



GAZ KARIŞIMLARININ İYON NİTRÜRLEME ÜZERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

(THE INVESTIGATION OF THE EFFECT OF GAS MIXTURES ON ION NITRIDING)

Ayhan ÇELİK*, Mehmet KARAKAN*, Akgün ALSARAN*

ÖZET/ABSTRACT

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

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

ANAHTAR KELİMELER/KEYWORDS

İyon nitürasyon, Gaz karışımları, Yüzey sertleştirme
Ion nitriding, Gas mixtures, Surface hardening

1. GİRİŞ

Malzemenin yüzey sertliğini artırmak için yapılan sertleştirme işlemleri uzun yıllardır uygulanmaktadır. En yaygın olarak kullanılan nitrürasyon, sementasyon, borlama bunlardan birkaç tanesidir. Ancak özellikle sanayileşmiş ülkelerde son yıllarda iyon nitrürasyon (glow discharge) metodu yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır (Edenhofer, 1974). Bunun sebebi bu yöntemin bilinen tekniklere göre birçok avantajlara sahip olmasıdır. Bunlar, işlem zamanının kısa olması, ihmal edilebilir derecede distorsiyon, nitrürleme işleminden sonra ek bir ısıtma işlemi gerektirmemesi, kirlilik probleminin olmaması, düşük elektrik ve gaz sarfiyatı olmamasıdır (Chen vd., 1993; Metin vd., 1987). Ayrıca işlem sonrası elde edilen tabakaların (beyaz tabaka ve difüzyon tabakası) hassas olarak kontrol edilebilir olması işlem sonrası sert, aşınmaya ve yorulmaya dayanıklı yapı elde edilmesi bu avantajlardandır (Karadeniz, 1990; Chu vd., 1996; Çelik vd., 1995).

Düşük alaşımlı çelikler, takım çelikleri, paslanmaz çelikler, demir gibi birçok metal ve alaşımları bu yöntem ile sertleştirilebilir. Bu malzemelerin iyon nitrürlenmesinde genellikle azot ve hidrojen gaz karışımları kullanılmaktadır. Ancak bu karışıma alternatif teşkil edebilecek gaz atmosferleri olarak azot + argon azot + neon karışımlarının değişik oranlardaki kompozisyonlarının işlem üzerine etkileri hakkında çalışmalar yapılmıştır (Hudis, 1972; İnal vd., 1989; Muraleedharen vd., 1992; Fancey vd., 1995; Fancey vd., 1995).

Düşük basınçlarda anod-katod arasına uygulanan gerilim sonrası oluşan glow discharge'de kullanılan gazın cinsine göre azot, hidrojen, argon gazlarının iyonları, nötral molekülleri, elektronları yer almaktadır (Hudis, 1972). Özellikle N^+ iyonları işlemin ana elemanıdır. Çünkü yüzeye azot emdirmek amaçlanmaktadır. Ancak tek başına azot gazı plazmasıyla yapılan nitrürleme işleminde gerekli iyileşmelerin sağlanmadığı görülmektedir (İnal vd., 1989; Karakan, 1998). Bundan dolayı azot, hidrojen, argon gazlarının birlikte oluşturdukları karışımlardan faydalanma yoluna gidilmiştir. Bu çalışmada da ikili ve üçlü gaz karışımları oluşturularak işlem için en iyi gaz karışımı araştırılmıştır.

İyon nitrürasyon işleminden sonra, numuneler incelendiğinde iki farklı bölgenin oluştuğu görülmektedir. En dış kısımda demir nitrürlerden Fe_{2-3} (ϵ), Fe_4N (γ) oluşmuş çok ince bir tabaka meydana gelmektedir. Bu tabaka, beyaz tabaka olarak adlandırılmaktadır. Beyaz tabakanın altında, azot atomlarının demir atomları arasında arayer atomları olarak ve ince bir şekilde dağılmış alaşım nitrürlerinden oluşmuş difüzyon tabakası mevcuttur (Edenhofer, 1974).

