

İKİ FARKLI SIVI ORTAMDA NİTRÜRLENMİŞ H13 ÇELİĞİNİN AŞINMA DAVRANIŞI

Hatem AKBULUT, Erdoğan BENGÜ

Özet- Bu çalışmada, H13 sıcak iş takım çeliği ve bu çeliklerin yüzeylerinin sertleştirilmesi amacıyla kullanılan prosesler hakkında bilgi verilmiş; ekonomik, yararlı ve basit bir termokimyasal yöntem olan sıvı tuz ortamında nitrürlenme prosesi üzerinde durulmuştur. Sanayide kullanılan sıvı nitrürlenme proseslerinden Sursulf Prosesi ve Tufftride Prosesi ile 570 °C ve 550 °C'de 2 ve 2,5 saat nitrürlenmiş H13 (DIN 1.2344) çelik numuneler üzerinde metalografik incelemeler, sertlik testleri, aşınma testleri ve XRD faz analizleri yapılmış ve hangi prosesin ne şekilde uygulandığında çelik yüzeyinin maksimum aşınma direnci gösterdiği belirlenmeye çalışılmıştır. Sonuç olarak Tufftride Prosesi ile 570 °C'de 2,5 saat boyunca nitrürlenmiş numuneden maksimum yüzey sertliği (1086 HVN) ve maksimum beyaz tabaka (15 µm) ve difüzyon tabakası (195 µm) kalınlıkları elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler- Sursulf, Tufftride, nitrürlenme.

Abstract – In this study, some information is given about H13 hot working tool steel and processes used for surface hardening of these steels; salt bath nitriding process which is an economical and effective thermochemical nitriding process is studied. H13 (DIN 1.2344) samples are nitrided for 2 and 2,5 hours at 550 °C and 570 °C by Tufftride and Sursulf Process which are salt bath nitriding processes and used in industry. Hardness tests, XRD phase analyses, wearing tests and metallographic examination are applied on nitrided samples. As a result, maximum surface hardness (1086 HVN) and maximum white layer thickness (15 µm) and diffusion zone thickness (195 µm) are obtained from the sample which is nitrided by Tufftride for 2,5 hours at 570 °C.

Keywords – Sursulf, Tufftride, nitriding.

H. AKBULUT, E. BENGÜ, Sakarya Üniv. Fen Bil. Enst. Met. ve Malz. Müh. Bölümü, SAKARYA

I. GİRİŞ

Günümüzde demir esaslı malzemelerin yüzeylerini korozyon, darbe, aşınma, çizilme v.b. malzemeye zarar veren dış etkenlerden korunması amacıyla pek çok yüzey işleme metotları kullanılmaktadır. Gelişen teknoloji malzemelerin yüzey mühendisliği alanında birçok yenilikler ve buluşların ortaya çıkmasına olanak sağlamış ve ilkel metodlar yerine daha modern metodlar malzemenin performansını önemli derecede etkileyen yüzey özelliklerinin çok daha ileri düzeyde iyileştirilmesini sağlamıştır. H13 çeliği alüminyum ekstrüzyonunda kalıp malzemesi olarak yaygın kullanılan malzemelerdendir. Alüminyum ekstrüzyonunda üretim verimini etkileyen önemli etkenler, hammadde (alüminyum bülceği), kalıp ekstrüzyon kalıbı, ve ekstrüzyon parametreleridir. Kalıp performansını arttırmak için kalıpların çekirdek sertliğinin minimum 48-50 HRC olmasını sağlamak ve kalıp yüzeylerinin ekstrüzyondan önce uygun bir metotla sertleştirilmesini sağlamak gerekmektedir. Böylece ekstrüzyon prosesinde 520-570 °C gibi yüksek sıcaklıklarda alüminyum ile kalıp yüzeyi arasındaki sürtünmeler esnasında kalıp yüzeyinin aşınma engellenmiş olacak ve aşınma direnci ne kadar yüksek olursa üretilen profil yüzeyi o oranda pürüzsüz ve üretim miktarı o oranda yüksek olacaktır.

Alüminyum ekstrüzyon kalıplarının yüzeylerini sertleştirilmesinde genellikle sıvı tuz, gaz (vakum) ve plazma ortamında nitrürlenme prosesleri kullanılır. Bu çalışmada alüminyum ekstrüzyon prosesi için kullanılan çelikler ve bu çeliklerin yüzeylerinin sertleştirilmesi amacıyla kullanılan prosesler hakkında bilgi verilmiş; proseslerin avantaj ve dezavantajları belirtilmiştir. Ekonomik, yararlı ve basit bir yöntem olduğu için sıcak iş takım çeliklerinin yüzey sertleştirilmesinde çoğunlukla tercih edilen termokimyasal bir proses olan sıvı tuz ortamında nitrürlenme (nitrasyon) işlemi üzerinde durulmuştur. Siyanür esaslı bir sıvı tuz nitrürlenme prosesi olan "Tufftride" prosesi ile bu prosese alternatif olarak uygulanan ve sülfür esaslı bir sıvı tuz nitrürlenme prosesi

olan "Sursulf" prosesi incelenmiş ve bu proseslerin avantaj ve dezavantajları açıklanmaya çalışılmıştır.

II. ALÜMİNYUM EKSTRÜZYON KALIPLARI

II.1 H13 Sıcak İş Takım Çeliği

Alüminyum ekstrüzyonunda sıcak iş takım çeliklerinden üretilen kalıplar kullanılır. Kalıpların malzemesi genelde, nitrülenebilirliği çok iyi olan AISI H13 sıcak iş takım çeliğidir. Bazı ekstrüzyoncular H11 sıcak iş takım çeliğini de kullanırlar. H13 sıcak iş takım çeliğinin en belirgin özelliği iyi bir ısıl iletkenliğe sahip olmasıdır. Bunun bir sonucu olarak kalıbın çalışması esnasında, kalıpta biriken ısı kalıptan uzaklaştırılacaktır. İyi bir termal şok dayanımına sahip olduğundan ani sıcaklık değişimlerine dayanıklıdır. Bu malzeme üretimde bir çok alanda kullanılmaktadır. Ama özellikle tercih edildiği sektörler; metal enjeksiyon, dövme ve hafif metallerin ekstrüzyon kalıplarının yapımıdır. Ayrıca plastik sektöründe özellikle sıcak yolluklu kalıpların yanı sıra bakalit kalıplarında da kalıp malzemesi olarak tercih edilir [1]. Tablo II.1'de H13 çeliğinin kimyasal bileşimi verilmiştir.

Tablo II.1 H13 sıcak iş takım çeliğinin kimyasal bileşimi [1].

Element	C	Si	Cr	Mn	V
% Ağ.	0,40	1,00	5,30	1,40	1,00

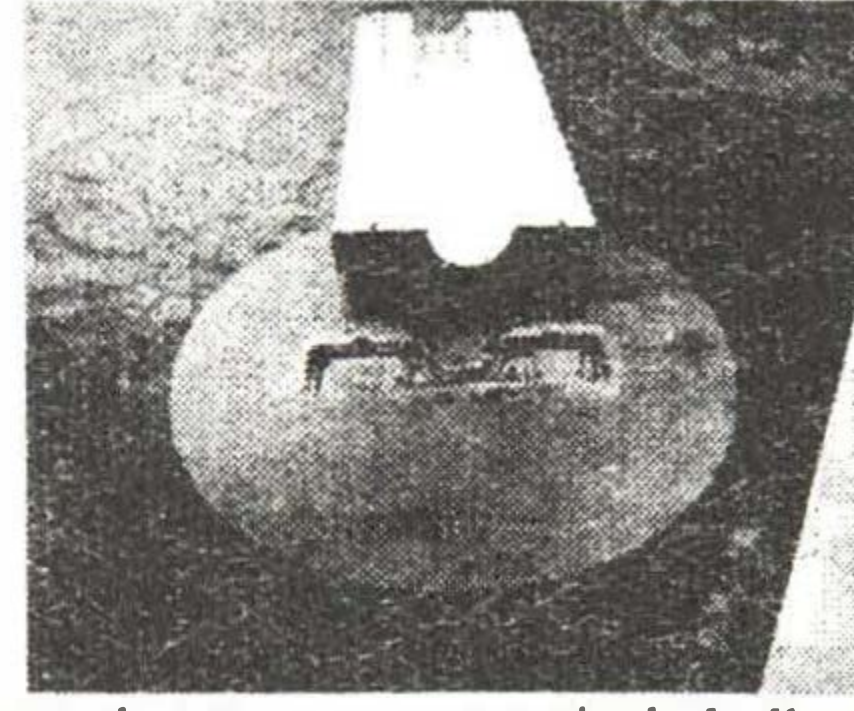
II.2 Kalıp Çeliklerine Uygulanan Isıl İşlemler

