

T.C.
GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ
MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ
ENSTİTÜSÜ

SAF DEMİRİN ETHANOLAMİNE
ÇÖZELTİSİ İÇERİSİNDE
ELEKTROLİTİK PLAZMA YÖNTEMİYLE
YÜZEY SERTLEŞTİRİLMESİ

Hüseyin BAŞARAN
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM
DALI

GEBZE

2007

T.C.

GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ

**MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ
ENSTİTÜSÜ**

**SAF DEMİRİN ETHANOLAMİNE
ÇÖZELTİSİ İÇERİSİNDE
ELEKTROLİTİK PLAZMA YÖNTEMİYLE
YÜZEY SERTLEŞTİRİLMESİ**

Hüseyin BAŞARAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM
DALI**

TEZ DANIŞMANI

Doç.Dr.Metin USTA

GEBZE

2007



**GEBZE YÜKSEK
TEKNOLOJİ
ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS/DOKTORA JÜRİ ONAY FORMU

G.Y.T.E. Mühendislik ve Fen Bilimleri/Sosyal Bilimler Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
..... tarih ve/..... sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından
...../...../..... tarihinde tez savunma sınavı yapılan
.....'ın tez çalışması
.....Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) :

ÜYE :

ÜYE :

ÜYE :

ÜYE :

ONAY

G.Y.T.E. Mühendislik ve Fen Bilimleri/Sosyal Bilimler Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
..... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

TEZ BAŞLIĞI: Saf Demirin Ethanolamine Çözeltisi İçerisinde Elektrolitik Plazma Yöntemiyle Yüzey Sertleştirilmesi

YAZAR ADI: Hüseyin BAŞARAN

Bu çalışmada, saf demirin ağırlıkça %80 su, %10 ethanolamin ve %10 NH_4Cl içeren sulu çözelti ve %70 su, %20 ethanolamin ve %10 NH_4Cl içeren sulu çözelti içerisinde elektrolitik plazma yöntemi ile yüzey karbürizasyonu incelendi. Yüzey karbürizasyonu, ağırlıkça %10'luk ethanolamin çözeltisinde 710 °C, 750 °C, 785 °C ve 820°C sıcaklıklarda ve ağırlıkça %20'lik ethanolamin çözeltisinde 660 °C, 705 °C, 735 °C ve 780 °C sıcaklıklarda 5, 10 ve 30 dakika sürelerde gerçekleştirildi. Saf demir yüzeyi üzerindeki karbonca zengin ve sert tabakanın oluşumu X-ışınları kırınımı analizi ile doğrulandı. Metalografik çalışmalar saf demir yüzeyinde pürüzsüz ve yoğun bir tabaka açığa çıkardı. Deneysel sonuçlar karbürleme süresi ve sıcaklığı arttıkça oluşan tabaka kalınlığının da arttığını gösterdi. Ağırlıkça %10'luk ethanolamin çözeltisinde (plazma) karbürlenen numuneler yüzeyinde oluşan tabaka kalınlığının ~15 ile ~345 μm aralığında değiştiği, ağırlıkça %20'lik ethanolamin çözeltisinde ise ~11 ile ~115 μm aralığında değiştiği tespit edildi. Karbürlenmiş numunelerin yüzeyden itibaren mesafeye bağlı sertlikleri mesafeyle beraber düşmektedir. Altlık malzeme olan saf demirin yüzeyinde oluşan tabakanın ortalama sertliği 898 HV ile 974 HV aralığında değişirken, altlık malzeme saf demirin sertliği 120 HV ile 190 HV aralığında değişmektedir. Ağırlıkça %10'luk ethanolamin çözeltisinde plazma karbürlenen numunelerin yüzeyinde ölçülen en yüksek ortalama sertlik değeri 898 HV iken ağırlıkça %20'lik ethanolamin çözeltisinde (plazma) karbürlenen numunelerin yüzeyinde ölçülen en yüksek ortalama sertlik değeri ise 1142 HV'dir. Saf demir üzerinde oluşan baskın fazların martenzit, Fe_3C , YMK demir fazları karışımı olduğu XRD ile doğrulanmıştır. Aşınma testi sonucunda plazma elektrolitik karbürleme işleminden sonra saf demir yüzeyinin aşınma direncinin arttığı görüldü.