2. MATERYAL VE YÖNTEM

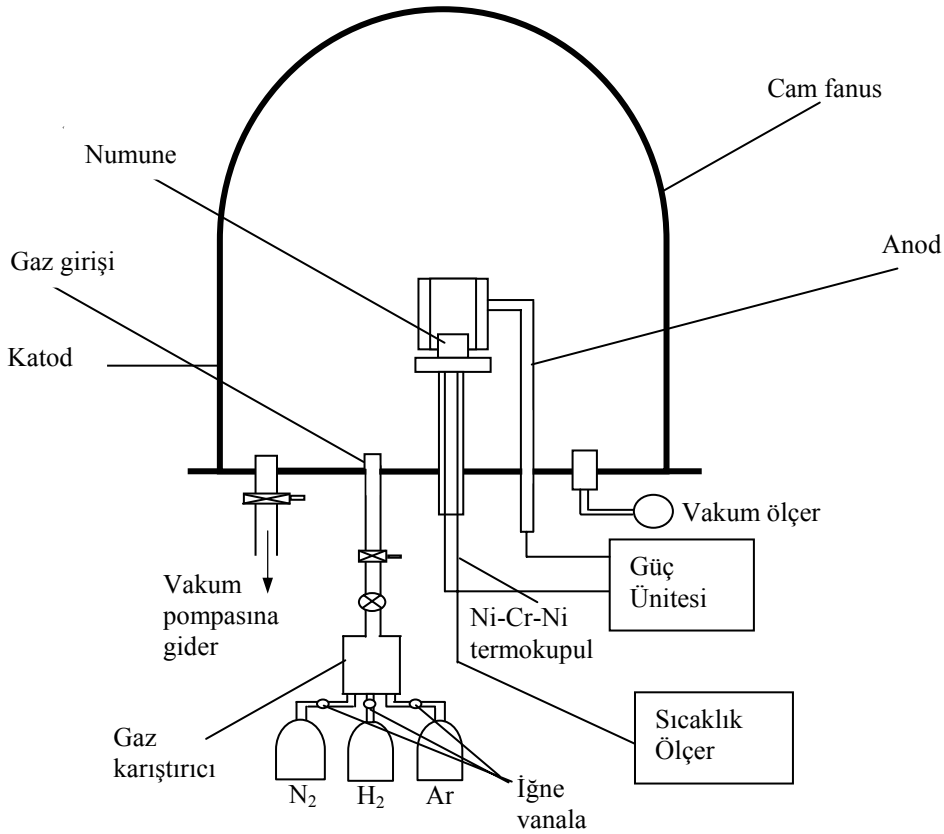
DeneySEL çalışmalar için Çizelge 1'de kimyasal kompozisyonu verilen AISI 8620 çeliği kullanılmıştır.

Çizelge 1. AISI 8620 çeliğinin kimyasal kompozisyonu (%)

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

Numuneler 10 mm uzunluğunda 10 mm çapında parçalar halinde kesilerek, torna tezgahında hazırlanmış ve 1200 numaralı silikon karbid kağıdından geçirilmiştir. Ayrıca işlem öncesi her bir numune asetonla temizlendikten sonra işlem odasına yerleştirilmiştir. Şekil 1'de şematik olarak verilen deney düzeneğine numuneler konularak işlem başlatılmıştır. Başlangıçta işlem odasının basıncı vakum pompası yardımıyla 3×10^{-2} mbara getirilmiştir.

Daha sonra sisteme bağlı olan azot, hidrojen ve argon tüplerinden önceden saptanmış olan gaz kompozisyonuna göre gazlar işlem odasına verilmiştir. Çalışma basıncı her gaz karışımına göre 5 mbar olarak ayarlanmıştır. Sıcaklık ölçümü alttan parçaya temas eden termokupul vasıtasıyla yapılmıştır. Bütün deneyler, 500 °C'ta sıcaklık ve 1, 4, 8 saat süreyle nitrürlenmiştir. Süre bittiğinde güç kaynağı ve gazların kapatılması sonrası malzeme vakum ortamında soğutulmuştur. Her deneyde aynı şartlarda iki numune fanusa yerleştirilmiş ve işlem sonrası bu numunelerden bir tanesi, X-Ray difraksiyon incelemelerinde, diğer numune ise mikrosertlik ölçümleri ve optik mikroskop incelemeleri için kullanılmıştır. Mikrosertlik ölçümler için, yüzeyden başlayarak difüzyon tabakasının bitimine kadar belirli aralıklarla sertlik taraması yapılmıştır ve aynı zamanda beyaz tabaka kalınlığı da ölçülmüştür. Aynı numune daha sonra optik mikroskopta incelemeye tabi tutulmuştur.