Nitrüleme proseslerinden önce, çelik kalıplar bazı ön işlemlerden geçirilmelidir. Yüzeylerinin maksimum sertliğe sahip olabilmeleri için çeliklerin çekirdek sertliğinin de yüksek olması gerekmektedir. Bu nedenle çelikler, sanayide "sulama" da denilen sertleştirme ve temperleme ısıl işlemlerine tabi tutulmalıdırlar. Bu işlemlerden sonra H13 çeliğinin yapısı temperlenmiş martensitik yapıda olacaktır. Genelde sıcak iş takım çeliklerine 1000-1200 °C'de sertleştirme ve 525-650 °C'de birkaç saat temperleme ısıl işlemi uygulanır. Sıcak iş takım çeliklerinden yapılan alüminyum ekstrüzyon kalıplarına öncelikle hava sirkülasyonlu bir fırında 300-400 °C'de ön ısıtma uygulanır. Bu sıcaklıkta ısının uniform olarak kalıp merkezine kadar yayılması için yeterli süre beklenir. Daha sonra kalıplar yapısal dönüşümün sağlanması için önce 850 °C'ye sonra sertleştirme sıcaklığı olan 1000-1200 °C'ye 2 kademede ısıtılır. Yeteri kadar bu sıcaklıkta bekletilen çeliklere daha sonra su verilir.

Su verme işleminden sonra çelikte oluşan iç gerilmeleri gidermek ve gevrek yapıdaki çeliği toklaştırmak için temperleme işlemi yapılır. Temperleme için 550-650 °C'lik bir sıcaklık yeterlidir. H13 çeliği için en uygun temperleme sıcaklığı 550-580 °C'dir. Bu sıcaklıkta

birkaç saat bekletilen kalıplar yavaş bir şekilde soğutulmalıdır [2]. Nitrüleme öncesi, malzeme yüzeyinde herhangi bir boya, yağ, pas, kir, toz tabakası varsa bunların çok iyi temizlenmesi şarttır.

Ekstrüzyon kalıpları (Şekil II.1), alüminyum ekstrüzyon prosesinde kullanılmadan önce nitrürlenir, belli bir üretim yapıldıktan ve bu kullanım süresince kalıp yüzeyindeki sert tabaka bir miktar aşındıktan sonra kalıp yüzeyleri tekrar nitrürlenir. Ekstrüzyon prosesinde üretim verimini etkileyen en önemli parametrelerden birisi; belki de en önemlisi kullanılan ekstrüzyon kalıplarının performansdır. Kalıp ömrünü ve performansını etkileyen en önemli faktör de, çeliklerin yüzey özelliğidir. Ekstrüzyon sırasında yüksek sıcaklıktaki alüminyum (480-500 °C), kalıp boşluğundan akarken çok yüksek sürtünmeler meydana gelmekte ve bu sürtünmeler sebebiyle sıcaklık daha da artmaktadır (520-570 °C). Çelik yüzeyi yeterince aşınmaya dirençli değilse, yüksek sıcaklık ve sürtünmenin etkisiyle yüzeyde aşınmalar meydana gelecek ve bir süre sonra hem üretilen profil yüzeyi bozulacak hem de maliyeti yüksek olan çelik kalıp tekrar kullanılmaz hale gelecektir. Bu nedenle ekstrüzyon kalıplarının yüzeylerinin güvenilir bir yöntemle sertleştirilmesi gerekmektedir.



Şekil II.1 Alüminyum ekstrüzyon prosesinde kullanılan kalıplar.

III. YÜZEY SERTLEŞTİRME YÖNTEMLERİ

III.1 Giriş

Genel olarak, bir malzemenin performansı, kütsel ve yüzeysel özelliğine bağlıdır. Malzemenin yüzey özelliğindeki herhangi bir değişim, malzeme fonksiyonlarını büyük ölçüde etkilemektedir. Malzemeler, buldukları çevrede, çevre yüzey etkileşimi sonucunda bozulmalara uğrayabilirler. Malzeme ve çevre arasında fiziksel ve kimyasal açıdan herhangi bir reaksiyonun oluşması malzemenin hasarına neden olabilmektedir. Üstün özelliklere sahip malzeme elde etmek için, yüzey bilimi ve teknolojisi, gelişmiş ülkelerde büyük önem kazanmıştır [3].

Yüzey işlemleri; malzemelerin sertlik, süneklik, yorulma mukavemeti, aşınma dayanımı, korozyon direnci, tokluk ve termal şok dayanımı gibi mekanik ve tribolojik özelliklerinin bir veya birkaçını geliştirmek ve üretim maliyetini düşürmek amacıyla uygulanmaktadır. Bu özellikler arasında aşınma dayanımı ve korozyon direncinin artırılması en büyük hedef olmuş ve sanayide

uygulanan işlemlerin büyük çoğunluğunun amacını teşkil etmiştir. Aşınma ve korozyon, dünyada her yıl önemli maddi kayıplara neden olmaktadır. Bu nedenle son yıllarda malzemelerin çevre şartları nedeniyle aşınarak veya korozyona uğrayarak hasar görmesini önlemek amacıyla üstün özellikte kaplamalar geliştirilmiş, oksit, karbür, borür ve nitrür esaslı yüzey dönüşüm işlemleri ve kaplamalar büyük ilgi görmüştür [3].

Yüzey işlemlerinin en yaygın uygulandığı malzeme, demir ve demir esaslı metallerdir. Yüzey sertleştirme işlemlerini 1) Kaplama 2) Yüzey Dönüşümü olarak ikiye ayırmak mümkündür. Kaplama, metal yüzeyine bir element veya bileşiğin biriktirilerek bir kabuk oluşturulması işlemini kapsar (plazma sprej, PVD, CVD, vb.); yüzey dönüşümü işlemlerinde ise, yüzeyin iç yapısının ve/veya kimyasal yapısının değişmesi söz konusudur [4]. Kimyasal yüzey dönüştürme işlemlerine örnek olarak, karbürleme, karbonitrürlenme, nitrürlenme, kromlama ve borlama verilebilir.

Yüzey işlemleri metal yüzeyine yakın olduğu bölge iç yapısını sadece ısıl işleme bağlı olarak değiştirmeyi amaçlıyor ise ısıl yöntem alt başlığı altında toplanır. Isıl yöntemin kullanıldığı alanlar, İndüksiyon ile sertleştirme, çil döküm, lazer ile sertleştirme vb. uygulamalarıdır [6].

IV. NİTRÜRLEME PROSESLERİ

IV.1 Giriş

Nitrürlenme, demir esaslı alaşımların yüzeylerine belli bir sıcaklıkta nitrojen difüze ettirilerek yüzeyde bir nitrür tabakası oluşturmaya yarayan bir yüzey sertleştirme işlemidir. Termokimyasal yüzey sertleştirme işlemlerinden biri olan nitrürlenme, literatürde azotlama, nitrürasyon, nitrasyon gibi isimler de alabilmektedir [4]. Nitrürlenme, diğer termokimyasal yüzey sertleştirme işlemlerinden daha düşük sıcaklıklarda (500-570 °C) gerçekleştirilir. Bu sıcaklıktaki bir çeliğin faz dönüşümüne uğramadığı yani ferritik bir yapıda olduğu için çeliğin distorsiyon (çarpılma) riski çok azalır [3].

