

SAKARYA ÜNIVERSITESI FEN BILIMLERI ENSTITÜSÜ DERGISI



http://dergipark.gov.tr/saufenbilder

Pulse plazma yöntemi modifiye edilmiş sıcak iş takım çeliklerinin yüzey özellikleri

Yıldız Yaralı Özbek1

03.08.2016 Geliş/Received, 20.10.2016 Kabul/Accepted

doi: https://doi.org/10.16984/saufenbilder.296813

ÖZ

Pulse plazma prosesi bir modifikasyon yöntemidir. Bu çalışmada; sıcak iş takım olan W360 ISOBLOC çeliğinin yüzeyleri pulse plazma sistemi ile modifiye edilmiş ve bu yüzeylerin mekaniksel ve mikroyapısal özellikleri araştırılmıştır. Deneysel çalışmalarda üç farklı nozul mesafesi (30mm, 40mm, 50mm) ve pulse sayısı (15, 10, 5) kullanılmıştır. Modifiye edilen numunelerin optik mikroyapı fotoğrafları çekilmiş ve modifikasyon tabaka kalınlıkları ölçülmüştür. Pulse plazma prosesinin uygulandığı parametrelerin değişiminin modifikasyon tabaka kalınlığını ve yapısını etkilediği belirlenmiştir. Modifikasyon tabakasından alınan x-ışını analizlerinde FeN, Fe₂N, γ - Fe piklerine rastlanmıştır. Çelik yüzeylerine SEM ve EDS analizleri uygulanmıştır. Mikrosertlik ölçümlerinde mesafeye ve pulse plazma parametrelerine göre değişen sertlik değerleri elde edilmiştir. Modifikasyon işlemi uygulanmadan çeliğin sertlik değeri 4-6 kat artmıştır.

Anahtar Kelimeler: Pulse plazma, Sıcak iş takım çeliği, Modifikasyon, Sertlik

The surface properties of hot work steel modificated with pulse plasma treatment

ABSTRACT

In this study, the surface properties of a W360 ISOBLOC as hot work steel was investigated in respect to mechanical and microstructural aspects. Three were three different sample-plasma gun nozzle distances (30, 40 and 50 mm) and three different pulse number (5,10 and 15) were chosen for the surface modification at a constant battery capacity of 800 mf. After pulse plasma surface treatment, the modified surface layers were examined using an optical microscope. The SEM and EDS analyses were applied to surface on samples. It was observed that surface treatment affects the formation of a new structure. XRD analyses was done. The new phases were formed such as FeN, Fe2N, γ - Fe, W3O which is located in the modification layer. The samples were also subjected to micro-hardness measurements. It was found that the hardness values of modified surfaces are 4-6 times higher than that of the untreated samples.

Keywords: Pulse plasma, Hot work steel, Modification, Hardness

¹ Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü – yyarali@sakarya.edu.tr

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Endüstriyel alanlarda, kesici, delici ve şekil verici olarak kullanılan metal çalışma parçalarının (öğütücü parçalar, matkaplar, kalıplar, pres, haddeler v.s..) çalışma yüzeyleri yüksek ısı dayanımına ve sertliğe sahip olması gerekmektedir. Ayrıca teknolojideki gelişmeler ile iş parçalarının korozyon, aşınma ve yorulma dayanımlarının da sürekli arttırılmasını beklenmektedir. Bu beklentilerle beraber, geliştirilecek proseslerin hem ekonomik hem ekolojik dengeye zarar vermeyen teknolojiler olması da arzu edilmektedir [1-3].

Bu sebeplerle konsantre enerji kaynaklarının kullanıldığı (lazer, elektron demeti, plazma v.s gibi) yüzey işlemleri sıklıkla araç gereçlerin sertleştirilmesi için kullanılmaktadır [4]. Konsantre enerji kaynakları metalin yüzey tabakasının hızlı ısıtılmasına (ısıtma süresi 1x10⁻³-1x10⁻⁶sn.), peşinden de ısının hem yapıdan hem de çevreden atılması için yoğun soğutulmasına neden olmaktadır. Bu yüksek oranlarda ki ısıtma ve soğutmalar metalin yüzey katmanlarında dağılmış bir kristal yapıya, yüksek dislokasyon yoğunluğuna, karbon ve azot iceriklerinde dalgalanmalara sebebiyet vermektedir [5,6]. Hızlı ısınma ve soğuma sonucunda dengede olmayan amorf nanokristalin yada metastabil fazlar oluşmakta ve bu fazlar yüzey özellikleri geliştirmektedir. Sertlik artmaktadır [7]. Hızlı ısınma ve soğuma celiklerin yalnızca yüzey tabakalarında ostenit oluşumuna imkan tanır [4].

