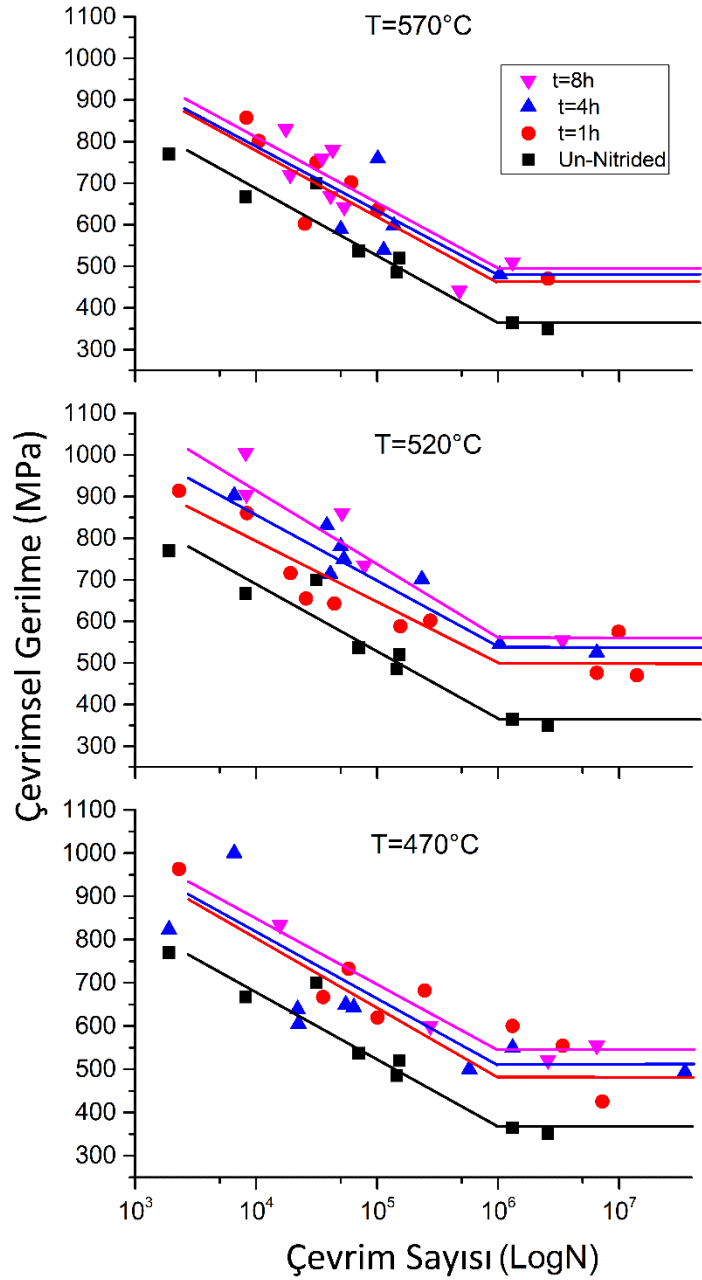
Parçaların belirgin bir yorulma sınırına sahip oldukları ve artan difüzyon tabakası kalınlığı ile yorulma sınırının da arttığı gözlenmiştir. Numunelerin yorulma dayanımının difüzyon kalınlığından önemli oranda etkilendiği ve artan difüzyon tabaka kalınlığı ile dayanımın arttığı saptanmıştır.

Yorulma deneyleri sonuçları istatistiksel olarak incelenmiş ve ASTM 739-91 göre %95 lik güven sağlayan yorulma sınırı aralığı ile ortalama yorulma sınırı değerleri her nitrülenmiş ayrıca nitrülenmemiş numunelere ayrı ayrı belirlenmiştir (ASTM, 1998).

Maksimum yorulma mukavemeti, 470°C’de 8 saat boyunca plazma nitrülenmesinden sonra 550 MPa’a ulaşmıştır. Bu şartta nitrülenmiş numunenin yüzey sertliği 750 MPa, artık gerilmesi -260 MPa iken yorulma mukavemeti nitrülenmemiş numuneye göre %52 oranında artmıştır.

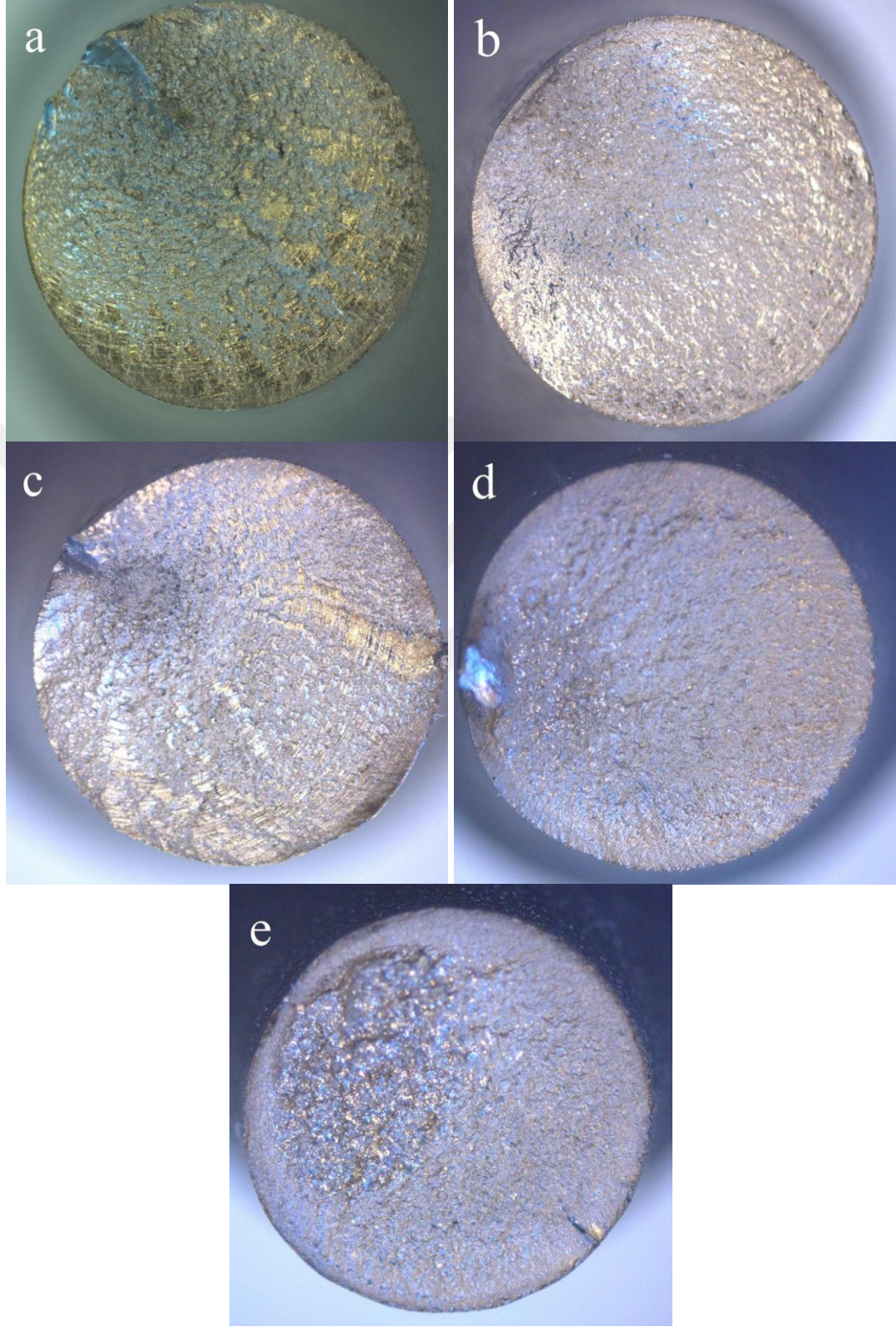
S-N Eğrileri, yüzey sertliği ve artık gerilme sonuçları gibi yüksek sıcaklıklarda nitrülenmiş numunenin yorulma dayanımının 470°C sıcaklığında nitrülenmiş