SUMMARY

TITLE OF THE THESIS: Surface Hardening of Pure Iron In a Solution Containing Ethanolamine By Electrolytic Plasma Method

AUTHOR: Hüseyin BAŞARAN

In this study, surface carburizing of pure iron was investigated in aqueous solution, that consists of 80% wt. water, 10% wt. ethanolamine and 10%wt. NH_4Cl and 70% wt. water, 20% wt. ethanolamine and 10%wt. NH_4Cl . Surface carburizing was carried out in 10% wt. ethanolamine solution at 710 °C, 750 °C, 785 °C and 820°C temperatures and 20% wt. ethanolamine solution at 660 °C, 705 °C, 735 °C and 780 °C temperatures for 5, 10 and 30 minutes. The formation of hard carbon-rich layer on the surface of pure iron was confirmed by XRD analysis. Metallographic studies revealed a rough and dense carburized layer on the surface of the pure iron. Experimental results showed that the thickness of the carburized layers change with the time and temperature. The average thickness of the carburized layer ranged from ~15 to ~345 μm for 10% wt. ethanolamine solution and from ~11 to ~115 μm for 20% wt. ethanolamine solution with some scatters. The hardness of the carburized samples decreased with the distance from the surface to the interior of the test material. The average hardness of the carburized layer on the substrate was about 898 Hv for 10% wt. ethanolamine solution and 1142 Hv for 20% wt. ethanolamine solution while the hardness of the substrate ranged from 120 to 190 Hv. The dominant phases formed on the pure iron were found to be a mixture of Fe_3C , martensite and FCC iron confirmed by XRD. Wear resistance in all plasma electrolytic carburized samples is considerably improved in relation to the untreated specimen.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam süresince tüm görüşlerini, bilgi ve deneyimleriyle benimle paylaşan, danışmanım Doç. Dr. Metin USTA'ya, hocalarım Yrd. Doç. Dr. Mehmet TARAKÇI ve Yrd. Doç Dr. Yücel GENÇER'e teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışmalarında yardımlarından ötürü Adem ŞEN'e ve Ömer Faruk DENİZ'e teşekkür ederim.

Bu çalışma 105M184 no'lu TÜBİTAK-MAG projesi tarafından desteklenmiştir.

Ve son olarak en özel teşekkürlerimi aileme ve dostlarıma sunmak istiyorum. Sevgilerini ve desteklerini hiçbir zaman eksik etmedikleri ve her zaman bana inandıkları için...

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	iv
SUMMARY	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xv
 1. GİRİŞ	 1
1.1. Saf Demirin Özellikleri	1
1.2. Demir Karbon Alaşımları	3
 2. YÜZEY İŞLEMLERİ	 5
2.1. Alev ile Yüzey Sertleştirme	6
2.2. İndüksiyon ile Yüzey Sertleştirme	6
2.3. Daldırma Sertleştirmesi	6
2.4. Kimyasal Termik Yüzey İşlemleri	7
2.4.1. Sementasyon (Karbürleme, Karbürizasyon) İşlemi	7
2.4.2. Karbürizasyon Kinetiği	8
2.4.3. Sementasyondan Sonra Sertleştirme İşlemi	10
2.4.4. Sementasyon Sıcaklığından Direkt Sertleştirme	11
2.4.5. Martensitik Reaksiyon	12
2.4.6. Çelikte Martensit	12
2.4.7. Martensitin Özellikleri	14
2.4.8. Kalıntı Ostenit	16
2.4.9. Metaller Arası Bileşikler	16

3. ELEKTROLİTİK PLAZMA METODU İLE YÜZEY SERTLEŞTİRME	17
3.1. Giriş	17
3.2. Plazma Elektrolizin Fiziksel ve Kimyasal Temelleri	19
3.2.1. Elektroliz	19
3.2.2. Akım Gerilim Karakteristiği	20
3.3. Plazma-Geliştirilmiş Fiziko-Kimyasal İşlemler	21
3.3.1. Plazma Elektrolizde Isı Verme	23
3.3.2. Yayınma Prosesleri	26
3.4. PED Teknolojisi	28
3.4.1. Teçhizat	28
3.4.2. DC Kaynak	28
3.4.3. PES’de İşlem Kontrolü	29
3.4.4. PES İçin Elektrolit Seçimi	30
3.5. Mevcut Uygulamalar	30
4. AŞINMA	32
4.1. Tanım	32
4.2. Aşınma Parametreleri	33
4.2.1. Malzeme Seçimi	33
4.2.2. Pürüzlülük	34
4.2.3. Sertlik	34
4.2.4. Yüzey İşlemleri	34
4.2.5. Yağlama	34
4.2.6. Temas Geometrisi	35
4.2.7. Çevre	35
4.2.8. Zaman	35