IV.2 Nitrürlenme Prosesinde Oluşan Reaksiyonlar

Nitrasyon işlemi Fe-N denge diyagramından yararlanılarak değerlendirilebilir. Nitrasyon işlem sıcaklıklarında azot, demir içinde çözünür ancak bu değer %0.1 N gibi çok küçük bir yüzdendir. Bu orandan daha fazla azot içeriği, kimyasal formülü Fe₄N olan γ fazını oluşturur. Eğer azot oranı %6'yı aşarsa γ fazı ε fazına dönüşmeye başlar. 500°C'nin altında ε nitrasyonu oluşabilir. Bu fazın azot oranı yaklaşık %11 ve kimyasal formülü Fe₃N dir Optik mikroskopta γ ve ε nitrasyonlar "beyaz tabaka" adı verilen beyaz bir yüzey tabakası

olarak görülür. Nitrasyon sırasında beyaz tabakanın kalınlığındaki artışla azotun çeliğe daha fazla yayılması aynı anda yürür. Erime sınırı azaldığında, nitrasyon tabakası tane sınırında ve belli kristalografik düzlemle boyunca çöker [7]. Şekil IV.1'de nitrürlenme esnasında oluşan tabakalar mikroyapı üzerinde gösterilmiştir.

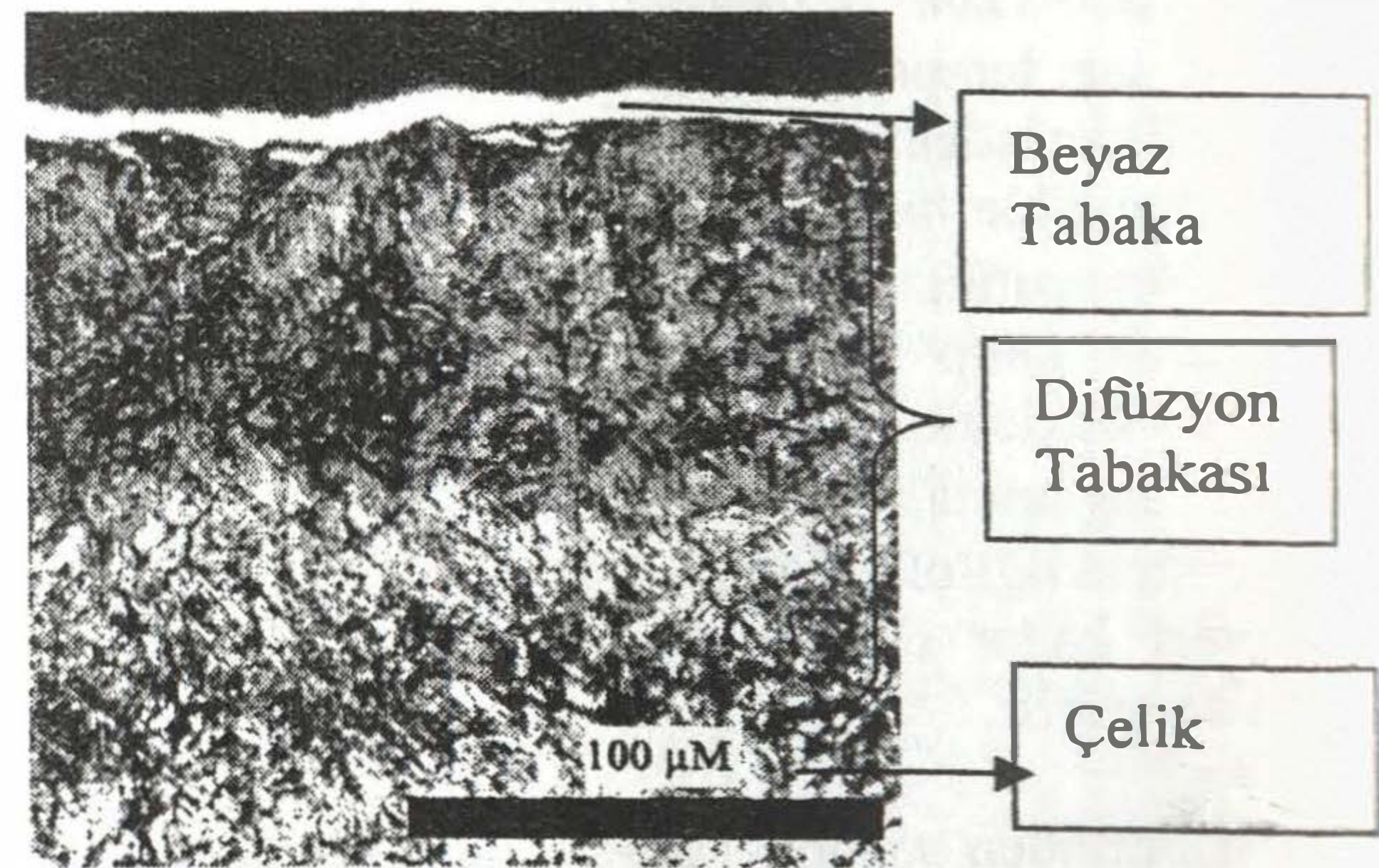
α-Fe'deki azotun katı eriyiği ötektoid sıcaklığında 590°C'de azot konsantrasyonu %0.42 olacaktır. Oda sıcaklığında bu çözünürlük C>0.15'e düşecektir. γ fazı Fe₄N bazında bir katı eriyiktir γ fazı 450°C'de %5.7-6.1 N içerir. ε fazı %8.25-11.2 N içeren ve Fe₃N bazında bir katı eriyiktir. Maksimum azot miktarı ε fazındadır. 590°C'nin üzerinde γ fazı vardır. 590°C'de α γ fazı ötektoid parçalanmaya uğrar. % 2.35 N içeren bu yapı γ ve ε fazlarının karışımından ibarettir. Azot hem α, hem de γ demirde çözünür; bununla birlikte sisteme gönderilen amonyak gazının parçalanması sonucu oluşan atomik azotun ancak bir kısmı çelik yüzeyine difüze olur [7]. Nitrasyon sıcaklığında amonyak gazı aşağıdaki şekilde parçalanır:



(Reaksiyonun 595°C'de sola dönmeye başlar fakat 580°C'nin altında hızlı değildir).



Oluşan atomik azot, demire doğru difüze olur. Eğer nitrasyon işlemi ötektoid noktanın altında yapılırsa yüzeydeki doymunluğun ilk anında α fazı oluşacaktır. Verilen sıcaklıklarda α fazı maksimum doymunluğa ulaştıktan sonra aynı sıcaklıkta duyarlı faz oluşmaya başlayacaktır (γ fazı). Daha yüksek azot doymunluklarında ε fazı oluşacaktır [7].



Şekil IV.1 Nitrürlenme Tabakaları.

Nitrasyon çoğunlukla yüksek aşınma direncinin elde edildiği orta karbonlu çeliklere uygulanır. Bu doğa

olarak nitrasyon olmuş yüzeyin yapısı ve nitrasyon prosedürünün üzerine değişik alaşım elementlerinin etkileri sorununu gündeme getirir. Alaşımli çeliklerin nitrasyonu aşırı dağılmış partiküllerin kayma düzlemlerini birbirine bağlar ve böylece nitrasyon işlemi uygulanmış yüzeyin sertliği büyük ölçüde artar. Al, Cr, Mo, V sertliği muazzam ölçüde arttırırlar [7].

Nitrüleme prosesleri 4 grup içerisinde incelenebilir;

- 1) Toz Nitrüleme
- 2) Gaz Nitrüleme
- 3) İyon (Plazma) Nitrüleme
- 4) Sıvı Nitrüleme

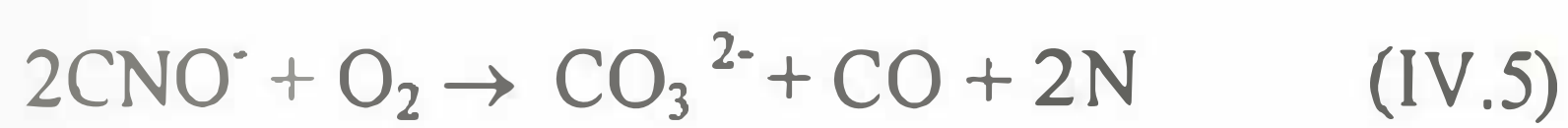
IV.3 Tufftride Prosesi

Bu yöntem, 570-580 °C'de titanyum veya özel nikel bazlı bir potada gerçekleştirilmektedir. Burada özel pota seçilmesinin nedeni, potanın nitrürlenmiş çelikle birlikte nitrülenmemesidir. Tüm ısıl işlem tuz banyolarının arasında tek hareketli banyo sıvı nitrüleme banyosudur. Banyo içerisine hava üflenerek banyonun hareketlendirilmesinin nedeni, tuz bileşiminde bulunan siyanit (CN) ve siyanat (CNO) oranlarının ayarlanmasını sağlamaktır. Tenifer tuzundaki aktif kısım, Alkalisyanattır. Alkalisyanat, nitrasyon esnasında mamul yüzeyi ile reaksiyona girerek alkali karbonata dönüşür. Bu oluşan karbonat, daha sonra aktif siyanata redüklenir. Redükleme işlemi, herhangi bir hacimsel büyüme sağlamayan bir rejeneratör karbon, azot ve hidrojen içeren organik bileşiktir. Banyonun ideal bileşimi Tablo IV.1'de verilmiştir.