Şekil1. İyon nitrürasyon cihazının şematik gösterimi

3. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

İyon nitrüleme uygulanan malzemelerin sertlikleri, oluşan metalurjik iç yapı, beyaz tabaka ve difüzyon tabakalarının kalınlıkları, XRD, mikrosertlik ve optik mikroskop vasıtasıyla analiz ve incelemelere tabi tutulmuş, gaz karışım oranlarına göre yapılarda ve sertlikte meydana gelen değişimler incelenmiş ve iyon nitrürasyon işlemi için uygun gaz karışım ve oranlarının tespitine çalışılmıştır.

3.1. Mikrosertlik Ölçüm Değerleri

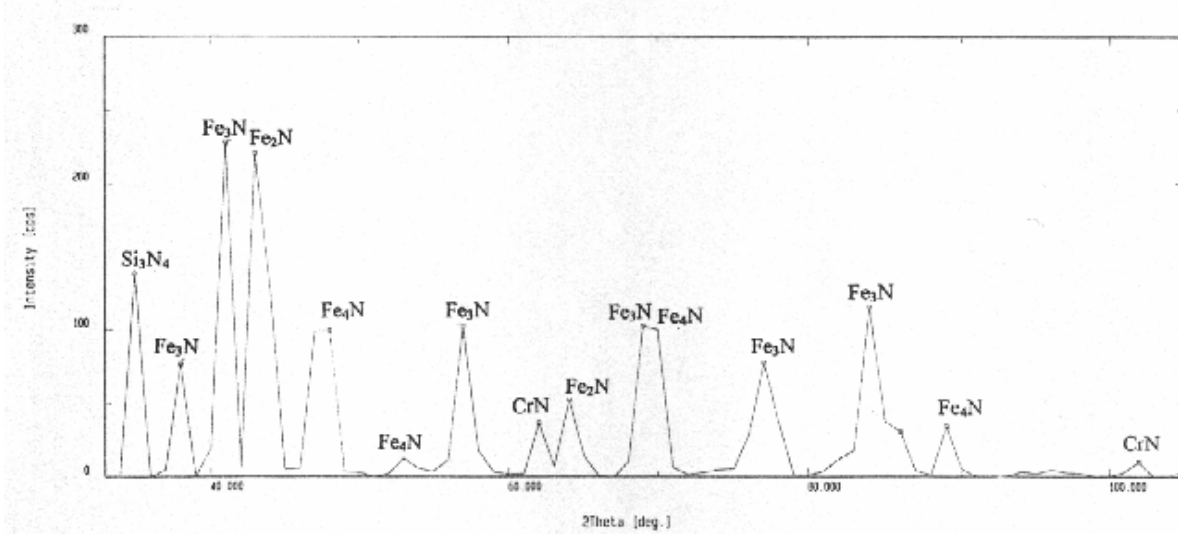
İşlem sonrası numune yüzeyinde oluşan sertlik değerleri ve difüzyon tabakası derinliğini tespit etmek amacıyla, ölçüm öncesi parlatılmış olan her bir deney numunesi alınarak en dış kısımdan 30 µm uzaktan başlamak ve her bir noktada birkaç ölçüm almak üzere 30 µm

aralıklarla merkeze doğru sertlik değerleri 50 gr yük için Vickers sertliği cinsinden ölçüldü ve elde edilen değerler bilgisayarda değerlendirilerek çizelge halinde sonuçların irdelenmesi yapıldı.

Çizelge 2’de görüldüğü gibi özellikle hidrojen içeren gaz kompozisyonlarında yüzey sertliğinin arttığı gözlenmiştir. Ancak argonun bulunduğu ikili karışımlarda, argonun yüzeyde sertlikte artışa sebep olurken sertliğin yüzeyden uzaklaştıkça hızla düştüğü ve difüzyon tabakası derinliğinin azlığı dikkat çekmektedir. Nitrüleme zamanının artışı ile difüzyon tabakası derinliğinde artış gözlenmektedir. Ancak nitrüleme zamanının artışı bütün gaz karışımlarında yapılan deneylerde yüzey sertliğinin azalmasına sebep olmuştur. 4 saat nitrülemeye en yüksek sertlik elde edilmesine rağmen, bu süre 8 saate çıkarıldığında sertlik azalmaktadır. Yüksek nitrüleme zamanları malzemede temperleme etkisi gösterdiğinden sertlik azalmaktadır (Robino vd.,1983).