4.3. Aşınma Çeşitleri	35
4.3.1. Adhezyon Aşınması	37
4.3.2. Abrazyon Aşınması	38
4.3.3. Yorulma Aşınması	39
4.3.4. Korozyon Aşınması	39
4.3.5. Erozyon Aşınması	39
4.3.6. Termal Aşınma	40
5. ÇALIŞMANIN AMACI	41
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	42
6.1. Deneylerde Kullanılan Altlık Malzemeler	42
6.2. Sulu Çözeltide Plazma Elektrolitik Karbürizasyon Sistemi	42
6.3. Plazma Elektrolitik Yüzey Karbürizasyonu	43
6.4. Metalografik İncelemeler	44
6.5. Mikro Yapı Karakterizasyonu	45
6.6. Sertlik Ölçümleri	45
6.7. Aşınma Deneyi ve Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümleri	45
6.8. Kimyasal Analiz	46
7. SONUÇLAR VE İRDELENMESİ	47
7.1. X-ışınları Difraksiyonu Analizi	47
7.2. Sertlik ve Tabaka Kalınlığı Ölçümleri	57
7.3. Kaplama Kalınlıklarının İncelenmesi	70
7.4. Karbürlenen Malzemenin Yüzey Kompozisyonu ve Kompozisyonun Yüzeyden İçeriye Doğru Değişimi	73
7.5. Yüzey Pürüzlülüğü Deneyleri	75
7.6. Aşınma Deneyleri	77
8. SONUÇLAR	85
KAYNAKÇA	86
ÖZGEÇMİŞ	

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

μm	mikrometre
Hv	Vickers sertliği
BCC	Hacim merkezli kübik
FCC	Yüzey merkezli kübik
HMT	Hacim merkezli tetragonal
DC	Doğru akım
PED	Plazma elektrolitik biriktirme
PES	Plazma elektrolitik doyurma
Q	Isı akısı
U	Voltaj (Volt)
I	Akım (Amper)
E	Elektrik alanı
J	Akım yoğunluğu (A/m^2)
P	Buhar basıncı
N	Newton
μ	Ortalama sürtünme katsayısı
k	Aşınma oranı (mm^3/Nm)
A°	Pürüzlülük
XRD	X-ışınları kırınımı
SEM	Taramalı elektron mikroskobu

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
1.1. Saf demir için ısıtma ve soğutma eğrileri	1
1.2. Ağırlıkça % 6,67 C'un üzeri Fe-C denge diyagramı. Sürekli çizgiler Fe-Fe ₃ C denge diagramını; kesik çizgiler demir-grafit denge diagramını göstermektedir	4
2.1. (1.1) eşitliğinde mevcut bazı miktarları gösteren karbürizasyon diyagramı	9
2.2. Basitleştirilmiş demir-karbon denge diyagramı. Taranmış bölge karbon çelikleri için sertleştirme sıcaklık aralığını göstermektedir	11
2.3. (a) YMK östenit ve HMT martensit arasındaki ilişki ve (b) Martensitte ağırlıkça karbon yüzdesi	13
2.4. Karbonun martenzit sertliğine etkisi	14
2.5 (a) Az karbonlu çelikte iğne (lath) martenzit, (b) Yüksek karbonlu çelikte levha (plate) martensit	15
2.6. Alaşımsız bir çelikte Ostenit içersinde çözünmüş miktarının Ms ve Mf sıcaklığına etkisi	15
3.1. Sulu çözelti elektrolizinde elektrot süreçleri	19
3.2. Plazma elektroliz işlemi için iki çeşit akım-voltaj diyagramı	20
3.3. Elektrolitik plazma prosesinde, geleneksel elektrolizde oluşan temel elektrot prosesleri ve plazma elektrolizde oluşan fiziksel-kimyasal prosesler arasındaki ilişki	22
3.4. (I) suyun kaynaması ve (II) plazma elektroliz işlemleri için ısı değişim diyagramı. 1. ve 2. eğri sırasıyla kabarcık kaynaması ve buhar filim dengeleme şartlarına uymaktadır. Kareler PEO deneysel verilerinden çıkarılmıştır	24
3.5. Silikat içeren sulu çözeltide Al altlığın sıcaklığına karşın PEO işlem süresi. 15 g/l, 30 g/l ve 100 g/l elektrolit konsantrasyonlarında net ısı akısı Q	25