Tablo IV.1 Tufftride banyosunun ideal kimyası [8].

Kimyasal Türü	CNO	CN	Fe
% Ağırlık	35-38	< 5	< 0,02

Sıvı Tuz banyolarında oluşan reaksiyonlar şu şekildedir;



IV.4 Sursulf Prosesi

Sursulf prosesi, genel manada kükürtle hızlandırılmış, kirletici olmayan tuz banyosunda yapılan bir nitrüleme işlemidir. 565 ± 5 °C'de yapılır. Aktif nitrüleme bileşenleri azot ve amonyaktır Sursulf banyosu ile Tufftride banyosu arasındaki farklar, Sursulf banyosunun adından da anlaşılacağı gibi kükürt içeriğinin olması, Sursulf banyosunda Tufftride banyosunda olmayan bazı yardımcı ilavelerin olması ve siyanit içeriğinin düşük olmasıdır. Tablo IV.2'de banyo bileşimi verilmiştir.

Tablo IV.2 Sursulf Banyosunun kimyasal bileşimi [9].

Kimyasal Türü	CNO	CO ₃	CN	Na	Li	K
% Ağı.	37 ± 2	18 ±2	Max. 0.8	17.5 ±1.5	1.25 ±0.2	23.5 ±1.5

V. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

V.1 Deneysel Çalışmaların Amacı

Bu çalışmaların amacı, alüminyum ekstrüzyon kalıplarının sıvı tuz ortamında nitrülenmesi için sanayide kullanılan prensip olarak aynı fakat tuz bileşimleri farklı iki nitrüleme prosesinin avantaj ve dezavantajlarını araştırmak ve kullanılan metodların optimum parametrelerini belirlemektir.

V.2 Kullanılan Malzemeler

Bu çalışmada numune olarak kullanılan malzeme, nitrüleme işlemine çok uygun olan ve ekstrüzyon kalıplarının imalatında yaygın olarak kullanılan H13 sıcak iş takım çeliğidir. Numuneler, 2 cm yüksekliğinde ve 10 cm çapında silindirik çelikten tel erozyon tezgahında kesilen çapı 1 cm ve yüksekliği 1 cm olan silindirik yapıdadır.

V.3 Nitrüleme Deneyleri

Sertleştirilen H13 çelik kütleden tel erozyon tezgahında 1 cm çapında ve 1 cm yüksekliğinde silindirik numuneler kesilmiştir. Daha sonra bu numuneler Tufftride Yöntemi ile ve bu nitrüleme yöntemine alternatif olarak kullanılan Sursulf Yöntemi ile nitrülenmiştir. Nitrüleme işlemlerinde her iki yöntemde de eşit parametreler (sıcaklık ve zaman) kullanılmıştır. Çelikler her iki yöntem ile 550 °C'de ve 570 °C'de 2 ve 2,5 saat süreyle nitrülenmiştir. Tablo V.1'de numunelerin kodları, nitrüleme süreleri ve sıcaklıkları verilmiştir.

V.4 Mikroyapı Çalışmaları

Sursulf ve Tufftride Yöntemleri ile nitrülen numuneler orta kısımlarından kesilerek reçine kalıplar içine alınmışlardır. Sonra sırasıyla 60, 80, 120, 180, 240, 320, 400, 600 ve 800 mesh'lik zımpara kademelerinden geçirilmişlerdir. 2,5 µm'lik elmas pasta kullanılarak parlatma işleminden geçirilen numuneler, %5'lik Nital çözeltisi ile dağlanmıştır. Nikkon marka optik mikroskop kullanılarak mikroyapıları incelenen numunelerin beyaz tabaka ve nitrür tabakası kalınlıkları ölçülmüş ve değişik büyütmelerde mikroyapı fotoğrafları çekilmiştir.

Tablo V.1 Numunelerin nitrürlenme süreleri ve zamanını gösteren çizelge.

Nitrürlenme İşlemi	Numune Kodu	Nitrürlenme Sıcaklığı (°C)	Nitrürlenme Zamanı (saat)
SURSULF	S1	550	2
	S2	550	2,5
	S3	570	2
	S4	570	2,5
TUFFTRIDE	T1	550	2
	T2	550	2,5
	T3	570	2
	T4	570	2,5

V.5 Sertlik Deneyleri

Sertlik deneylerinde Galileo Officine Microscan marka Vickers sertlik ölçüm cihazı kullanılmıştır. Numunelerin nitrürlenmiş yüzeylerinden çekirdek tabakaya doğru 50'şer mikron aralıklarla 200 grf yük uygulanarak sertlik değerleri elde edilmiştir. Bu sayede nitrür tabakasının ne kadar derinliğe sahip olduğuna dair veriler elde edilmiştir.

V.6 Aşınma Deneyleri

Aşınma testleri ve sürtünme katsayısı ölçümleri ASTM G99'a uygun olarak tasarlanan bilye-disk (ball-on-disc) cihazında gerçekleştirilmiştir. Aşındırıcı bilye dönen disk üzerine sabitlenmiş numuneye noktasal olarak temas etmektedir. Bu sistemde, sabit haldeki bir bilye 0,4 m/sn hızla dönen zemine yerleştirilen aşınma deney numunesi üzerine 1 N'luk bir yükü temas etmektedir. Deneylerde bilye olarak 4,6 mm çapında WC aşındırıcı bilyeler kullanılmıştır.

V.7 XRD (X-Işınları Difraktometresi) Faz Analizi Deneyleri

XRD X-Işınları Difraktometresi analizleri, Tübitak Marmara Araştırma Merkezi tarafından "SHIMADZU XRD-6000" marka cihaz ile Cu-X-Işını tüpü ($\lambda = 1,5405$ Angstrom) kullanılarak yapılmıştır. Analiz, S4 ve T4 adlı numunelere uygulanmıştır.