numuneden düşük olduğunu göstermektedir. Yüksek sıcaklıklarda yorulma dayanımı dekarburizasyon ve tavlamadan etkilenmiştir.



Şekil 4.13. Yorulma testleri

Şekil 4.14'de, farklı şartlarda nitrülenmiş ve farklı yükler altında hasara uğrayan deney parçalarının optik mikroskobundan elde edilen kırılma yüzey görüntüleri verilmiştir.

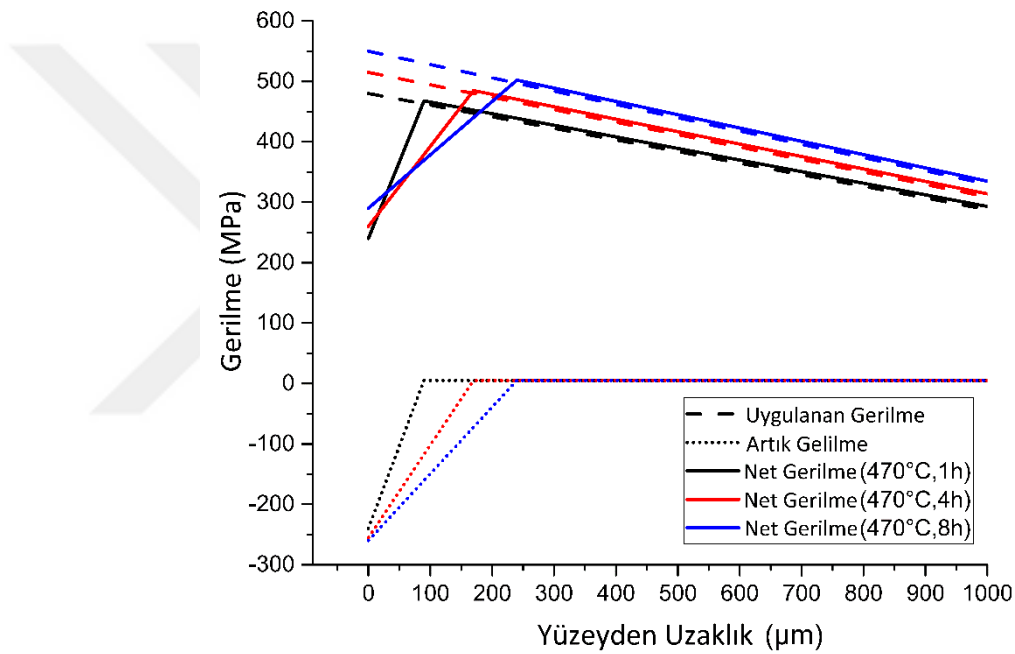


Şekil 4.14. Kırılan yorulma numunelerinin kesit yüzey görüntüsü

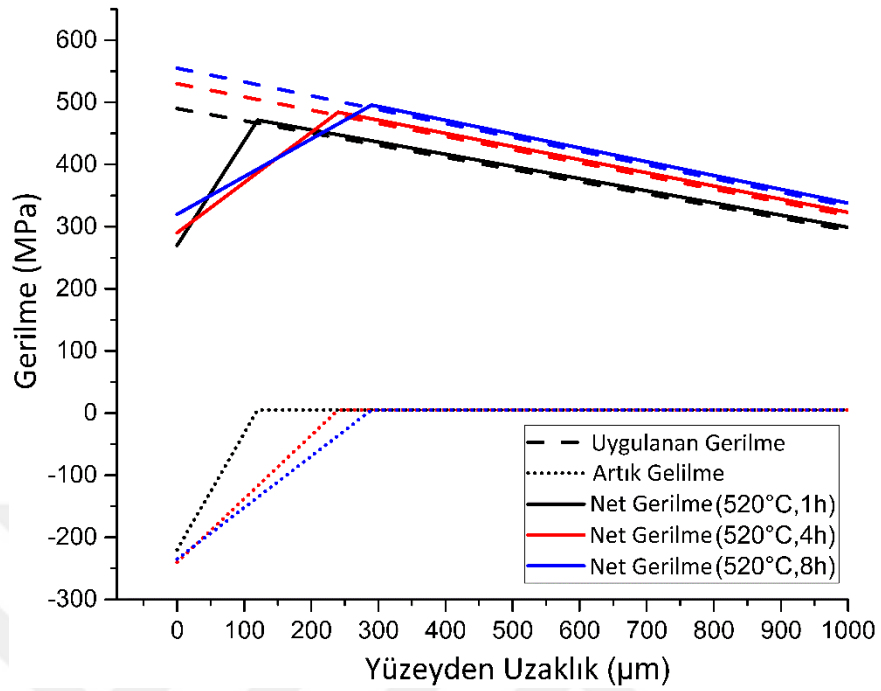
(a) $T=470^{\circ}\text{C}$, $t=1\text{h}$, 1318800 cycle, test stress=605 MPa; (b) $T=520^{\circ}\text{C}$, $t=1$, 275700 cycle, 595 MPa; (c) $T=470^{\circ}\text{C}$, $t=4\text{h}$, 35058000 cycle, 503MPa; (d) $T=520^{\circ}\text{C}$, $t=4\text{h}$, 234900 cycle, 690MPa; (e) $T=570^{\circ}\text{C}$, $t=4\text{h}$, 101200 cycle, 730 MPa