sırasıyla 0.1–0.05 MW/m ² , 0.2–0.1 MW/m ² ve 0.5–0.3 MW/m ² aralıklarında değişim göstermektedir	
3.6. PES prosesinin karakteristik potansiyel–sıcaklık (1–4, dolu) ve potansiyel–akım (5–8, içi boş) özellikleri: 1,5–borlama; 2,6–karbürleme; 3,7 – karbonitrürleme; 4,8 – nitrürleme	25
3.7. PED işleminde kullanılan araçların tipik sıralaması: (1) pencere, (2) karıştırıcı, (3) bağlantı kabloları, (4) gaz atış vantilatörü, (5) topraklanmış kasa, (6) güç ünitesi, (7) iş parçası, (8) soğutma sistemi, (9) banyo, (10) izolasyon plakası	29
4.1. Bir tribolojik sistemin elemanları	33
4.2. Aşınma zaman eğrisi	36
4.3. Aşınma çeşitleri	37
6.1. Plazma elektrolitik yüzey karbürizasyon sisteminin şematik gösterimi	43
7.1. Ağırlıkça%10 çözelti şartlarında 5 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.	48
7.2. Ağırlıkça%10 çözelti şartlarında 10 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.	49
7.3. Ağırlıkça %10 çözelti şartlarında 30 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.	50
7.4. Ağırlıkça %20 çözelti şartlarında 5 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.	52
7.5. Ağırlıkça%20 çözelti şartlarında 10 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.	53
7.6. Ağırlıkça %20’lik çözelti şartlarında 30 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.	54
7.7. Ağırlıkça %10’ luk çözelti ortamında 5 dk. 820°C’de işlem gören numunenin sertlik değişimi.	59
7.8. Ağırlıkça %10’ luk çözelti ortamında 10 dk işlem görmüş numunelerden (a) 785°C’ de ve (b) 820°C’ de işlem görmüş numunelerin sertlik değişimi.	60
7.9. Ağırlıkça %10’ luk çözelti ortamında 30 dk işlem görmüş numunelerden (a) 785°C’de ve (b) 820°C’de işlem görmüş numunelerin sertlik değişimi.	61
7.10. Ağırlıkça %10’ luk çözelti ortamında 5 dakika süreyle 750 °C, 785 °C, 820°C sıcaklıklarda karbürlenmiş numunelerin yüzeyinden	62

- altlığa doğru sertlik değişimini göstermektedir.
- 7.11. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 10 dakika süreyle 750 °C, 63
785 °C, 820°C sıcaklıklarda karbürlenmiş numunelerin yüzeyinden altlığa
doğru sertlik değişimini göstermektedir.
- 7.12. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 30 dakika süreyle 710°C, 63
750 °C, 785 °C, 820°C sıcaklıklarda karbürlenmiş numunelerin
yüzeyinden altlığa doğru sertlik değişimi.
- 7.13. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 5 dk. süreyle (a) 705 °C ve 65
(b) 735 °C'de işlem görmüş numunelerin serlik değişimleri.
- 7.14. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 10 dk. süreyle 705 °C' de 66
işlem görmüş numunenin serlik değişimi.
- 7.15. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 30 dk. süreyle 660 °C'de 66
işlem görmüş numunenin serlik değişimi.
- 7.16. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 30 dk. süreyle 780 °C'de 67
işlem görmüş numunenin serlik değişimi.
- 7.17. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 5 dakika süreyle 705°C, 68
735 °C, 780 °C sıcaklıklarda karbürlenmiş numunelerin yüzeyinden altlığa
doğru sertlik değişimi.
- 7.18. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 10 dakika süreyle 705°C, 68
735 °C, 780 °C sıcaklıklarda karbürlenmiş numunelerin yüzeyinden altlığa
doğru sertlik değişimi.
- 7.19. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 30 dakika süreyle 705°C, 69
705°C, 735 °C, 780 °C sıcaklıklarda karbürlenmiş numunelerin yüzeyinden
altlığa doğru sertlik değişimi.
- 7.20. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında karbürlenmiş numunelerin 72
değişen süre ve sıcaklıklar ile ortalama tabaka kalınlıkları.
- 7.21. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında karbürlenmiş numunelerin 73
değişen süre ve sıcaklıklar ile ortalama tabaka kalınlıkları.
- 7.22. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında (a) 30 dk. süre ile 660 °C' de, 75
(b) 30 dk. süre ile 705 °C 'de karbürlenmiş saf demirin yüzeyden altlığa
doğru kiyasal analizi.