VI. DENEYSEL SONUÇLAR

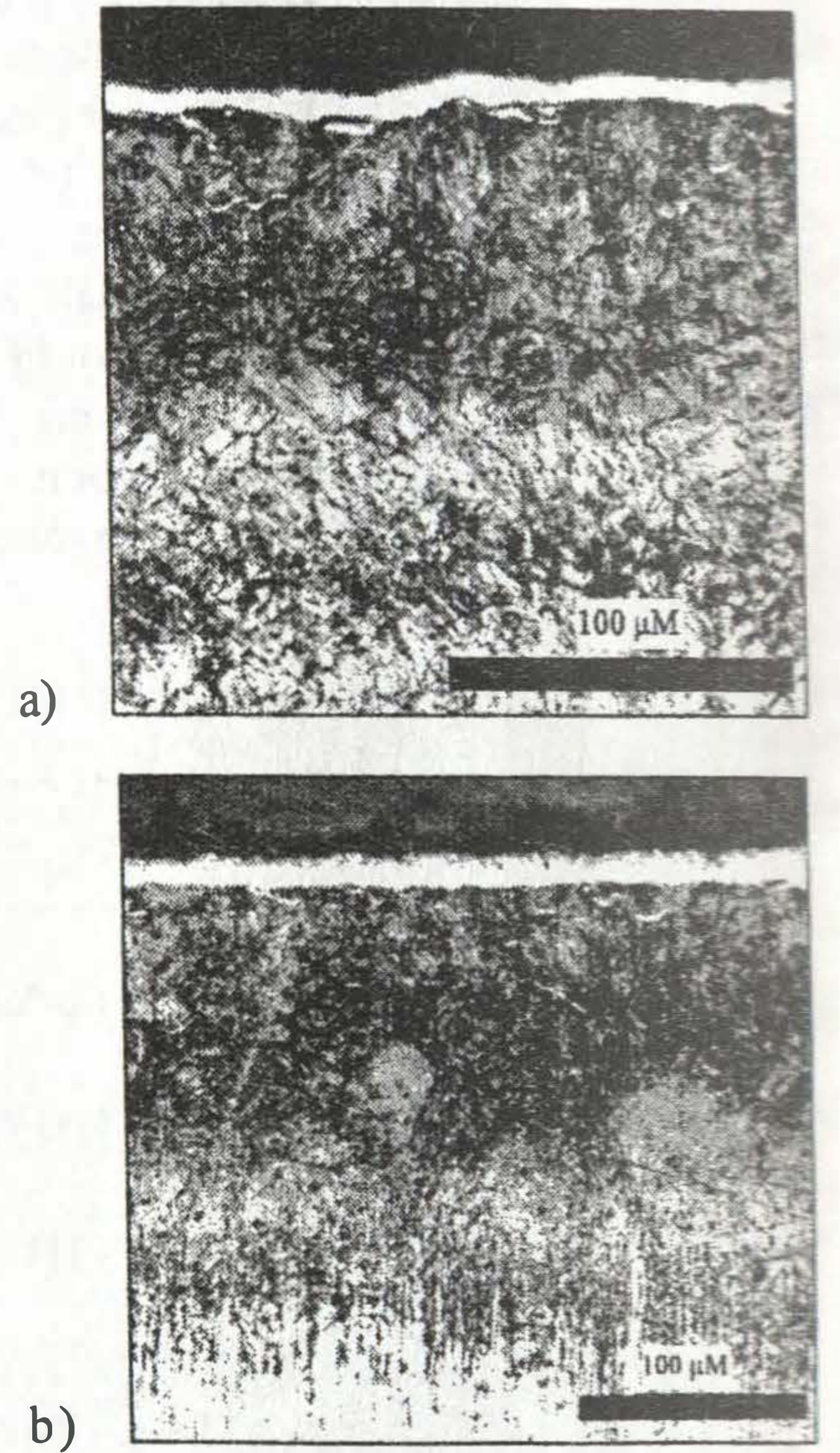
VI.1 Mikroyapı Çalışmalarının Sonuçları

İncelenen mikroyapılarda görülen beyaz tabakalar ve difüzyon tabakalarının kalınlıkları Tablo VI.1'de verilmiştir. Şekil VI.1'de S4 ve T4 aldıkları numuneler ait mikroyapılar görülmektedir. Sonuç olarak en yüksek beyaz tabakanın ($15 \mu\text{m}$) ve difüzyon tabakasının (195

μm) "Tufftride Yöntemi" ile $570 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 2,5 saat nitrürlenme sonucunda yani T4 numunesinde elde edilmiştir.

Tablo VI.1 Nitrürlenmiş numunelerin beyaz tabaka ve difüzyon tabakası kalınlıkları.

Numune Kodu	Nitrürlenme Sıcaklığı (°C)	Nitrürlenme Zamanı (saat)	Beyaz Tabaka Kalınlığı (μm)	Difüzyon Tabakası Kalınlığı (μm)
S1	550	2	11	135
S2	550	2,5	11,5	143
S3	570	2	12	140
S4	570	2,5	14	140
T1	550	2	7	136
T2	550	2,5	8,2	118
T3	570	2	8,5	190
T4	570	2,5	15	195



Şekil VI.1 $570 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 2,5 saat nitrürlenmiş çeliklerin mikroyapıları
a) S4 (Sursulf yöntemi ile nitrürlenmiş)
b) T4 (Tufftride yöntemi ile nitrürlenmiş)

Hindistan Teknoloji Enstitüsü bilim adamları Krishnamurthy ve Rao, ağırlıkça %0,14 C, %0,1 Si ve %0,6 Mn içeren C14 düşük karbonlu çeliğini Tufftride ve Sursulf ile nitrürlenme işlemi yapmışlardır. Krishnamurthy ve Rao, C14 çelik numunelere, $570 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 90 dakika Tufftride ile ve $565 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 90 dakika Sursulf prosesi ile nitrürlenme işlemi uygulamış, çelik

sonrasında Tufftride uygulanmış numunede 10 µm kalınlığında beyaz tabaka ve 800 µm difüzyon tabakası elde edilmiştir. Sursulf uygulanmış numunede ise 15 µm kalınlığında beyaz tabaka, 500 µm kalınlığında difüzyon tabakası elde edilmiştir. Bu çalışmada da görülüyor ki, Tufftride uygulanmış numunede elde edilen difüzyon tabakası kalınlığı, Sursulf uygulanmış numunenin difüzyon tabakasından çok daha fazladır, bununla birlikte Sursulf uygulan numunede daha kalın bir beyaz tabaka elde edilmiştir. Difüzyon tabakasının 2344 takım çeliğinde daha az olmasının en önemli nedeni, C14 çeliğindeki alaşım elementlerinin miktarının az olması; bu nedenle de nitrojenin Fe atomları arasından kolaylıkla difüze olabilmesidir. Bizim çalışmamızda bu çalışmadaki parametrelere en uygun olanı 570 °C'de 2 saat uygulanan procestir.

VI.2 Sertlik Deneylerinin Sonuçları

Tablo VI.2'de, nitrürlenmiş numunelerin Vickers Sertlik ($HV_{0,2}$) cinsinden sertlik değerleri verilmiştir. Sonuç olarak 570 °C'de 2,5 saat Tufftride yöntemiyle nitrürlenmiş numunede en yüksek sertlik derinliği elde edilmiştir.

Chiu'nun yapmış olduğu sertlik deneylerinde 2344 çeliğinin çekirdek sertliği 550 $HV_{0,05}$ olarak belirlenmiştir [11]. Bizim çalışmalarımızda elde ettiğimiz çekirdek sertliği ise 549 $HV_{0,2}$ olarak tespit edilmiş olup, deneyler birbirine uyum göstermektedir. Chiu'nun [19] 570 °C'de 3 saat Sursulf ile nitrokarbürlediği numuneye en yakın parametrelere sahip olan 570 °C'de 2,5 saat Sursulf ile nitrürlenmiş S4 kodlu numune sertlik profili yönünden karşılaştırılmıştır. Chiu'nun numunesindeki maksimum sertlik, 990 $HV_{0,05}$ 'dir. S4 kodlu numunede ölçülen maksimum sertlik ise 990 $HV_{0,2}$ 'dir ve sonuç olarak çalışmalar birbirine uyumludur.

Tablo VI.2 Numunelerin $HV_{0,2}$ sertlik değerleri.

N. Kodu	Yüzeyden İtibaren Derinlik (µm)⇒	Nitrüleme Sıcaklığı	Nitrüleme Zamanı (saat)	Yüzey Sertliği	Sertlik ($HV_{0,2}$)			
					50	100	150	200
S1	550 °C	2	960	920	613	532	513	
S2		2,5	965	927	701	545	528	
S3	570 °C	2	980	964	623	552	513	
S4		2,5	990	965	701	549	525	
T1	550 °C	2	1020	964	602	529	523	
T2		2,5	1080	994	621	549	530	
T3	570 °C	2	1100	1042	874	584	544	
T4		2,5	1120	1086	903	592	544	

VI.3 Aşınma Deneylerinin Sonuçları

Şekil VI.2'de Tufftride ve Sursulf yöntemiyle 570 °C'de 2,5 saat nitrürlenmiş (T4-S4) numunelerin aşınma deneyi