4.6. Net Gerilme

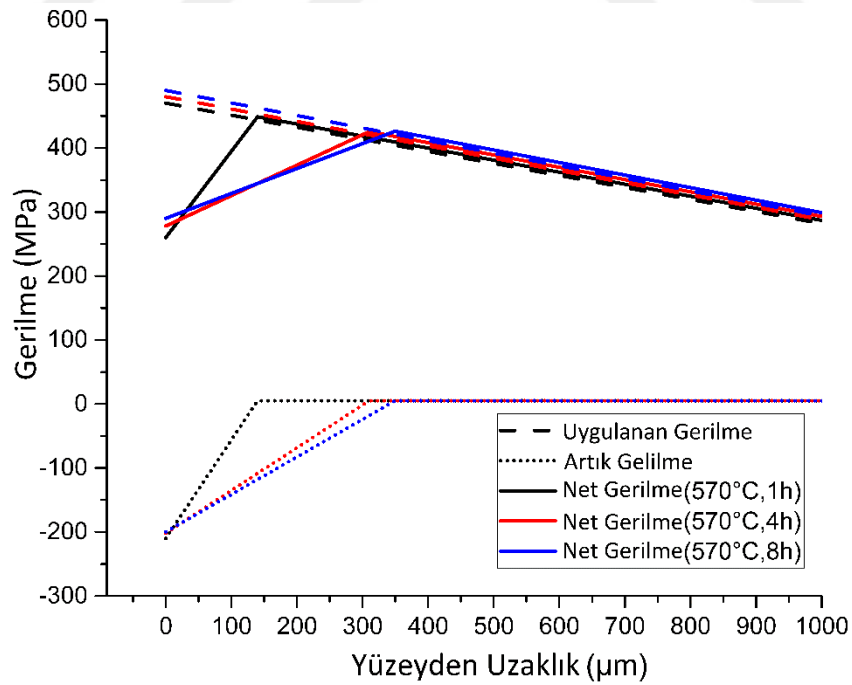
Nitrüleme işlemleri ardından oluşan bası artık gerilmeleri ve ayrıca yorulma testinde uygulanan gerilmeye maruz kalan numunenin net gerilme durumu Şekil 4.15, Şekil 4.16 ve Şekil 4.17’de gösterilmiştir. Net gerilme değerleri, uygulanan gerilmeler ve artık gerilmenin toplanmasından elde edilmiştir. Eğrilere göre nitrülenmiş numunelerin yüzeyinde net gerilmenin miktarı difüzyon tabakası bitiş noktasından daha düşüktür.



Şekil 4.15. 470°C’de nitrülenmiş numunenin farklı zamanlarda kesit içerisindeki gerilme durumu



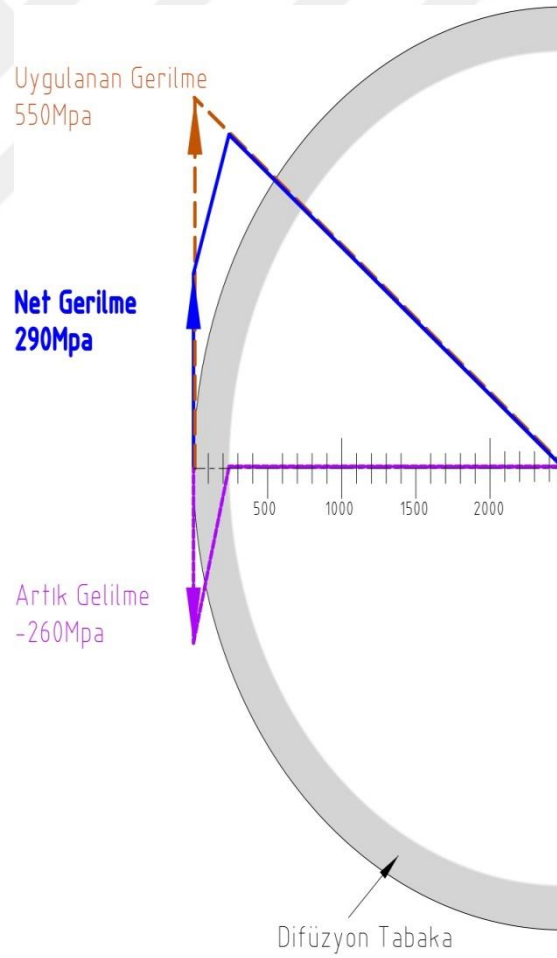
Şekil 4.16. 520°C’de nitrülenmiş numunenin farklı zamanlarda kesit içerisindeki gerilme durumu



Şekil 4.17. 570°C’de nitrülenmiş numunenin farklı zamanlarda kesit içerisindeki gerilme durumu

Yüzeydeki net gerilme değerine çekirdekte, kabuk-çekirdek geçiş bölgesinden yaklaşık olarak kabuk kalınlığının 3 katı mesafede ulaşılmaktadır (H.Q. Nguyen a, 2015; Kiessling, 1976). Balık güzünün çapı ve başlangıç noktası malzeme ve yüzey işlemine bağlı olarak genellikle ortalama 1 mm civarında olur (Hwang *et al.* 2003; Ogawa and Schönbauer 2014).

Hem yorulma numunesinin çapının küçük olması hem de bası artık gerilme değerlerinin düşük olması nedeni ile kabuk bölgesinden 3 kat içerde net gerilmenin değeri yüzeyden yüksek olup çatlak yüzeyden başlamaktadır. Bu nedenle numunelerde balıkgözü şeklinde çatlak oluşumu görülmemiştir (Şekil 4.18).