- 7.23. Ağırlıkça %10'luk çözelti ortamında değişik işlem sıcaklık ve sürelerinde karbürize edilmiş numunelerin ve saf demirin 10N yük altında aşınma oranı değişimleri. 78
- 7.24. Ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında değişik işlem sıcaklık ve sürelerinde karbürize edilmiş numunelerin ve saf demirin 10N yük altında aşınma oranı değişimleri. 79
- 7.25. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında değişik işlem sıcaklık ve sürelerinde karbürize edilmiş numunelerin ve saf demirin 10N yük altında ortalama sürtünme katsayısı değişimleri. 80
- 7.26. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında değişik işlem sıcaklık ve sürelerinde karbürize edilmiş numunelerin ve saf demirin 10N yük altında ortalama sürtünme katsayısı değişimleri. 81
- 7.27. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 5 dk. süre ile 820 °C' de işlem gören numunenin 10N yük altında aşınma bandını göstermektedir. 83
- 7.28. Ağırlıkça %10'luk çözelti ortamında 10 dk, süre ile 785 °C ' de işlem gören numunenin 10N yük altında aşınma şekli. 83
- 7.29. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 10 dk, süre ile 705 °C ' de işlem gören numunenin 10N yük altında aşınma şekli. 84

TABLOLAR DİZİNİ

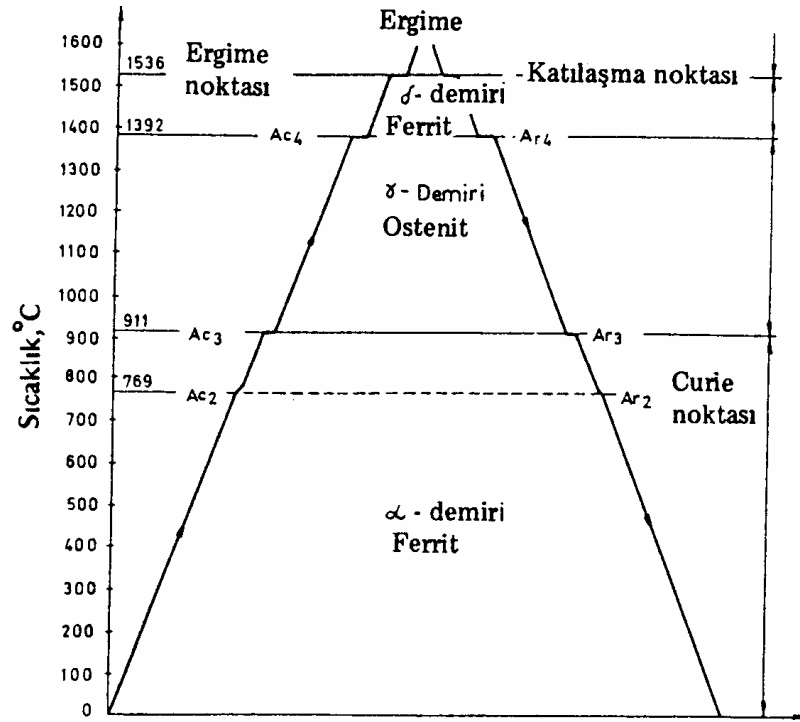
<u>Tablo</u>	<u>Sayfa</u>
1.1. Demirin kristal çeşitlerine genel bir bakış	2
1.2. erf=Hata fonksiyonu	10
3.1. PES prosesi için elektrolit seçimi	27
6.1. Bu çalışmada kullanılan saf demir altlık malzemesinin kimyasal kompozisyonu (% ağırlıkça)	43
6.2. İki çözelti için voltaj değerlerine karşılık gelen sıcaklık değerleri	44
7.1. Ağırlıkça %10'luk çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürlenmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbürize tabakanın karbürizasyon sürelerine göre ortalama tabaka sertlikleri.	65
7.2. Ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürlenmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbürize tabakanın karbürizasyon sürelerine göre ortalama tabaka sertlikleri.	65
7.3. Ağırlıkça %10'luk çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürlenmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbürize tabakanın karbürizasyon sürelerine göre ortalama tabaka kalınlıkları.	67
7.4. Ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürlenmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbürize tabakanın karbürizasyon sürelerine göre ortalama tabaka kalınlıkları.	67
7.5. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürlenmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbürize tabakanın karbürizasyon sürelerine göre değişen yüzey pürüzlülükleri.	76