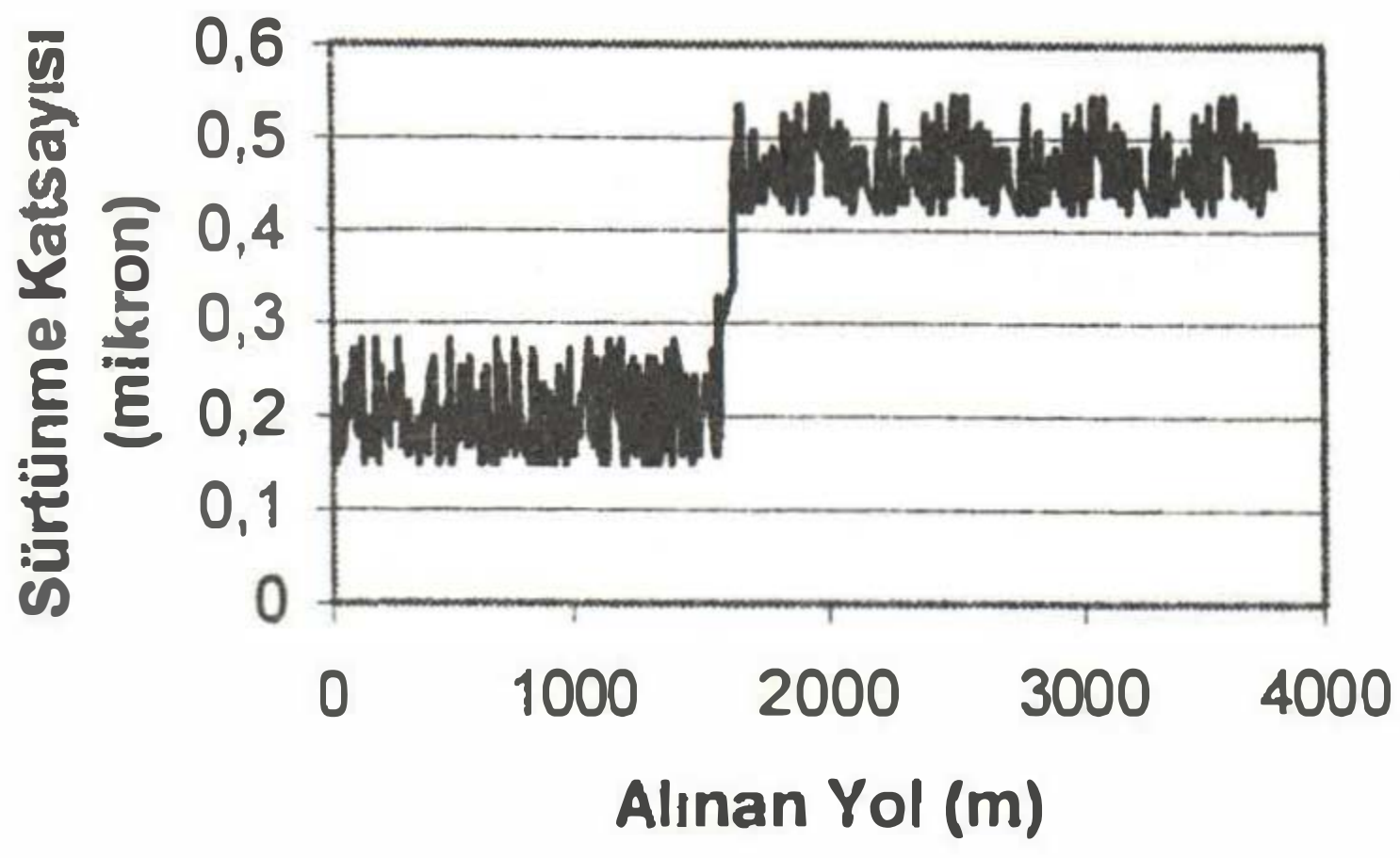
sırasında elde edilen Aşınma mesafesi-Sürtünme katsayısı grafiği, Tablo VI.3'te ise T2, T4, S2 ve S4 için sürtünme katsayıları görülmektedir. Şekil VI.3'te T4 ve S4 numunelerinin aşınma deneyi sonrasında numune üzerindeki aşınma izinden alınmış SEM mikroyapıları görülmektedir.

Tablo VI.3'teki değerlere bakacak olursak, sürtünme katsayısı en yüksek olan numuneler Sursulf yöntemiyle nitrürlenmiş numunelerdir. Alınan Yol-Sürtünme katsayısı grafiklerini inceleyecek olursak, Sursulf yöntemi ile nitrürlenmiş numunelerin sürtünme katsayılarının yüksek olduğu tespit edilmiştir. Sursulf yöntemi ile nitrürlenmiş numuneler, Tufftride yöntemi ile nitrürlenmiş numunelere göre daha çabuk aşınma göstermiştir. Sert yüzey tabakası aşınmadan önce alınan yola bakacak olursak, T4 kodlu numunenin beyaz tabakası 1650 m aşındıktan sonra aşındığı halde, S4 kodlu numunenin sert tabakasının aşınma ömrü 712 m olarak tespit edilmiştir. Sursulf yöntemi ile nitrürlenmiş numunelerin sürtünme katsayılarının yüksek olmasının nedeni, bu malzemelerde muhtemelen porozite olmasına atfedilmiştir. Sursulf yöntemi ile nitrürlenmiş numuneler yağlayıcı ortamda kullanıldığında yağın gözeneklere dolarak çelik yüzeyindeki sürtünmeyi azaltacağı ve bu şekilde aşınmanın yavaşlayacağı düşünülmektedir. Tufftride ile nitrürlenmiş numunelerin daha sert yüzeylere sahip olduğu sertlik deneyleri kısmında vurgulanmıştı. Genel bir kural olmasa da yüksek sertliğe sahip malzemeler eğer yüzeyde yapısal hatalar yoğun değilse daha düşük sürtünme katsayısı ortaya çıkar. Tufftride yöntemiyle nitrürlenmiş numunelerde daha düşük sürtünme katsayılarının elde edilmesi, malzemede daha hasarsız yüzeyler olduğundandır.

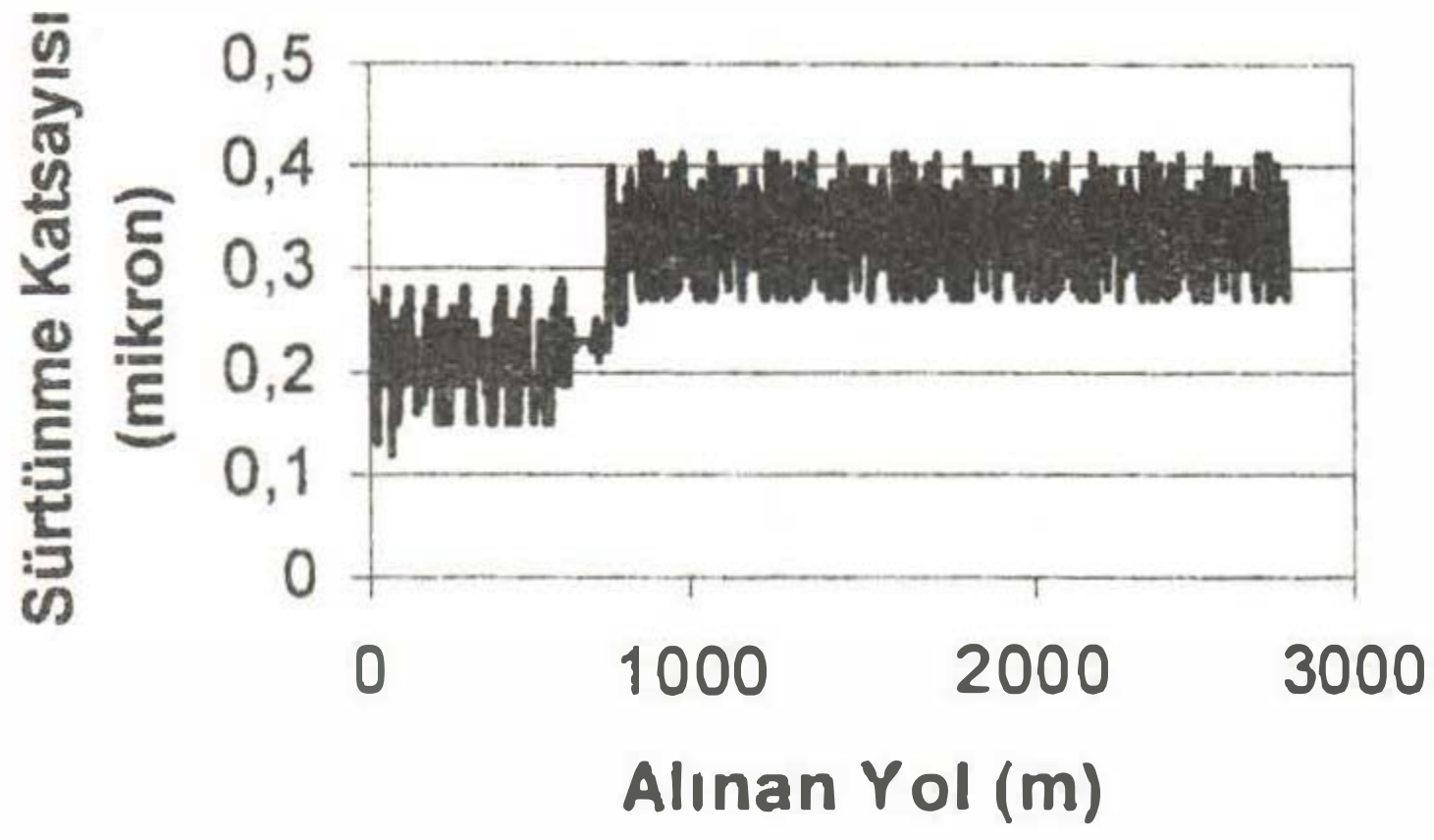
Tablo VI.3 Nitrürlenmiş numunelerin sürtünme katsayıları