3.2. X-Ray Difraksiyon Analizi

İyon nitrülenmiş malzemelerde meydana gelen yapıları tespit etmek amacıyla yapılmış deney numunelerinin her biri, Cu K α radyasyon kullanan X-Ray difraktometrede 35-105 derece 2 θ açısı arasında taratılarak aşağıda grafiklerde verilen yapılar tespit edilmiştir. Her kompozisyon için X-Ray difraksiyon analizi yapılmasına rağmen burada tamamının verilmesi zor olacağından, değişik gaz karışımlarına tipik örnek teşkil eden aşağıdaki şekiller verilmiştir.



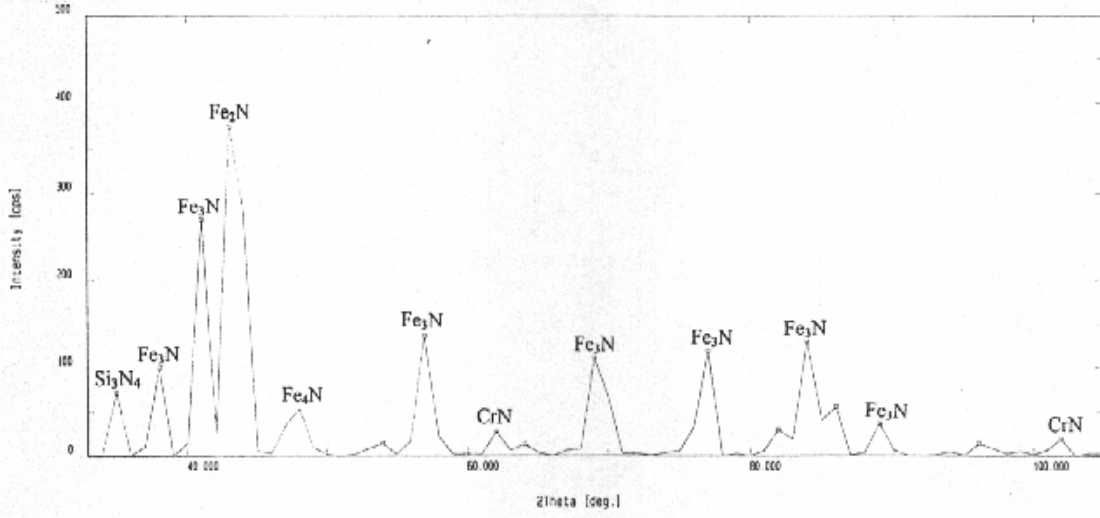
Şekil 2. %20 N₂ + %80 H₂ gaz karışımında, 1 saat nitrülen malzemenin X-Ray difraksiyonu

Şekil 2’de %20 N₂ + % 80 H₂ gaz karışımında 1 saat , Şekil 3’de %20 N₂ + %80 Ar gaz karışımında 1 saat ve Şekil 4’de ise % 60 N₂ + % 20 H₂ + % 20 Ar gaz karışımında 1 saat nitrülen malzemelere ait X-Ray difraksiyon grafikleri verilmiştir. Şekiller incelendiğinde üç farklı gaz karışımı durumunda da Fe₂N, Fe₃N, Fe₄N fazlarının olduğu görülmektedir. Şekil 2 ve Şekil 3 karşılaştırıldığında azot miktarının her iki durumda da aynı kaldığı, argon ve hidrojen gazının değiştirildiği görülmektedir. Gazlara bağlı olarak yüzeyde meydana gelen fazların oranı farklılık göstermektedir. %80 H₂ verildiğinde, Fe₂N fazı, %80 argon gazı verilmiş duruma göre yarıya düşmüştür. Aynı şekilde Fe₃N fazı da azalmaktadır, ancak Fe₄N fazında ise %80 argon verildiğinde artış olmaktadır. Toplam fazlar incelendiğinde %80 hidrojen gazı ile nitrüleme yapıldığında beyaz tabakada incelenin olduğu görülmektedir. Üçlü gaz durumunda ise nitrüleme için verilen azot, hidrojen ve argon gazları değişik