7.6. Ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürlenmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbürize tabakanın karbürizasyon sürelerine göre değişen yüzey pürüzlülükleri.	76
---	----

1. GİRİŞ

1.1. Saf Demirin Özellikleri

Saf demir sıcaklığa bağlı olarak birden çok kafes yapısına sahip olan, allotropik bir metaldir [Avner, 1986]. Saf demirin soğuma eğrisi şekil1.1’de gösterilmiştir.



Şekil 1.1 Saf demir için ısıtma ve soğutma eğrileri [Thelning, 1984]

Saf demir 1536 °C’de kübik hacim merkezli kristaller halinde δ-demir’i olarak katılaşır. Bu yapıda her demir atomu üç boyutlu çevresinde sekiz komşu demir atomu ile sarılmıştır.

1401 °C’de atomların daha da yaklaşması ile aniden kübik yüzey merkezli kristal yapısındaki γ-demir’i meydana gelir. Yeni yapıda her demir atomu üç boyutlu

çevresinde on iki komşu demir atomu ile sarılmıştır. Bu sayede de bir önceki yapıya göre daha sıkı paket bir oluşmuştur.

Soğutma işlemi devam ettiği takdirde, 911 °C’de tekrar bir durak noktası ile karşılaşılır. Bu sıcaklıkta kübik hacim merkezli yeni kristaller oluşur ve α -demir’i olarak adlandırılır.

α -Demiri, oda sıcaklığına kadar devam eden bir soğumada artık bir daha değişime uğramayan son kristal şeklidir. Gerçekte 768 °C’ de diğer durak noktası mevcuttur; ancak bu sıcaklıkta her hangi bir kristal kafesi değişimi meydana gelmez. Demir bu noktada, ısıtma ve ergitme sırasında kaybolan manyetik özelliklerini tekrar kavuşur (Kuri Noktası).

Demirin katı haldeki dönüşümleri büyük bir öneme sahiptir. Bu özellik, özel bir şekilde yapılacak basit bir ısıtma ve soğutma işlemi ile kristal yapısının istenen biçime getirilmesi imkanını vererek, malzeme özelliklerinin belirli sınırlar içerisinde istenildiği gibi ayarlanmasını sağlar. Demirin kristal çeşitlerine genel bir bakış Tablo 1.1. gösterilmektedir.

Demirin ısıtılması esnasında olaylar ters yönde vuku bulur. Bahsedilen durak noktaları sadece yavaş bir soğutma için geçerlidir. Normal bir soğutmada bir kaç derece daha yüksek değerlere sahiptirler [Weissbach, 1984].

Tablo 1.1 Demirin kristal çeşitlerine genel bir bakış [Weissbach, 1984].