Pulse plazma teknolojisi parçaların yüzey modifikasyonu için geliştirilmiştir [4-6]. Esas olarak yoğun enerjili pulse kullanımı malzemenin işlem yüzeyinde morfolojinin değişimine yol açarak modifikasyona sebep olmaktadır [4,5]. Pulse, yoğun elektron ışını malzemelerin mikroyapısının ve faz kompozisyonunu değiştirerek yüzey özelliklerini gelistirmektedir. Bu teknoloji vüzevde homojen bir tabaka olusumuna sebep olmaktadır [6]. Yüzey teknolojileri için sadece pahalılık, verimsiz sonuçlar ve yüksek üretim maliyetleri değil ayrıca, enerji, malzeme, üretim kapasitesi diğer sorun teşkil eden konulardır. Pulse plazma teknolojisi ile bahsi geçen dezavantajlar ortadan kaldırılarak malzemelerin yüzey özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmaktadır.

Çalışmaya konu olan sıcak iş takım çelikleri yüksek sıcaklıkta metalik malzemelerin talaşsız şekillendirilmesinde kullanılan malzemeleridir [7]. W360 ISOBLOC standart sıcak iş takım çeliğidir. 360 ISOBLOC ılık ve sıcak dövme kalıpları ve zımbaları için geliştirilmiş bir takım çeliğidir. Sıcak iş takım çeliklerinin çok iyi tokluğu ile birlikte, yüksek hız çeliklerinin yüksek sertliğinin avantajlarına sahiptir. Sertlik ve tokluğun istendiği çok çeşitli uygulamalarda kullanılabilir.

Bu çalışmada endüstiride yoğun kullanımı olan W360 ISOBLOC sıcak iş takım çeliklerinin yüzeyleri pulse plazma yöntemi ile modifiye edilmiştir. Yüzey işlemi uygulanmış parçaların mikroyapısal ve mekaniksel özellikleri araştırılmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERİMENTAL PROCEDURE)

Kimyasal içeriği Tablo 1'de verilen çubuk halinde W360 ISOBLOC sıcak iş takım çeliği CNC tezgahında silindirik olarak 20mm çapında 10mm yüksekliğinde kesilmiştir. Kesim işlemi sonrası numuneler 60, 120, 240, 400 ve 600 mesh'lik zımparalardan geçirilmiştir. Zımpara işlemi sonrası numunelerin yüzeyleri alkolle temizlenmiş ve pulse plazma işlemi için hazır hale getirilmiştir. Pulse plazma sistemi için hazırlanan numunelerin Tablo 2'de verilmekte olan deney şartlarına göre yüzeyleri modifiye edilmiştir. Pulse plazma öncesi numunelere herhangi bir ön işlem uygulanmamıştır (karbürizasyon vb. gibi). Bu çalışmada tükenen elektrod olarak W kullanılmıştır. Pulse plazma işleminin uygulandığı sistemin resimleri Şekil 1'de verilmektedir.



Şekil 1. a)Pulse plazma uygulama sistemi (plazmatron), b) kontrol paneli ve güç üniteleri (pulse plasma system, b)control unit and power unit)

Tablo 1. W360 ISOBLOC sıcak iş takım çeliğinin kimyasal içeriği (the chemical analyses of W360 ISOBLOC hot work steel)

	1	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Mo	Al
/360	OBI	%	%	%	%	%	%	%	%	%
>	IS	0,597	0,301	0,271	0,0122	0,0014	3,88	0.505	4,77	0.0179
C		Cu	¶2	Ξ	Λ	W	Pb	Sn	в	Fe
%		%	%	%	%	%	%	%	%	%
0.56	67	0.136	0,0101	0,0017	1,59	~ 6,30	0,0017	0,0109	0,0027	81