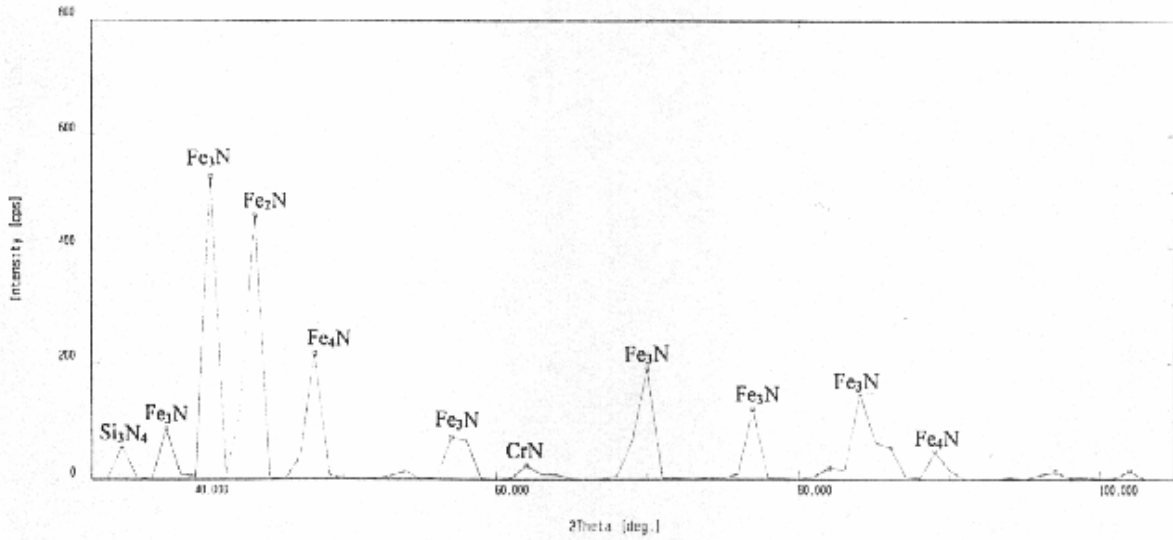
yüzdelerde karışım oluşturarak deneyler yapılmış ve Şekil 4'de %60 azot, %20 hidrojen ve %20 argon gazı içeren karışıma ait X-Ray difraksiyon grafiği verilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi bütün demir nitrür fazlarının oranları artmıştır.

Çizelge 2. Gaz oranlarına göre sertlik, difüzyon tabakası derinliği ve beyaz tabaka sonuç değerleri

Gaz karışımı (%)	Zaman (saat)	Yüzey Sertliği (HV)	Difüzyon Tabaka Derinliği (μm)	Beyaz Tabaka Kalınlığı (μm)
80 N ₂ + 20 H ₂	1	550-590	175-225	4-5
50 N ₂ + 50 H ₂	1	550-590	150-200	2-3
20 N ₂ + 80 H ₂	1	660-700	175-225	-
80 N ₂ + 20 Ar	1	530-570	125-175	4-5
50 N ₂ + 50 Ar	1	510-550	125-175	3-4
20 N ₂ + 80 Ar	1	510-550	125-175	1-2
60 N ₂ + 20 H ₂ +20 Ar	1	550-590	150-200	3-4
20 N ₂ + 60 H ₂ +20 Ar	1	660-700	175-225	2-3
20 N ₂ + 20 H ₂ +60 Ar	1	620-660	150-200	3-4
80 N ₂ + 20 H ₂	4	700-740	325-375	3-4
50 N ₂ + 50 H ₂	4	700-740	300-350	2-3
20 N ₂ + 80 H ₂	4	740-780	375-425	-
80 N ₂ + 20 Ar	4	620-660	125-175	5-6
50 N ₂ + 50 Ar	4	560-600	100-150	3-4
20 N ₂ + 80 Ar	4	520-560	150-200	2-3
60 N ₂ + 20 H ₂ +20 Ar	4	700-740	275-325	5-6
20 N ₂ + 60 H ₂ +20 Ar	4	660-700	275-325	1-2
20 N ₂ + 20 H ₂ +60 Ar	4	580-620	275-325	4-5
80 N ₂ + 20 H ₂	8	600-640	375-425	6-7
50 N ₂ + 50 H ₂	8	600-640	425-475	2-3
20 N ₂ + 80 H ₂	8	640-680	400-450	-
80 N ₂ + 20 Ar	8	560-600	175-225	5-6
50 N ₂ + 50 Ar	8	520-560	200-250	3-4
20 N ₂ + 80 Ar	8	540-580	200-250	2-3
60 N ₂ + 20 H ₂ +20 Ar	8	640-680	325-375	6-7
20 N ₂ + 60 H ₂ +20 Ar	8	700-740	400-450	2-3
20 N ₂ + 20 H ₂ +60 Ar	8	640-680	325-375	3-4