Kristal çeşidi	α -Demiri	γ -Demiri
Kristal cinsi	Ferrit	Östenit
Kristal tipi	Kübik hacim merkezli	Kübik yüzey merkezli
Kafes parametresi ($A^\circ=10^{-3}$ cm cinsinden)	2,87	3,65
Şekil değiştirme kabiliyeti	İyi	Çok iyi
Bünyesinde karbon çözündürme kabiliyeti	Düşük	% 2 ye kadar
Manyetik	Manyetik	Manyetik değil
Isısal genleşme	Düşük	Daha düşük

1.2. Demir Karbon Alaşımları

Demir alaşımları öncelikle demir-karbon esaslı olan sade karbonlu çelik alaşımlarını, takım çeliklerini, paslanmaz çelikleri ve dökme demirleri içerirler [Askeland, 1998]. Karbon miktarının biraz değişmesiyle dökme demirde çeşit değişmesi pek söz konusu değil iken, çelik malzemelerde karbon miktarına bağlı olarak pek çok sayıda çelik türü elde edilir [Topbaş, 1998].

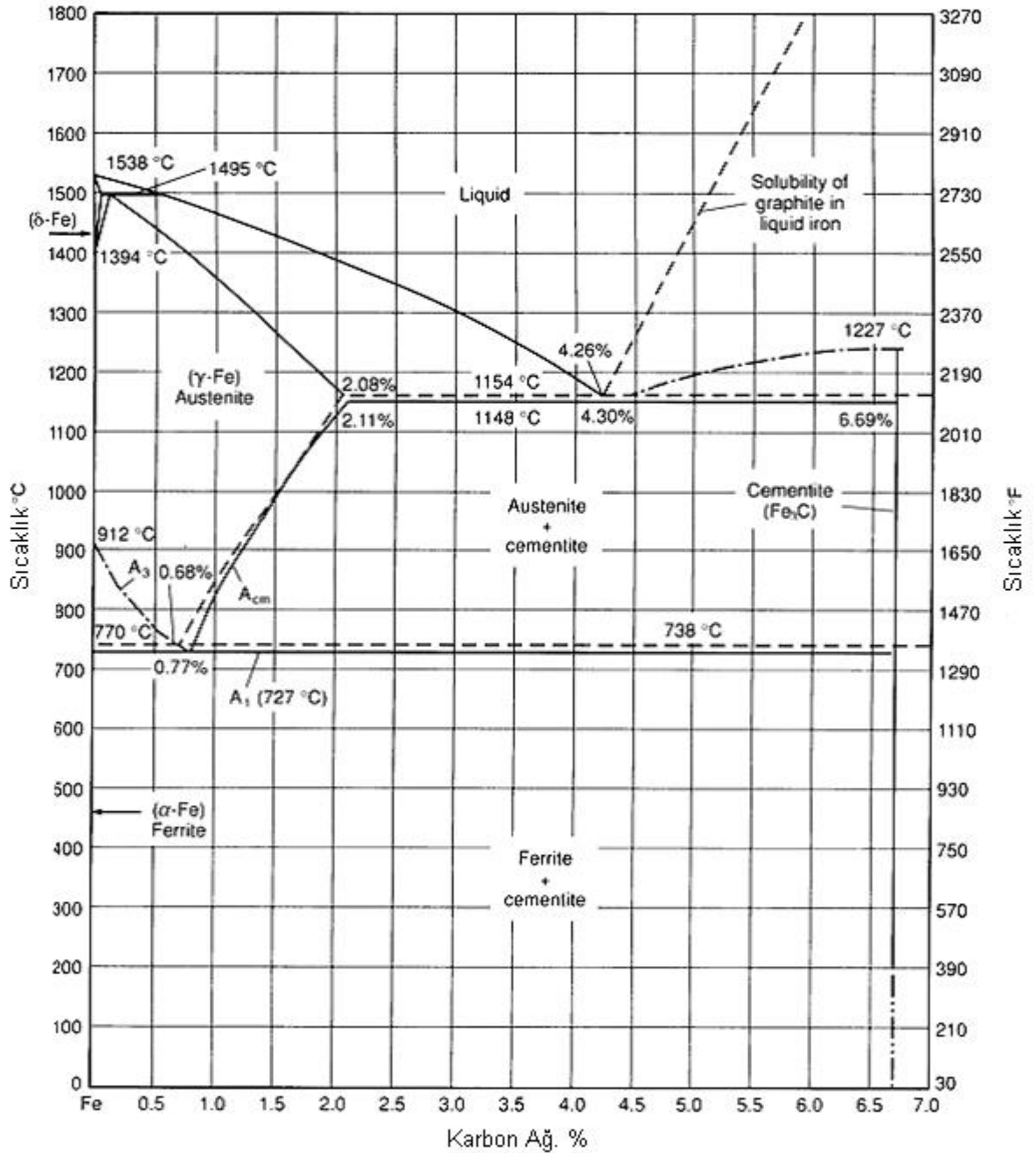
Çelikte alaşım elementlerinden en önemlisi karbondur. Karbonun varlığı, çeliği günlük yaşamın en yararlı bir unsuru yapan, elde edilebilir çok sayıda özelliklerinden büyük ölçüde sorumludur. Oda sıcaklığında karbonun α demiri içerisindeki çözünürlüğü çok düşüktür ve bu nedenle karbon atomları tek tek demir atomları arasında çok seyrek olarak bulunurlar. Ferritte çözülmüş karbon miktarının düşük olması karbonun demir karbür bileşiğini oluşturduğunu gösterir. Karbonun demir ile yaptığı karbüre sementit adı verilir. Demir-karbür ferrit ile beraber “Lamel” (yaprak veya levha) şeklinde mevcut olabilir. Perlit adı verilen bu yapı %0,8 C içerir.