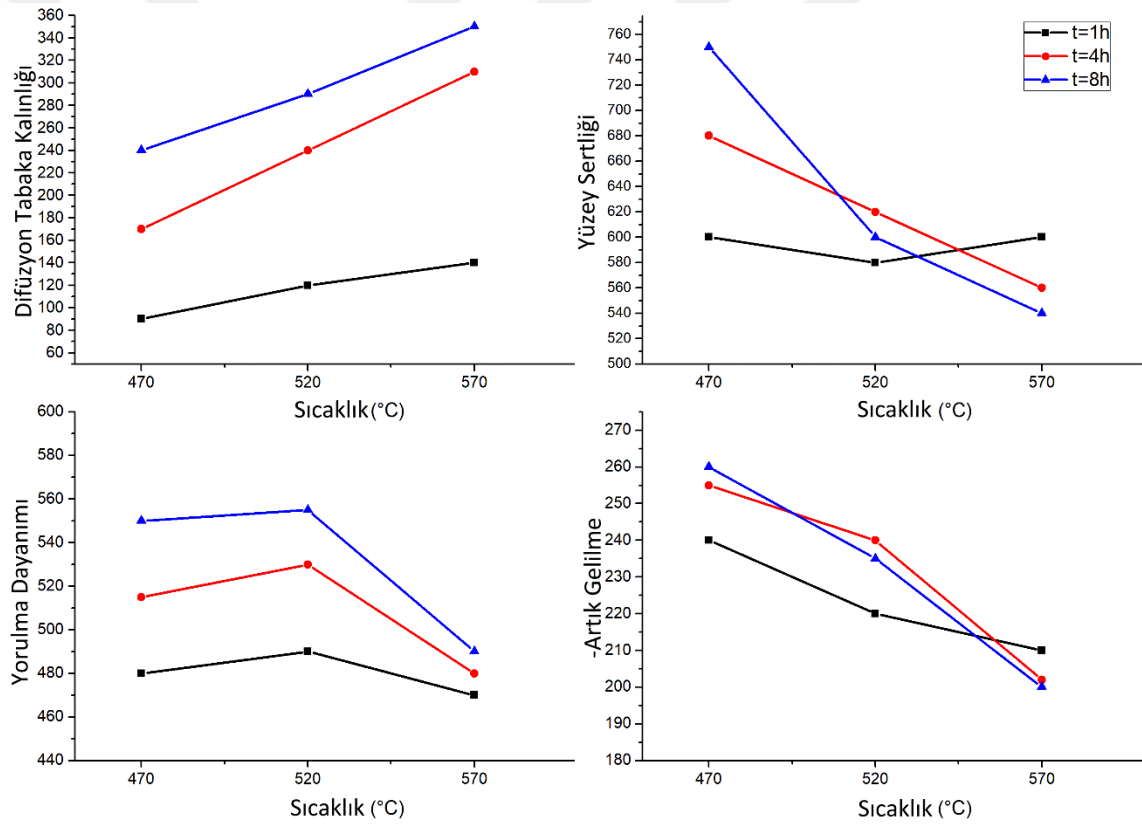
Şekil 4.18. 470°C ve 8 saat nitrülenmiş numunede gerilmeler

Çizelge 4.1. Farklı sıcaklık ve sürelerde plazma nitrürlenmiş AISI 4340 çeliğinin yüzey sertliği, beyaz tabaka, difüzyon tabaka, artık gerilme ve yorulma dayanımı değerleri

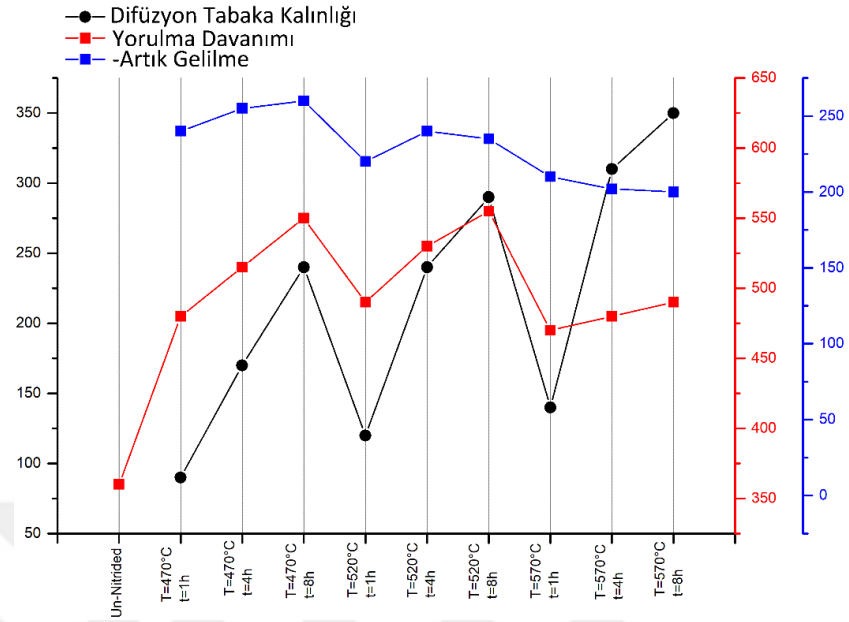
cod	Sıcaklık (°C)	Zaman (h)	Yüzey Sertliği (HV)	Beyaz Tabaka K. (μm)	Difüzyon Tabaka K.		Artık Gerilme (Mpa)	Yorulma Dayanımı (Mpa)
					OM (μm)	Microhardness (μm)		
0	Un-nitrided		280	-		-		360
1	470	1	600	4.5	85	90	-240	480
2	470	4	680	5.5	160	170	-255	515
3	470	8	750	7	240	240	-260	550
4	520	1	580	5	110	120	-220	490
5	520	4	620	6	230	240	-240	530
6	520	8	600	6.5	270	290	-235	550
7	570	1	600	3.5	140	140	-210	470
8	570	4	560	5	290	310	-202	480
9	570	8	540	4	320	350	-200	490

Çizelge 4.1, AISI 4340 çeliğinin farklı sıcaklık ve zamanlarda plazma nitrürlenmiş numunelerinin yüzey sertliği, beyaz tabaka, difüzyon tabakası, artık gerilme ve yorulma gerilmesini bir arada göstermektedir. En düşük yüzey sertliği 540 HV olarak 570°C 8 saatlik numunede; en yüksek yüzey sertliği ise 750 HV olarak 470°C 8 saatlik numunede ölçülmüştür. En düşük beyaz tabaka kalınlığı 3.5 μm olarak 570°C 1 saatlik numunede; en yüksek beyaz tabaka kalınlığı ise 7 μm olarak 470°C 8 saatlik numunede ölçülmüştür. En düşük difüzyon tabakası 90 μm olarak 470°C 1 saatlik numunede; en yüksek difüzyon tabakası 350 μm olarak 470°C 8 saatlik numunede ölçülmüştür. En düşük artık gerilme -200 MPa olarak 570°C 8 saatlik numunede; en yüksek artık gerilme -260 MPa olarak 470°C 8 saatlik numunede ölçülmüştür. En düşük yorulma dayanımı 470 MPa olarak 570°C 1 saatlik numunede ve en yüksek yorulma dayanımı 550 MPa olarak 470°C 8 saatlik numuneden elde edilmiştir.