Tablo 2. Pulse plazma işleminin uygulama şartları(the process parameters of pulse plasma treatment)

Numune No	h (mm)	Numune- nozul mesafesi(mm	Pulse sayısı	Pil Kapasitesi, (mf)	Elektrod	Modifikasyon Tabaka Kalınlığı, µm
1	10	30	5	800	W	13
2	10	30	10	800	W	12
3	10	30	15	800	W	15
4	10	40	5	800	W	10
5	10	40	10	800	W	13
6	10	40	15	800	W	18
7	10	50	5	800	W	9
8	10	50	10	800	W	12
9	10	50	15	800	W	20
10	10	60	5	800	W	8
11	10	60	10	800	W	18
12	10	60	15	800	W	19

Pulse plazma işlemi uygulanmış numuneler öncelikle modifiye olan yüzeylerinde meydana gelmiş spot merkezlerini ortalayacak biçimde kesme cihazı (Discotom 6) ile hassas biçimde kesilmiş ve kesit incelemesi yapılmak amacıyla bakalite alınmıştır. Bakalite alınan numuneler standart numune hazırlama yöntemlerine uygun olarak sırasıyla 120, 240, 320, 400, 600, 800,1000, 2400, 4000 meshlik zımparalama kademelerinden geçirilmiştir. İyice yıkanarak zımparalama kademesinden gelecek aşındırıcılardan temizlenen numuneler, 3 μ 'luk elmas pasta ile parlatılmışlardır. Metalografik olarak hazırlanan numuneler %3'lük nital dağlayıcısı ile dağlanmış ve Zeiss marka optik mikroskopla numunelerin değişik büyütmelerde fotoğrafları çekilmiştir. Metalografik olarak hazırlanan numunelerin Future Tech marka mikrosertlik cihazında 5 gr yük altında 15 sn. süre ile sertlik değerleri alınmıştır. Sertlik değerleri, numune üzerinde 3 farklı bölgede sertlik deneyi uygulanarak elde edilmiş üç değerin ortalaması alınarak bulunmuştur. Üretilen numuneler kesme işlemine tabi tutulmadan önce X-ışını analiz çalışmaları yapılmıştır. Rigaku 6600 model X-ışını cihazı ile 2° açıyla ölçümler alınmıştır. Kesit görüntü için hazırlanan numunelerden bazıları iletken bakalite alınarak SEM analizleri için hazırlanmıştır. SEM ve EDS çalışmaları Jeol-6600 marka cihazla yapılmıştır.

Farklı mesafe ve farklı pulse atışlarında üretilen kaplamaların yüzeyleri, optik mikroskop kullanılarak incelenmiştir. Şekil 3a,b,c,d,e,f,g, h'de 30mm, 40mm ve 50mm mesafede 5 ve 10 pulse için numune gruplarının kesit mikroyapıları verilmektedir. Optik yapı görüntülerinde kontrast farklılığından bileşik tabaka ve difüzyon tabakasından oluşan modifikasyon tabakası net bir biçimde görülmektedir. Yüzeyden içeri doğru önce bileşik zon sonra difüzyon zonu oluşmuştur. Yüzeylerde görülen beyaz zon bileşik zon olarak adlandırılmaktadır [6,8].

Değişik parametrelerin modifikasyon tabakası üzerine etkisi optik yapılardan görülebilmektedir. Pulse sayısı arttıkça modifikasyon tabakası kalınlaşmış ve daha homojen bir hale gelmiştir [4]. Bunun nedeni pulse sayının artışıyla yüzeye gelen iyonize ürün miktarının artışıyla açıklanabilir [6,8]. Tablo 2'de verilmekte olan modifikasyon tabaka kalınlık değerlerinden bu oluşum rahatlıkla görülebilmektedir.