Numune Kodu	Sürtünme Katsayısı	Sert Tabakanın Aşınmasından Önce Alınan Yol (m)
T2	0,200	572
T4	0,202	1650
S2	0,207	408
S4	0,209	712

Şekil VI.2'deki diyagramlarda görüleceği gibi, Sursulf yöntemi ile nitrürlenmiş numune, Tufftride prosesi ile nitrürlenmiş numuneden çok daha çabuk aşınmıştır. Şekil VI.3'teki mikroyapılardan görüleceği gibi aynı şartlar altında aşınmaya maruz kalan malzemelerden S4'ün yüzeyi T4'e göre daha fazla aşınmış ve T4'ün yüzeyinde yer yer çatlak ve beyaz tabaka kalkması görülürken S4'ün yüzeyinde çok fazla yüzey pürüzlülüğü ve çok fazla kopmuş beyaz tabaka göze çarpmaktadır. Sürtünme katsayıları, her iki proses ile nitrürlenmiş numunelerde de birbirine çok yakın değerlerdedir.



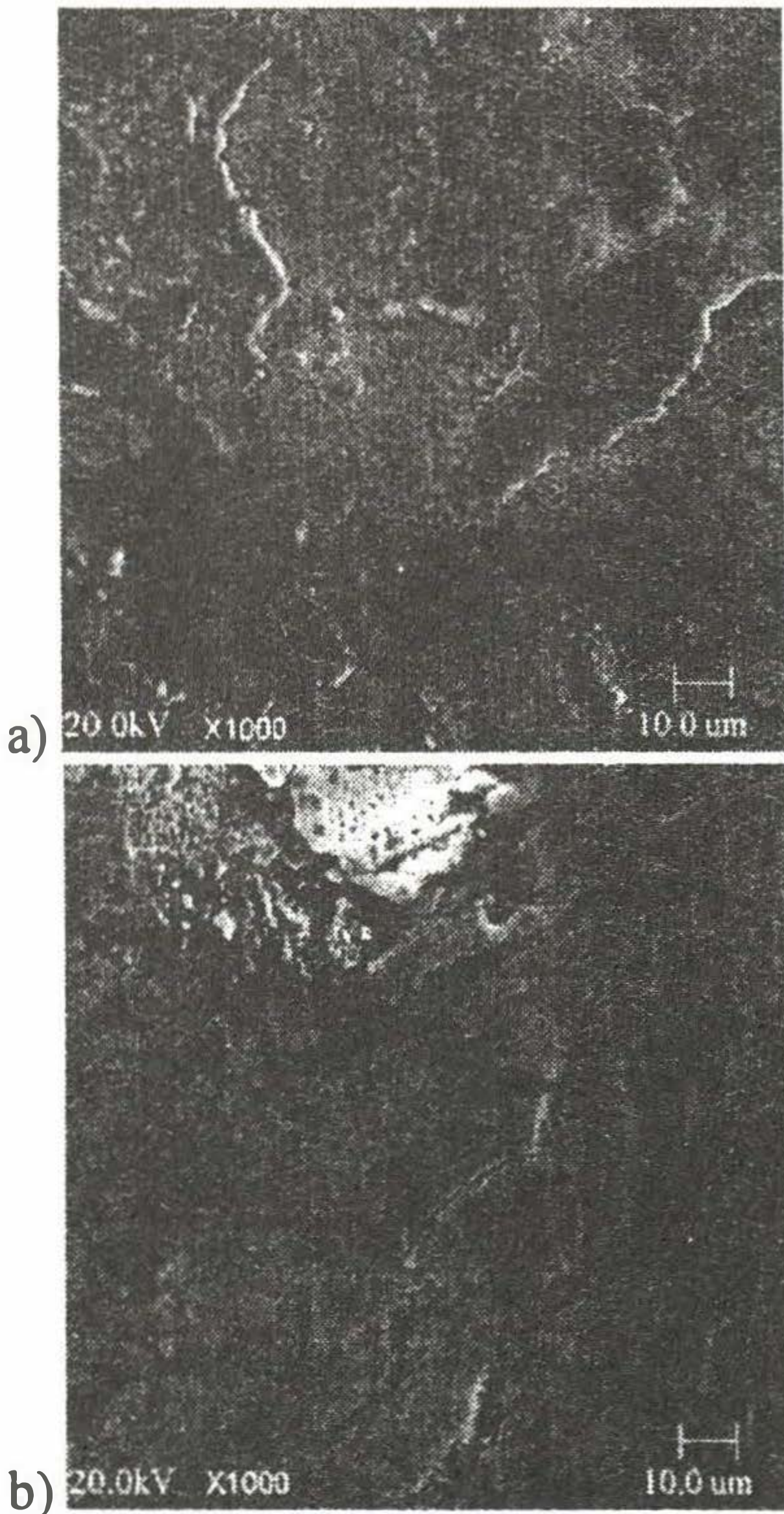
a)



b)

Şekil VI. 2 Aşınma deneyleri sırasında elde edilen Aşınma mesafesi -Sürtünme katsayısı grafiği. a) T4 b)S4

Aşınma Deney Koşulları: Numune dönme hızı: 0,4 m/san. Ortam: Yağlayıcısız Uygulanan yük: 1N Sıcaklık: Oda Sıcaklığı Aşınma Cihazı: Ball on Disc Bilye: Ø4,6 mm WC Standart:ASTM G99