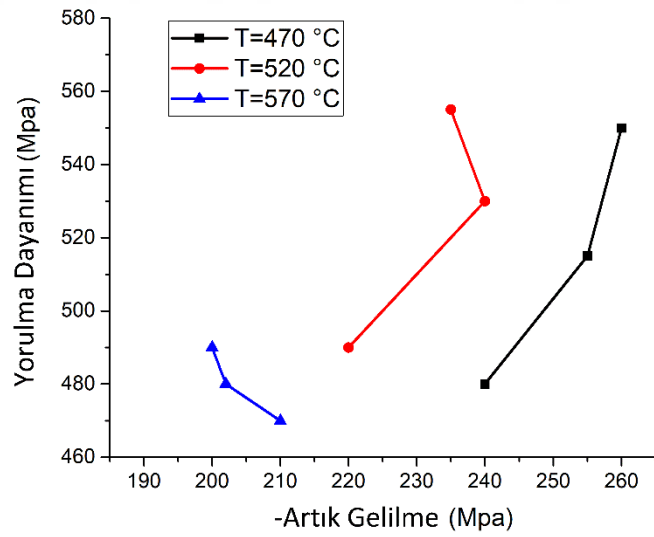
Parametreler arası deęişkenlikler Şekil 4.19 ve Şekil 4.20’de gösterilmektedir. 470°C sıcaklık şartında, nitrürleme süresi arttıkça difüzyon tabaka kalınlığı, yüzey sertliği, artık gerilme ve yorulma dayanımı da artmaktadır. Nitrürleme sıcaklığı yükseldikçe difüzyon tabaka kalınlığı artar ama yüzey sertliği, artık gerilme ve yorulma dayanımı düşmektedir. 470°C şartında, nitrürlenmiş numunelerde bası artık gerilme değeri yükseldikçe, yorulma dayanımı da yükselir (Şekil 4.21).



Şekil 4.19. Farklı nitrürleme sıcaklıkları ve süreleri için difüzyon tabakası, yüzey sertliği, yorulma dayanımı ve artık gerilme arasındaki ilişki



Şekil 4.20. Farklı nitrüleme sıcaklıkları ve süreleri için difüzyon tabakası, yorulma dayanımı ve artık gerilme arasındaki ilişki



Şekil 4.21. Artık gerime ile yorulma arası ilişki

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Bu çalışmada AISI 4340 çelik numunelerine, 1, 4 ve 8 saatlik farklı nitrürleme süreleri boyunca 470°C, 520°C ve 570°C’de farklı nitrürleme sıcaklıklarında plazma nitrürleme işlemi gerçekleştirilmiştir.. Beyaz tabaka kalınlığı ve difüzyon tabaka kalınlığı, yüzey sertliği ve kesitsel mikro sertlik profilleri belirlenmiştir. Yüzeyde oluşan bası artık gerilme değerleri ölçülmüş ve yorulma dayanımları bulunmuştur. Elde edilen sonuçlara dayanarak aşağıdaki sonuçlar çıkarılabilir:

- Düşük nitrürasyon sıcaklığında (470°C ve 1 saatlik kısa nitrürasyon süresinde), numune yüzeyinde γ' -Fe₄N ve ϵ -Fe₂₋₃N'den oluşan 4.5 μ m kalınlığında bir bileşik tabakası oluşur. Nitrürleme zamanını ve sıcaklığının artması ile ϵ -Fe₂₋₃ N fazının şiddeti düşer ve böylece 570°C'de bir monofaz olarak γ' -Fe₄N fazı oluşur.
- Nitrürleme sıcaklığının 470°C'den 520°C'ye artmasıyla daha kalın beyaz tabakalar elde edilmiştir ve nitrürleme zamanının arttırılmasıyla beyaz tabaka kalınlığında artış meydana gelir.. Bununla birlikte, 570°C gibi daha yüksek nitrürleme sıcaklığında daha ince bileşik tabakalar oluşur ve beyaz tabaka kalınlığı 8 saatlik daha uzun nitrürleme zamanında azalır. Sırasıyla 470°C'de 8 saat ve 570°C'de 1 saat süreyle nitrürlenen numuneler için 7 μ m ve 3,5 μ m'lik en kalın ve en ince bileşik tabakalar elde edilmiştir..
- OES analizi ile kantitatif olarak elde edilen taban malzemenin dekarbürizasyonunun, bileşimdeki değişikliklerden ve beyaz tabaka kalınlığındaki değişikliklerden asıl sorumlu olduğu tespit edilmiştir.
- Difüzyon tabakası kalınlığı, nitrürleme sıcaklığı ve süresinin artmasıyla artmıştır ve 8 saat boyunca 570°C'de nitrürlenen numuneler için 350 μ m'lik en kalın difüzyon tabakası elde edilmiştir.
- Mikro sertlik kesitsel profilde normal artan nitrürleme süresine göre sadece 470°C nitrürleme sıcaklığında elde edilmiştir.. 520°C ve 570°C yüksek nitrürleme

sıcaklıklarında daha derin sertleştirilmiş derinlik elde edilmesine rağmen, sertlik profilleri taban malzemenin dekarbürizasyonu ve tavlamadan etkilenmiştir.

- En yüksek 750 HV yüzey sertliği, 8 saat boyunca 470°C'de nitrüleme numunede elde edilmiştir. Taban malzeme yüzeyinin dekarbürizasyonu ve nitrürlü numunelerin temperlenmesi nedeniyle yüzey sertliği, sıcaklıklar arttıkça düşmüştür. Yüksek nitrasyon sıcaklıklarında (570°C), nitrüleme süresi yüzey sertliğini etkilemiştir.

- En yüksek 260 MPa bası artık gerilmesi, 8 saat boyunca 470°C'de nitrülenmiş numuneden elde edilmiştir ve en düşük 200 MPa bası artık gerilmesi 8 saat ve 570°C de elde edilmiştir.

- 470°C şartında, nitrüleme süresi yükseldikçe difüzyon tabaka kalınlığı, yüzey sertliği, artık gerilme ve yorulma dayanımı artmaktadır.