Mesafe 30mm'den 40mm ve 50mm'ye yükselmiştir. 30mm vüzevde asırı ısınmadan dolavı gördüğümüz ergime olayları mesafe artışıyla azalmıştır. Mesafenin artması sonuçlardan da görüleceği üzere modifikasyon tabaka kalınlıklarının düşmesine sebebiyet vermiştir. Bu düşüşün nedeni nozul ve numune mesafesi arttığında pulse plazma etkisinin azalmasıdır. İyonize ürünlerin numune yüzeyine düzgün ve doğru şekilde gelememesi yani nozuldan yüksek hızda çıkan iyonlaşmış gazların yüzeye tam erişememiş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir [6]. Ayrıca yukarıda da belirtildiği üzere pulse sayısının artması yine 4 no'lu ve 6 no'lu numuneler arasında modifikasvon tabaka kalınlıklarında farklılık oluşumuna sebebiyet vermiştir.

Y.Y.Özbek / Pulse plazma yöntemi modifiye edilmiş sıcak iş takım çeliklerinin yüzey özellikleri

Pulse sayısının artması ile optik görüntülerden de anlaşılacağı üzere daha homojen ve düzgün yapıda bir tabakanın oluşumu gözlenmiştir [8].

10, 11 ve 12 nolu numune gruplarında nozul numune arası mesafenin en yüksek değerde olması itibariyle kaplama tabaka kalınlıkları azalmıştır.





Şekil 2 Pulse plazma işlemi sonrası numunelerin kesitlerinden alınan optik mikroyapı görütüleri a) 1 ,b)2, c)4, d)5, e)7,f)8, g)10, h)11, (the optic micrograph of samples a)1, b)2, c)4, d)5, e)7, f)8, g)10, h)11)

Şekil 3'de 6 no'lu numunenin kesit yapısından alınmış SEM ve EDS analizleri verilmektedir. Modifikasyon tabakası net bir biçimde görülmektedir. Tabaka üzerinden alınan EDS nokta analizlerinde değişik oranlarda wolfram olduğu görülmüştür. Pulse plazma işlemi esnasında tükenen elektrod olarak kullanılan wolframın tabaka içindeki varlığı elektrodun başarılı bir biçimde çalışma parçası içine difüze olabildiğini göstermektedir. Şekil 4'de ise 9 no'lu numunenin (50 mm mesafe 15 pulse) SEM ve EDS analizleri verilmektedir. Yine bileşik zon ve difüzyon zonu gözükmektedir. Ayrıca EDS analizlerinde görülmüştür ki bu numune grubunda mesafenin artışıyla birlikte yüzeyde wolfram bulunma yüzdelerinde bir azalma olmuştur. Bu azalma mesafenin artışıyla odaklanmanın zorlaşmasından kaynaklanmış olabilir.



6	1	5,31	0,9
	2	7,97	0,5
	3	7,94	0,6
	4	7,58	0,2
	5	0	0

Şekil 3 a) 6 no'lu numuneye (40 mm mesafe 15 pulse)ait SEM görüntüsü ve EDS analizi (the SEM and EDS analyses of sample 6)

Şekil 5a'de işlem uygulanmamış saf W360 ISOBLOC çeliğinin XRD sonuçları görülmektedir. Görüldüğü üzere yapı içerinde sadece α -Fe piki vardır. Şekil 5b'de ise pulse plazma işlemi uygulanmış 8 no'lu numunenin XRD sonuçları görülmektedir. Pulse plazma işlemi sonrası yüzeyde nitrür ve wolfram esaslı yeni fazlar meydana gelmiştir [1,2,6].

X-ışını analiz sonuçlarında; kaplama kalınlık değerlerinin değişimlerinde etken olduğunu açıkladığımız numune nozul arası mesafenin ve pulse sayısının pik genişlemelerinde ve pik şiddetlerinde değerlerinde değisikliğe vol açmış olduğu görülmüştür. Bu değişim yüzeye gelen iyonize ürün miktarı ile acıklanabilir. Yapıda görülen FeN, Fe2-3N, W₃O, γ-Fe fazları malzeme yüzey özellikleri etkileyen önemli fazlardır. Özellikle nitrür esaslı fazlar, wolfram ve wolframoksit bileşikleri sertlik ve aşınma dayanımlarının artmasında etkili fazlardır [6,9,10]. Tyurin ve arkadaşları da yaptıkları çalışmalarda aynı fazların varlıklarını tespit etmişlerdir [4].