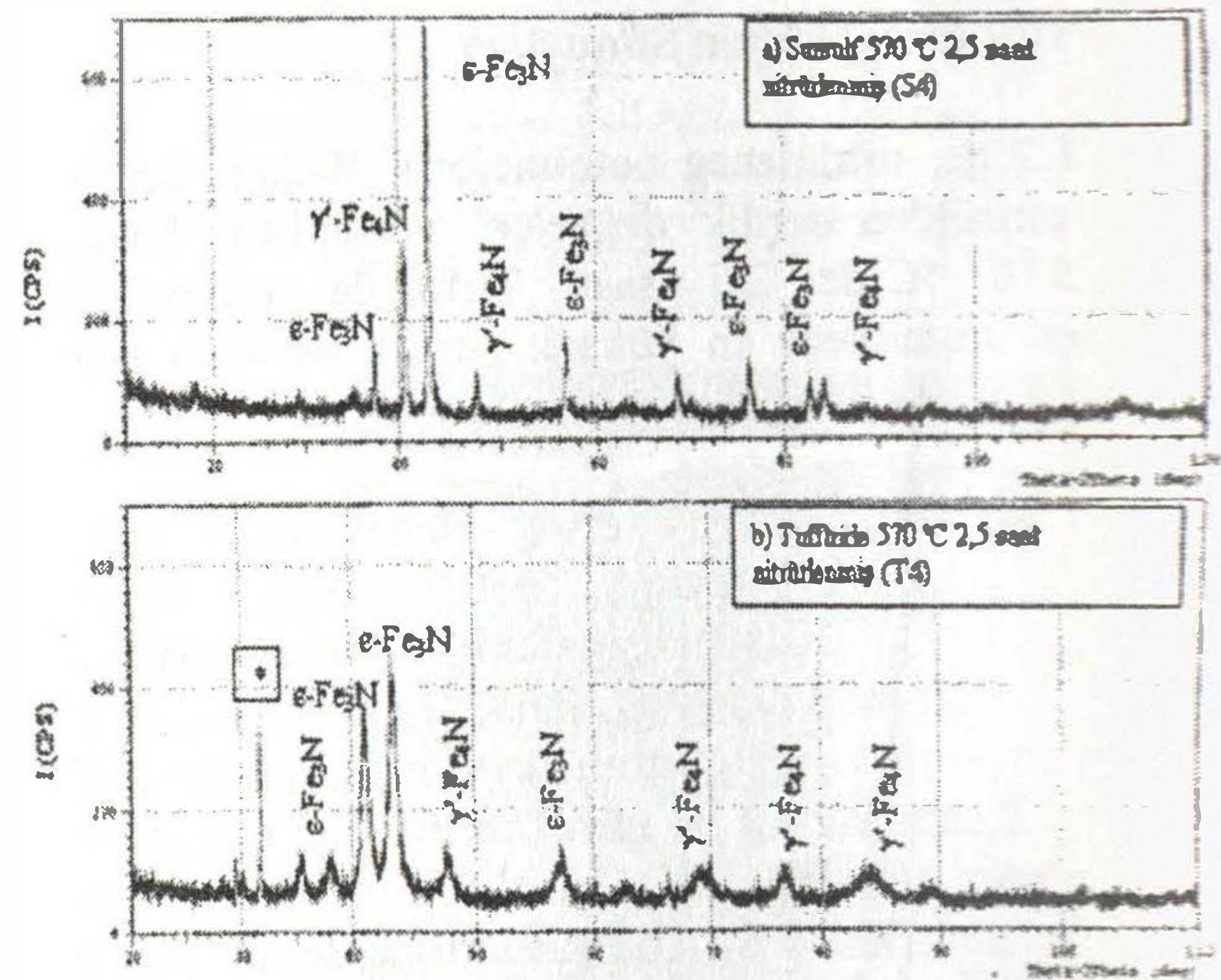


Şekil VI.3 a) S4 b)T4 adlı numunelerin aşınma izlerinden alınan SEM Mikroyapı fotoğrafları.

VI.4 XRD Deneyi Sonuçları

Tübitak'tan alınan kalitatif faz (minerolojik) ve yarı kantitatif element analizi XRD analiz sonuçlarına göre her iki numunede de Fe_3N ve az miktarda Fe_4N (Roaldite) tespit edilmiştir. Şekil VI.4'te Tuffride ve Sursulf prosesleri ile nitrürlenmiş çeliklerin XRD faz analiz diyagramları görülmektedir.

Chiu'nun çalışmasında [11] 570 °C'de 3 saat süre ile Sursulf uyguladığı numunede elde edilen XRD paterninde numunenin yüzeyindeki hakim faz $\epsilon-Fe_3N$ ve $\gamma'-Fe_4N$ 'dir. Chiu'nun çalışmasında elde edilen sonuç, bu çalışmaya uyum göstermektedir.



Şekil VI.4 a) S4 ve b) T4 adlı numunelerin XRD faz analizi diyagramları (*Cihazdan kaynaklanan piktir, faz değildir).

Yapıda $\epsilon-Fe_3N$ fazının çok fazla olması, yüzeyin tok ve aşınmaya dayanıklı olduğunu göstermektedir. Eğer $\epsilon-Fe_3N$ ile birlikte az miktarda $\gamma'-Fe_4N$ bulunuyorsa, bu yapı yine de kırılğan sayılmaz. Fakat yapıdaki $\gamma'-Fe_4N$ miktarı artarsa, yüksek sıcaklıklarda beyaz tabaka kırılğan bir davranış sergiler. Bunun sebebi ise bu iki fazın farklı büyüme karakteristiklerine sahip olmalarıdır. Yüksek sıcaklıklarda bu iki fazın farklı büyüme davranışı göstermesi nedeniyle beyaz tabaka pulcuklar halinde dökülmeye başlar ve beyaz tabaka ile difüzyon tabakası arasındaki bağ yapısı güçsüz hale gelir.

VII. SONUÇLAR ve İRDELEME

Yapılan metalografik incelemeler, sertlik ölçümleri, XRD faz analizleri, aşınma deneyleri ve SEM-EDS analizleri sonucunda Tuffride yöntemi ile 570 °C'de 2,5 saat süre ile nitrürlenmiş numunenin maksimum sertlik, aşınma direnci, beyaz tabaka kalınlığı ve difüzyon tabakası kalınlığına sahip olduğu tespit edilmiştir. Sursulf yöntemi ile nitrürlenmiş kalıpların performansı ekstrüzyon

prosesinde iyi verim elde edilmesi için yeterli görünmektedir. Bununla birlikte Tuffride yöntemi ile nitrürlenmiş kalıpların çok daha yüksek performans göstereceği görülmüştür. Sursulf yöntemi ile nitrürlenmiş numunelerin Tuffride yöntemi ile nitrürlenmiş numunelere göre daha az performans göstermesinin en önemli nedeni, nitrürlenme kabiliyetine çok büyük katkısı olan CN miktarının düşük olması ve bu nedenle yüksek sertlikte bir yüzey elde edilememesidir. Aşınma yüzeylerinde oluşan hasarları SEM incelemeleri sonrasında çok net görebilmekteyiz. Sursulf ile nitrürlenmiş numunelerin aşınma hasarı daha yüksek olmuştur. Sülfür bileşiklerinin Sursulf işlemi gören çelik yüzeyinde oluşturduğu gözenekli yapının, yağlayıcı ortamlarda yağın gözeneklere dolarak aşınmayı yavaşlatması açısından avantaj sağlayabileceği düşünülmektedir. H13 çelik kalıpların yüzeylerine nitrojenin difüzyonunun sağlıklı bir şekilde gerçekleşmesi için uyulması gereken en önemli kurallar; uygun sıcaklığın sağlanması, banyonun hava ile karıştırılması, banyonun optimum kimyasal bileşime sahip olması ve parçaların belirlenen minimum süre boyunca banyo içerisinde kalmasıdır. Bütün bu şartlar sağlanmış ve bu şartlar altında nitrürlenmiş parçalar incelenerek sonuçta en iyi performansı gösteren proses belirlenmiştir. Bu proses ise 570 °C'de 2,5 saat süre ile uygulanan Tuffride prosesidir.

KAYNAKLAR

- [1] ÖNAL, İ., Takım Çeliklerinin Yüzey Sertleştirme İşlemi, Bitirme Tezi, İ.T.Ü., Haziran 1978.
- [2] STENGER, H., Extrusion Processes, Machinery, Tooling, ASM, USA, 1981.
- [3] HOCKING, M. G., VASANTASREE, V., SIDKY, P. S., Metallic and Ceramic Coatings, John Wiley & Sons Inc., Newyork, 1998.
- [4] ÖĞEL, B., Metal Yüzeylere Uygulanan İşlemler, Yöntem ve Malzeme Seçimi, Metalurji Dergisi, 1998.
- [5] HUTCHINGS, I. M., Tribology, Friction and Wear of Engineering Materials, London, 1992.
- [6] WICK, C., VEILLEUX, R. F., Tool and Manufacturing Engineering Handbook, Materials, Finishing and Coating, USA, 1985.
- [7] THELNING, K. E., Çelik ve Isıl İşlemi Bofors El Kitabı, Çeviren TEKİN A., 1987.
- [8] GÖKNİL, A., Tuz Banyosunda Nitrasyon, Degussa Ticaret Ltd. Şti, Teknik Doküman, İstanbul 1998.
- [9] Petrofer Endüstriyel Yağlar San. ve Tic. A.Ş. Nitrasyon Dökümanı, 2001.
- [10] KRISHNAMURTHY, S., RAMAMOHANA RAO, A Comparative Study on the Performance of Differently Treated Plain Carbon Steel Gears, Wear, Vol. 142, pp. 239-252, 1991.
- [11] CHIU, L., H., WU, C., H., CHANG, H., Wear Behavior of Nitrocarburised JIS SKD61 Tool Steel, Wear, Vol. 253, pp: 778-786, April 2002.