- 470°C ve 8 saat nitrülenmiş numunelerden, yüksek artık gerilme, yüksek yüzey sertliği ve kalın difüzyon tabakasına sahip olmaları nedenleri ile en yüksek yorulma dayanımı elde edilmiştir. Taban malzeme yüzeyinin dekarbürizasyonu ve nitrülen numunelerin temperlenmesi nedeniyle yüksek sıcaklarda yorulma dayanımı düşmektedir.

5.2. Öneriler

Orta ve yüksek karbonlu çeliklerin plazma nitrasyonlarında; yüksek kesit sertliği profili ve yüksek yüzey sertliğine sahip kalın difüzyon tabakası elde etmek için, plazma gazına karbon içeren gazların eklenmesi ile nitrüleme potansiyelinin arttırılması önerilmektedir.

AISI 4340 çeliği 520°C'den yüksek sıcaklıkta plazma nitrüleme yapılması önerilmemektedir.

Nitrülenmiş numunenin yorulma esnasında çatlak başlangıcının iç kısımlardan olması ve balık gözü yapısının oluşması için numunenin çapının 8 mm'den büyük olması önerilmektedir.

KAYNAKLAR

- Ahangarani, S., Mahboubi, F., & Sabour, A. R. (2006). Effects of various nitriding parameters on active screen plasma nitriding behavior of a low-alloy steel. *Vacuum*, 80, 1032–1037.
- Akbari, A., Mohammadzadeh, R., Templier, C., & Riviere, J. P. (2010). Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high speed steel. *Surface & Coatings Technology*, 204, 4114–4120. doi:10.1016/j.surfcoat.2010.05.042
- Alsaran, A., & Celik, A. (2001). Structural characterization of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel. *Materials Characterization*, 47(3-4), 207-213. doi:10.1016/s1044-5803(01)00169-3
- Arul Mozhi Varman, J. P., & Balasubramanian, M. (2013). Wear analysis of D.C. pulsed plasma nitriding of AISI 4340 low alloy steel for crankshaft application. Paper presented at the TMS Annual Meeting Supplemental Proceedings.
- Arul Mozhi Varman, J. P., Uwe, H., & Balasubramanian, M. (2016). Effect of pulse repetition time on pulsed plasma nitriding of AISI 4340 steel. *Journal of Materials Science & Surface Engineering*, 4 (3), 386-391.
- Ashara, A. H., & Zou, Q. (2014). Tribological and metallurgical properties of nitrided AISI 4340 steel. *SAE International*, 0959. doi:10.4271/2014-01-0959
- Asi, O., & Asi. (2003). An investigation of residual stresses developed in carburized SAE 8620 steel. *Gazi University Journal of Science*, 16, 725-732.
- ASM Handbook Committee., *Fatigue and Fractur.* (1997). (Vol. 19). United States of America: ASM Handbook.
- ASTM. (1998). Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized stress–life (S–N) and strain–life (ϵ –N) fatigue data (Vol. E739): ASTM.
- ASTM. (2002). Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing1 (pp. E 1823 – 1896). United States of America: ASTM International.
- ASTM. (2004a). Standard Practice for Presentation of Constant Amplitude Fatigue Test Results for Metallic Materials1. United States of America: ASTM International.
- ASTM. (2004b). Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life (S-N) and Strain-Life (e-N) Fatigue Data1: United States of America.
- ASTM. Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials (Vol. E384 - 17).
- Bardes, B. P. (1978). *Metals handbook* (9th ed. Vol. 1). Materials Park, Ohio: ASM International.
- Basu, A., Majumdar, J. D., Alphonsa, J., Mukherjee, S., & Manna, I. (2008). Corrosion resistance improvement of high carbon low alloy steel by plasma nitriding. *Materials Letters*, 62(17-18), 3117-3120. doi:10.1016/j.matlet.2008.02.001
- Bell, T., & Loh, N. L. (1982). The fatigue characteristics of Plasma Nitrided three Pct Cr-Mo steel. *Journal of Heat Treating*, 2(3), 232-237. doi:10.1007/bf02833223
- Bell, T., Sun, Y., & Suhadi, A. (2000). Environmental and technical aspects of plasma nitrocarburising. *Vacuum* 59, 14-23.
- Bhadeshia, H. K. D. H. (2015). *Bainite in Steels Theory and Practice* (3 ed.). Leeds: Maney Publishing, .

- Budynas, R. G., & Nisbett, J. K. (2011). *Shigley's Mechanical Engineering Design*. Singapore: Higher Education.
- Celik, A., & Karadeniz, S. (1995). Improvement of the fatigue-strength of AISI-4140 steel by an ion nitriding process. *Surface & Coatings Technology*, 72(3), 169-173. doi:10.1016/0257-8972(94)02348-4
- Celik, A., & Karadeniz, S. (1996). Investigation of compound layer formed during ion nitriding of AISI 4140 steel. *Surface & Coatings Technology*, 80(3), 283-286. doi:10.1016/0257-8972(95)02471-9
- Conc, M. D., Bozzi, C. A., & Jr, A. R. F. (2014). Effect of plasma nitriding potential on tribological behaviour of AISI D2 cold-worked tool steel. *Wear*, 317, 188–193.
- Cotell, C. M., Sprague, J. A., & Smidt Jr., F. A. (1994a). *ASM Handbook, Surface Engineering* (Vol. 5). OH, USA: ASM International.
- Cotell, C. M., Sprague, J. A., & Smidt Jr., F. A. (1994b). *ASM Handbook, Volume 05 - Surface Engineering*. ASM International, . OH, USA: ASM Handbook.
- Cruz, P. D. L., Oden, M., & Ericsson, T. (1998). Influence of plasma nitriding on fatigue strength and fracture of a B-Mn steel. *Materials Science and Engineering A*, 242, 181-194.
- Dalke, A., Burlacov, I., Spies, H. J., & Biermann, H. (2018). Use of a solid carbon precursor for DC plasma nitrocarburizing of AISI 4140 steel. *Vacuum*, 149, 146-149.
- DIN. (1982a). Rotating bar bending fatigue test (Vol. 50113). German, Berlin: DIN.
- DIN. (1982b). Rotating bending fatigue test. Germany: DIN.
- Diaz-Guillen, J. C., Vargas-Gutierrez, G., Granda-Gutierrez, E. E., Zamarripa-Pina, J. S., Perez-Aguilar, S. I., Candelas-Ramirez, J., & Alvarez-Contreras, L. (2013). Surface properties of Fe₄N compounds layer on AISI 4340 steel modified by pulsed plasma nitriding. *Journal of Materials Science & Technology*, 29(3), 287-290. doi:10.1016/j.jmst.2013.01.017
- Dieter, G. H. (1988). *Mechanical Metallurgy*. London: McGraw-Hill.
- Edenhofer, B. (1974). Physical and metallurgical aspect of ionitriding. *Heat Treat. of Metals*, 2, 23-28.
- Garrison Jr, W. M. (1990). Ultrahigh-strength steels for aerospace applications. *JOM*, 42, 20-24.
- GNR. (2015). *GNR- G stress user manual* (Vol. 16). Italy: GNR.
- GNR. (2015). *GNR- G stress user manual*. In GNR (Ed.), (Vol. 16). Italy: GNR.
- Goune, M., Belmonte, T., Redjaimia, A., Weisbecker, P., Fiorani, J. M., & Michel, H. (2003). Thermodynamic and structural studies on nitrided Fe-1.62%Mn and Fe-0.56%V alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 351(1-2), 23-30. doi:10.1016/s0921-5093(02)00277-0
- H.Q. Nguyen a, b., L. Gallimard a,†, C. Bathias a. (2015). Numerical simulation of fish-eye fatigue crack growth in very
- Hacısalıho, I., Yıldız, F., & Çelik, A. (2010). Tribocorrosion behavior of plasma nitrided Hardox steels in NaCl solution. *Tribology International*, 120, 434–445.
- Harry, J. E. (2010). *Introduction to Plasma Technology: Science, Engineering and Applications*. Wiley & Sons.
- Heat treating. (1991). (10 ed. Vol. 4). Metals park OH: American Society for Metals.
- high cycle fatigue. *Engineering Fracture Mechanics*, 13.