Şekil 4 a) 7 no'lu numuneye (50 mm mesafe 15 pulse)ait SEM görüntüsü ve EDS analizi (the SEM and EDS analyses of sample 7)



Y.Y.Özbek / Pulse plazma yöntemi modifiye edilmiş sıcak iş takım çeliklerinin yüzey özellikleri

No	Fazlar	No	Fazlar
1	Fe ₃ O ₄	7	W
2	Fe ₃ O _{4,} W3O	8	Feγ,FeN
3	Fe ₂ N	9	Fe_2N
4	W	10	Fe
5	Fe ₂ N, Feγ,	11	Fe ₃ O ₄
	FeN		
6	FeN	12	Feγ, FeN
		13	Fe, Fe ₂ N

Şekil 5 XRD analiz sonuçları a)pulse plazma uygulanmamış numune, b) pulse plazma işlemi uygulanmış 8 no'lu numune(50 mm-10pulse), the Results of XRD for a) untreatment sample, b) pulse plasma treated samples)



Şekil 6 Pulse plazma uygulanmış çelik gruplarının mikrosertlik değerleri (HV) (the hardness values of steel samples producted by pulse plasma process)

İşlem uygulanmadan önce 250 HV olan numunelerin sertlikleri pulse plazma işlemi uygulanmasıyla parametrelere göre değişiklik arz ederek artmıştır. Pulse plazma uygulanmış numunelerin sertlik diyagramları Şekil 6'da verilmektedir. Yüzeylerde işlem sonrası 4-5 kat sertlik artışı görülmüştür. Özellikle işlem etkisiyle yüzeydeki tane boyutların azalması (hızlı ısınma ve soğuma etkisivle) ve vüzevde varlığı XRD sonuçları ile belirlenmiş FeN, Fe2N gibi fazlar yüzeylerin mekanik veni özelliklerin gelismesinde cok etkili olmustur [10]. Faz miktarlarını etkileyen proses parametreleri aynı şekilde sertlik değerlerini de etkilemiştir. En yüksek sertlik değerleri 50 mm mesafede ve 15 pulse sayısı ile elde edilmiştir. Sertlik değeri 1500 HV'ye kadar çıkmıştır. Mesafenin değişimi ve pulse sayısı sertlik değerlerini de değiştirmiştir. Mesafenin azalmasıyla yüzeyde aşırı ısınma etkisiyle sertlikte bir miktar düşme

oluşmaktadır. Mesafenin artışı ile odaklanma problemi sebebiyle oluşan sert faz miktarlarındaki azalma sebebiyle sertlik de düşüş meydana gelmiştir. Pulse sayısı arttıkça yüzeye difüze olacak iyonize gaz ürün miktarı artacağından sertlik değeri artmaktadır [4,6,8]. Uglov ve Podgornik arkadaşları ile yaptıkları çalışmalarda benzer sonuçları elde etmişlerdir.

Isınma ve soğuma hızının artması sertleşmiş malzemenin boyutunu ve sertleşme derinliğini azaltır. Çok hızlı ısınmadan dolayı, ostenit oluşumu ve karbonun difüzyonu sınırlıdır. Isınma ve soğumanın yüksek hızı genellikle ostenitin büyümesini engeller [11-12].

Pulse plazma işlemi uygulanmış numune gruplarının yüzeylerinde hızlı katılaşmadan dolayı amorf fazlar oluşmaktadır. Pulse plazma sisteminde kullanılan yüksek enerji difüzyonu artırmıştır. Hızlı ısınma ve katılaşma plastik deformasyona, dislokasyon hücrelerine artmasına sebep olarak, yüzey özelliklerinin gelişimine yol açmıştır [8,12].