Şekil 3 %20 N₂ +%80 Ar gaz karışımında, 1 saat nitrülenen malzemenin X-Ray difraksiyonu



Şekil 4.%60 N₂ +%20 H₂ +%20 Ar gaz karışımında, 1 saat nitrülenen malzemenin X-Ray difraksiyonu

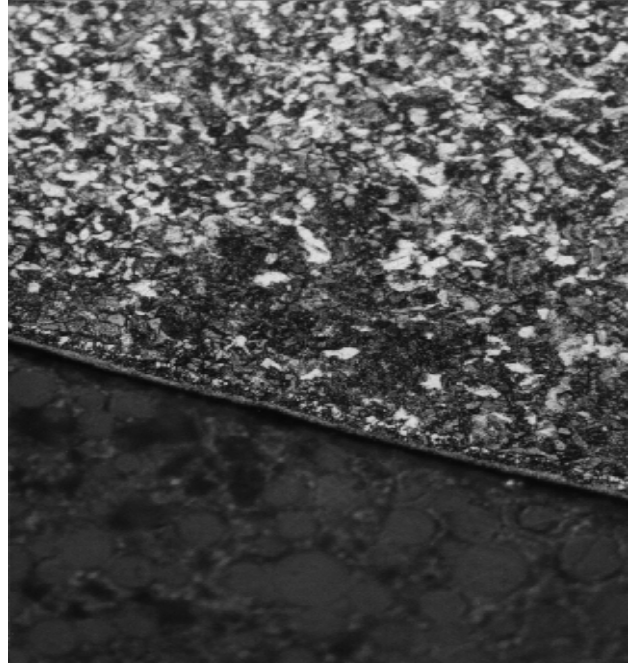
3.3. Optik Mikroskop İncelemeleri

Mikrosertlik ölçümleri için hazırlanan numuneler %5 nital çözeltisi ile 20 saniye dağlandıktan sonra optik mikroskopta değişik büyütme oranlarında (150, 300, 600) incelenerek yüzeyde oluşan beyaz tabaka ve takip eden difüzyon tabakası incelenmiştir. Şekil 5 ve Şekil 6'da görüldüğü gibi diğer işlem parametreleri sabitken artan hidrojen miktarı beyaz tabaka kalınlığını önemli derecede azaltmaktadır.

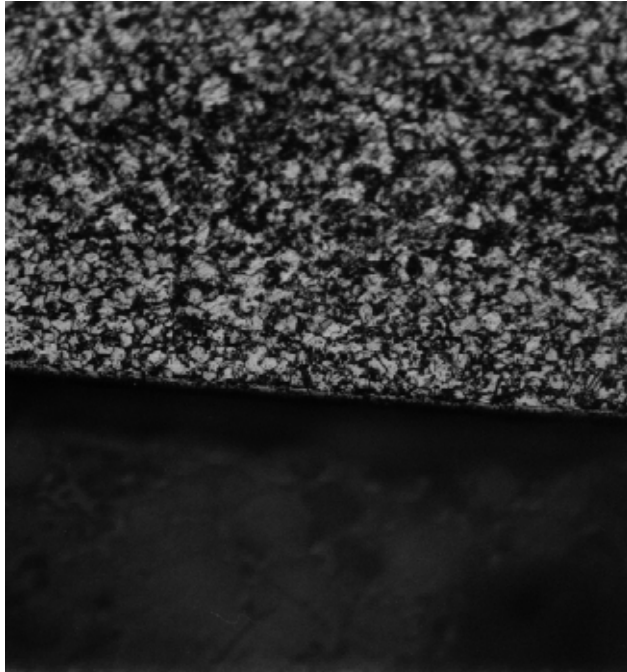
4. SONUÇLAR

5 mbar basınç, 1, 4, 8 saat zaman, 500°C sıcaklıkta AISI 8620 çeliğinden imal edilen numuneler üzerinde değişik azot, hidrojen ve argon gaz karışımlarında yapılan deneylerden aşağıdaki sonuçlar çıkarılabilir.