- eye” failures for ferrite-perlitic low carbon steel SAE 8620. *Materials Science and Engineering A*, 468(470), 120-128.
- Martin, P. (2011). *Introduction to Surface Engineering and Functionally Engineered Materials*: Wiley.
- Menthe E., R. K. T., J.W., S., & S., S. (1995). Structure and properties of plasma-nitrided stainless steel,. *Surface & Coatings Technology* 74-75, 412-416.
- Mittermeyer, E. J., Volgels, A. B. P., & Schaaf, P. V. D. (1980). Morphology and lattice Distortions of Nitrided Iron and Iron- Chromium Alloys and Steels. *J. Mat. Sci*, 15, 3129-3140.
- Mittemeijer, E. J. (1983). Fatigue of case- Hardened steels; Role of Residual Macro and Microstresses. *J. Heat Treating*, 3(2), 114-119.
- Mittemeijer, E. J., & Somers, M. A. J. (2015). Improving materials performance Thermochemical Surface Engineering of Steels (pp. 209-305): Woodhead Publishing.
- Mohammadzadeh, R., Akbari, A., & Drouet, M. (2014). Microstructure and wear properties of AISI M2 tool steel on RF plasma nitriding at different N₂-H₂ gas compositions. *Surface & Coatings Technology*, 258, 566-573. doi:10.1016/j.surfcoat.2014.08.036
- Muzart, J. L. R., Binder, R., Arroyo, I. K., & Desouza, A. R. (1993). Influence of temper temperature on plasma nitrided layer in AISI-4340 steel. *Journal of Materials Science Letters*, 12(10), 773-774. doi:10.1007/bf00626718
- Ogawa, T., E., S., b, S.-T., & Schönbauer, B. M. (2014). A fracture mechanics approach to interior fatigue crack growth in the very high cycle regime. *Engineering Fracture Mechanics*, 115, 241–254.
- Pellizzari, M., Molinari, A., & Straffelini, G. (2003). Thermal fatigue resistance of gas and plasma nitrided 41CrAlMo7 steel. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 352(1-2), 186-194. doi:10.1016/s0921-5093(02)00867-5
- Podgornik, B., Leskovsek, V., Kovacic, M., & Vizintin, J. (2011a). Analysis and Prediction of Residual Stresses in Nitrided Tool Steel. In P. Scardi & C. L. A. Ricardo (Eds.), *Residual Stresses VIII* (Vol. 681, pp. 352-+). Durnten-Zurich: Trans Tech Publications Ltd.
- Podgornik, B., Leskovsek, V., Kovacic, M., & Vizintin, J. (2011b). Residual Stress Field Analysis and Prediction in Nitrided Tool Steel. *Materials and Manufacturing Processes*, 26(9), 1097-1103. doi:10.1080/10426914.2010.525573
- Pye, D. (2003). *Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing*. Materials Park, Ohio: ASM International
- Raman, S. G. S., & M.Jayaprakash. (2006). Influence of plasma nitriding on plain fatigue and fretting fatigue behaviour of AISI 304 austenitic stainless steel. *Surface & Coatings Technology*, 201, 5906–5911.
- Ratajski, J., Tacikowski, J., & Somers, M. A. J. (2003). Development of Compound Layer of Iron (Carbo)Nitrides During Nitriding of Steel. *Surface Engineering*, 19(4), 285-291.
- Rauscher, H., Perucca, M., & Buyle, G. (2010). *Plasma Technology for Hyperfunctional Surfaces*: Wiley.