4.SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

- Pulse plazma işlemi ile iş parçalarının yüzeyinde bir modifikasyon tabakası meydana gelmiştir. Bu tabaka bileşik ve difüzyon zonlardan oluşmaktadır.
- 2) Modifikasyon tabakasının kalınlıkları ölçülmüş ve tabaka kalınlıklarının pulse plazma proses parametrelerine bağlı olarak değiştiği gözlemlenmiştir. Pulse sayısı arttıkça modifikasyon tabaka kalınlığı artmakta ve daha homojen ve düzgün bir hal almaktadır.
- Modifikasyon tabaka kalınlığında nozul mesafesi de etkilidir. Bu çalışmada en yüksek değerin görüldüğü mesafe 50 mm'dir
- İşlem sonrası yüzeyde FeN, Fe₂N,W₃O,γ ostenit gibi yeni ve sert fazların oluşumları görülmüştür.
- 5) İşlem öncesi 250 HV olan sertlik değerlerinde 5-6 katlık bir değer artışı mevcuttur. En yüksek sertlik değeri 9 nolu (50mm mesafe 15 pulse) numune grubunda görülmüştür.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

 Quercia,G.,Grigorescu, I., Contreras, H., Di Rauso, C., Gutierrez-Campos, D., "Friction And Wear Behaviour Of Several Hard Materials", PP. 359-369, 2001

- [2] Kessler, O.H., Hoffmann, F.T., Mayr, P., "Combinations Of Coating And Heat Treating Processes: Establishing A System For Combined Processes And Examples", Surface And Coatings Technology, Vol.108–109, Pp.211–216, 1998,
- [3] Kwok, C.T., Lk, H., Cheng, F.T., Man, H.C., "Effect Of Processing Conditions On The Corrosion Performance Of Laser Surface-Melted A1s1 440c Martensitic Stainless Steel", Surface And Coatings Technology, Vol.166, Pp.221–230, 2003
- [4] Tyurin, N., Kolisnichehk, O.V, Ve Tsygankov, N.G., "Pulse Plasma Hardening Of Tolls", The Paton Welding Journal, Vol.1, Pp. 38-43, 2001
- [5] Zdunek, K., Baszkiewicz, J., Boldok, Z., Jelenkowski, J., Psoda, M., Smolik, J., "Dublex Antiabrasive Coating Produced By Impulse Plama Deposition", Surface And Coatings Tech., Vol. 98, Pp.1444-1447, 1998
- [6] Yaralı, Y., "Pulse Plazma Teknolojisi İle Çeliklerde Yüzey Modifikasyonları" Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Ens., Yüksek Lisans Tezi, 2003
- [7] Uglov, V.V., Anishchik, V.M., Stashynski, V.V., Sveshnikov, Y.V., Rumiancev, I.N., Kostyukevich, E.A., "Structure And Phase Transformation Of Iron Surface Layer Treated By Compression Nitrogen Plasma Flows", Surface And Coatings Technology, Vol. 180 – 181, Pp.633–636, 2004
- [8] Proskurovsky, D.I, Rotshtein,V.P, Ozur, G.E. Ivanov Yu.F., Markov, A.B., "Physical Foundations For Surface Treatment Of Materials With Low Energy, High Current Electron Beams", Surface And Coatings Technology, Vol.125, Pp.49–56, 2000
- [9] Uglov, V.V., Anishchik, V.M., Astashynski, V.V., Sveshnikov, Y.V., Rumiancev, I.N., Kostyukevich, E.A., "Structure And Phase Transformation Of Iron Surface Layer Treated By Compression Nitrogen Plasma Flows", Surface And Coatings Technology, L.180 – 181, Pp.633–636, 2004
- [10] Langner, J., Piekoszewski, J., Werner, Z., Tereshin, V.I., Chebotarev, V.V., Garkusha, I., Wali, L., Sartowska, B., Starosta, W., Szymczyk, W., Kopcewicz, M., Grabias, A., "Surface Modification Of Constructional Steels By Irradiation With High Intensity Pulsed Nitrogen Plasma Beams", Surface And Coatings Technology, Vol. 128-129, Pp.105-111, 2008
- [11] Podgornik, B., Vizintin, J., "Wear Resistance Of Pulse Plasma Nitrided A1s1 4140 And A355

Steels", Materials Science And Engineering , Vol. A315, Pp.28–34, 2001

 Y.Y. Ozbek, C. Sarioglu, M.Durman, 2014,
"Surface Properties Of M2 Steel Treated By Pulse Plasma Technique", Vacuum, Vol.106, 2015