Gaz karışımlarında hidrojen miktarındaki artış ile birlikte malzemenin yüzey sertliği ve difüzyon derinliği artarken, beyaz tabaka kalınlığında azalma olmaktadır. Azot-argon gaz karışım oranları incelendiğinde, argonun sertlik artışına sınırlı bir katkısı olduğu ve bu karışımda beyaz tabaka kalınlığında da düşüş olduğu görülmüştür. Bu düşüş hidrojen gazının etkisinden daha azdır. Difüzyon tabakası, nitrürleme zamanının artışıyla birlikte kalınlaşmaktadır. Argon gazı, azot gazı ile karışım olarak kullanıldığında malzemenin yüzey sertliğine sebep olmaktadır.



Şekil 5. %80 N₂ + %20 H₂ gaz karışımında, 1 saat nitrürlenmiş malzemede beyaz tabakanın optik mikroskopta görünüşü (x300)



Şekil 6. %80 N₂ + %20 Ar gaz karışımında, 1 saat nitrürlenmiş malzemede beyaz tabakanın optik mikroskopta görünüşü (x300)

Ayrıca istenmeyen beyaz tabakanın da incelmelerini sağlamaktadır. Ancak sertlik ve beyaz tabaka kalınlığına etkisi hidrojen gazı kadar değildir. Hidrojen gazının elde edilmesi, taşınması ve maliyeti gözönüne alındığında, azot gazı ile birlikte argon gazının kullanılması uygun olabilir.

KAYNAKLAR

- Albarran J.L., Juarez-Islas J.A., Martinez L., (1992): "Nitride Width and Microhardness in H-12 Ion Nitrided Steel", *Materials Letters*, 15, pp.68-72.
- Chen H.-Y., Stock H.R., Mayr P., (1993): "Plasma Nitriding of Al 99.5", *Journal De Physique IV*, 3, p. 971-979.
- Chu C.L., Wu S.K., (1996): "Ion Nitriding of Titanium Aluminides with 25-53 at.%Al I Surface and Coating Technology", 78, pp. 211-218.
- Çelik A., Karadeniz S., (1993): "İyon Nitrürasyonunun Gaz Karışım Oranının ve Sıcaklığının İç Yapıya Etkisinin İncelenmesi", *Denizli, 5. Denizli Malzeme Sempozyumu*, sf. 518-524, 7-9 Nisan.
- Çelik A., Karadeniz S., (1995): "Improvement of the Fatigue Strenght of AISI 4140 Steel by an Ion Nitriding Process", *Surface and Coating Tech.*, 72, p.169-173.
- Edenhofer B., (1974): "Physical and Metallurgical Aspects of Ion Nitriding. Heat Treatment of Metals", 1, p.23-28.
- Fancey K.S., Leyland A., Egerton D., Torres D., Matthews A., (1995): "The Influence of Process Gas Characteristics on The Properties of Plasma Nitrided Steel" *Surface and Coating Tech.*, 76-77, p.694-699.
- Hudis M., (1973): "Study of Ion-Nitriding", *Journal Appl. Phys.*, 44 (A), p. 1489-1496.
- İnal O.T., Özbaysal K., Metin E.S., Pehlivantürk N.Y., (1989): "A Review of Plasma Surface Modification, Process, Parameters, and Microstructural Characterization", *Ion Nitriding and Ion Carburizing Proceedings of ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding-Carburizing*, Ohio, USA, 57-65.
- Karadeniz S., (1990): "Plazma Tekniği", Ankara, TMMOB, Makine Mühendisleri Odası, Yayın no:137.
- Karakan M., (1998): "Gaz Karışımlarının İyon Nitrürleme Üzerine Etkisinin Araştırılması", Erzurum, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi.
- Metin E., İnal O.T., (1987): "Formation and Growth of Iron Nitrides during Ion Nitriding", *Journal of Material Science*, 22, 2783-2788.
- Metin E., İnal O.T., (1989): "Kinetics of Layer Growth and Multiphase Diffusion in Ion-nitrided Titanium", *Metallurgical Transaction A*, 20A, September, pp. 1819-1832.
- Muraleedharan T.M., Meletis E.I., (1992): Surface Modification of Pure Titanium and Ti-6Al-4V by Intensified Plasma Ion Nitriding, *Thin Solid Films*, 221, 104-113.
- Özbaysal K., İnal O.T., Romig A.D., (1985): Ion Nitriding Behaviour of Several Tool Steel. *Materials Science and Engineering*, 78, pp.179-191.
- Robino C.V., İnal O.T., (1982): Ion Nitriding Behavior of Several Low Alloy Steels. *Material Science and Engineering*, 59, 79-90.