- Reddy, A. V. (2004). *Aeronautical and Engineering Component Failures, Part2*. New York, United States of America.
- Ribeiro, K. J. B., de Sousa, R. R. M., de Araujo, F. O., de Brito, R. A., Barbosa, J. C. P., & Alves, C. (2008). Industrial application of AISI 4340 steels treated in cathodic cage plasma nitriding technique. *Materials Science and Engineering: A*, 479(1-2), 142-147. doi:10.1016/j.msea.2007.06.033
- Rosnagel, S. M., Cuomo, J. J., & Westwood, W. D. (1990). *Handbook of Plasma Processing Technology: Fundamentals, Etching, Deposition, and Surface Interactions*: Noyes.
- Ruset, C., & Grigore, E. (2010). Some observations on structure of compound layer produced on steels by plasma nitrocarburising. *Surface Engineering*, 26(1-2), 61-66.
- S., H. J. (1993). Fatigue Behavior of Nitrated steels. *steel Research*, 64, 441-448.
- Sengul, A. B., & Celik, A. (2011). Effect of plasma nitriding on fatigue crack growth on AISI 4140 steel under variable amplitude loading. *Surface & Coatings Technology*, 205(21-22), 5172-5177. doi:10.1016/j.surfcoat.2011.05.027
- Sirin, S. Y., & Kaluc, E. (2012). Structural surface characterization of ion nitrided AISI 4340 steel. *Materials & Design*, 36, 741-747. doi:10.1016/j.matdes.2011.12.025
- Sirin, S. Y., Sirin, K., & Kaluc, E. (2008). Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel. *Materials Characterization*, 59(4), 351-358. doi:10.1016/j.matchar.2007.01.019
- Skrzypek, S. J., & Baczmański, A. Progress in X-Ray diffraction of residual macro-stress determination related to surface layer gradients and anisotropy. *X-Ray Analysis*, 44, 134-140.
- Skrzypek, S. J., & Baczmański, A. Progress in X-Ray diffraction of residual macro-stress determination related to surface layer gradients and anisotropy. *X-Ray Analysis*, 44, 134-140.
- Socie, D. F. (2005). *Multiaxial Fatigue*. United States of America: University of Illinois at Urbana-Champaign.
- Soleimani, S. M. Y., Mashreghi, A. R., Ghasemi, S. S., & Moshrefifar, M. (2012). The effect of plasma nitriding on the fatigue behavior of DIN 1.2210 cold work tool steel. *Materials & Design*, 35, 87-92. doi:10.1016/j.matdes.2011.09.067
- SoltaniAsadi, Z., & Mahboubi, F. (2012). Effect of component's geometry on the plasma nitriding behavior of AISI 4340 steel. *Materials and Design*, 34, 516-521. doi:10.1016/j.matdes.2011.04.066
- Source Book on Nitriding. (1977). Metals Park OH: American Society for Metals.
- Souza, R. C., Voorwald, H. J. C., & Cioffi, M. O. H. (2008). Fatigue strength of HVOF sprayed Cr3C2-25NiCr and WC-10Ni on AISI 4340 steel. *Surface & Coatings Technology*, 203(3-4), 191-198. doi:10.1016/j.surfcoat.2008.07.038
- Sun, S. D., Liu, Q. C., Brandt, M., Luzin, V., Cottam, R., Janardhana, M., & Clark, G. (2014). Effect of laser clad repair on the fatigue behaviour of ultra-high strength AISI 4340 steel. *Materials Science and Engineering A*, 606, 46-57. doi:10.1016/j.msea.2014.03.077
- Sun, Y., & Bell, T. (1991). Plasma surface engineering of low alloy steel. *Materials Science and Engineering: A*, 140, 7 419-434. doi:10.1016/0921-5093(91)90458-Y

- Şengül, A. B., & Çelik, A. (2011). Effect of plasma nitriding on fatigue crack growth on AISI 4140 steel under variable amplitude loading. *Surface & Coatings Technology*, 201, 5906–5911.
- Terres, M. A., & Sidhom, H. (2012). Fatigue life evaluation of 42CrMo4 nitrided steel by local approach: Equivalent strain-life-time. *Materials & Design*, 33, 444-450. doi:10.1016/j.matdes.2011.04.047
- Tilbrook, M. T. (2005). Fatigue crack propagation in functionally graded materials. Ph.D. thesis, University of New South Wales.
- Tilbrook, M. T. (2005). Fatigue crack propagation in functionally graded materials. Ph.D. thesis, University of New South Wales.
- Torres, M. A. S., & Voorwald, H. J. C. (2002). An evaluation of shot peening, residual stress and stress relaxation on the fatigue life of AISI 4340 steel. *International Journal of Fatigue*, 24(8), 877-886. doi:10.1016/s0142-1123(01)00205-5
- William D. Callister, D. G. R. (2009). *Materials Science and Engineering* (8 ed.). USA: Wiley PLUS.
- Withers, P. J., & Bhadeshia, H. K. D. H. (2001). Residual Stress Part 1- Measurement techniques. *Materials Science and Technology*, 17, 355.
- WULPI, D. J. (1985). *Understanding how components fail*. Ohio, USA: American Society for Metals.
- Xu, F. M., Zhu, S. J., Zhao, J., Qi, M., W., F. G., Li, S. X., & Wang, Z. G. (2003). Fatigue crack growth in SiC particulate- reinforced Al matrix graded composite. *Mater Sci Eng A*, 360, 191-196.
- Y., L., L., W., Xu J., & D., Z. (2012). Plasma nitriding of AISI 316L austenitic stainless steels at anodic potential. *Surface & Coatings Technology*, 206, 2430–2437.
- Yan, N., Murakami, R., & Lee, I. (2011). Fatigue behavior of plasma radical nitrided SCM435 steel in super-long life regime. *Metals and Materials International*, 17(4), 577-581. doi:10.1007/s12540-011-0808-6
- Yasavol, N., & Mahboubi, F. (2012). The effect of duplex plasma nitriding-oxidizing treatment on the corrosion resistance of AISI 4130 steel. *Materials & Design*, 38, 59-63. doi:10.1016/j.matdes.2012.01.047
- Zhong, H., Dai, L., Yue, Y., Wang, B., Zhang, X., Tan, C., . . . Liu, R. (2016). Tribological properties of plasma-nitrided AISI 4340 steel in vacuum. *Materials Science and Technology*, 32(4), 275-281. doi:10.1080/02670836.2015.1121341
- Zhou, C., Wang, M. Q., Hui, W. J., Dong, H., Wang, L., & Wu, R. (2013). Rotating bending fatigue properties of two case hardening steels after nitriding treatment. *Materials & Design*, 46, 539-545. doi:10.1016/j.matdes.2012.08.061

ÖZGEÇMİŞ

Mohammad BAFANDEGAN, 1976 yılında İran-Tebriz’de doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Tebriz’de tamamladı. 1994 yılında Ön lisansı Tebriz Teknik Üniversitesi Makine Anabilim Dalında tamamladı. 1998 yılında Maşhad şehrinde yer alan İslam Azad Üniversitesi Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Tasarım Bilim Dalında lisansı tamamladı. Yüksek lisansını 2005 yılında Tebriz Üniversitesi Makina Fakültesi Makina Mühendisliği Bölümü Tasarım Bilim Dalında tamamladı. 2012 yılında Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makina Mühendisliği Anabilim Dalın da doktora başladı.

2000 yılından itibaren ADVMCO fabrikasında çalışmaktadır ve 10 yıldır bu fabrikada Araştırma ve Geliştirme (R&D) müdürü olarak çalışmalarına devam etmektedir. Evli ve iki çocuk babasıdır.