Demir karbon ile alaşımlandırıldığında, dönüşüm, Fe-C denge diyagramında gösterildiği gibi, karbon miktarına bağlı olarak belli bir sıcaklık aralığında meydana gelir(Şekil 1.2) [Thelning, 1984].

Ayrıca alaşım elemanı içermeyen ve karbon miktarı yaklaşık olarak %0,6 ile 1,2 arasında olan çelikler, alaşımsız takım çeliği olarak tanımlanır. %0,6’dan az karbonlu çelikler yapı çelikleri ya da konstrüksiyon çelikleri olarak belirtilir. Yapı çeliklerinde, %0,4 ile 0,6 arasında değişen karbon miktarı ile özellikle yüksek dayanıklılık, yüksek süneklik ya da iyi şekillendirebilme istenir. Çok az karbon miktarlı çelikler, yumuşak demirler olarak da adlandırılır.

Alaşımlı çelikler, alaşım elemanlarının (karbon ve arıtilamayan elemanlar dışında kalan diğerleri) toplam miktarı %5’ den az olanlar düşük alaşımlı çelikler ve alaşım elemanlarının toplamı %5’ den fazla olanlar yüksek alaşımlı çelikler olmak üzere iki ana gruba ayrılırlar [Topbaş, 1998].

Ayrıca %2' den fazla karbon içeren demir alaşımları dökme demirler olarak adlandırılırlar. Belirli özellikleri kontrol etmek ve değiştirmek için diğer metalik ve metalik olmayan alaşım elementleri ilave edilir. Dökme demirler üstün aşınma ve üstün korozyon direnci oluşturmak için alaşımlandırılırlar. [ASM Vol. 4, 1991]



Şekil 1.2 Ağırlıkça % 6,67 C'un üzeri Fe-C denge diyagramı. Sürekli çizgiler Fe-Fe₃C denge diyagramını; kesik çizgiler demir-grafit denge diyagramını göstermektedir [ASM Vol. 4, 1991]

2. YÜZEY İŞLEMLERİ

Yüzey sertleştirme, metalik malzemelerin yumuşak ve tok iç kısımlarını etkilemeden aşınma dirençlerini artıran, çok geniş teknikler içeren bir işlemdir. Ayrıca çeliğin yüzeyinin serleştirilmesi avantaj sağlar. Çünkü düşük ve orta karbonlu çeliklerin yüzeyleri kalın kesitlerin sertleştirilmesinde distorsiyon ve çatlama riski olmadan sertleştirilebilirler [ASM Vol. 4, 1991].

Yüzeyde sertliğin artırılması için, başlıca iki ana yöntem olarak cidar tabakasında kimyasal bileşimi değiştirmeden yapılan işlemler ve cidar tabakasında kimyasal bileşimi değiştirerek yapılan işlemler olarak ayırım yapmak mümkündür. Yaygın olarak kullanılan bu ana iki yöntemin dışında, yüzeye çelik püskürterek, baskı parlatması yaparak, özel haddeme uygulayarak soğuk şekillendirme ile de yüzey sertliği artırılabilir. Yüzeyin kaynakla, püskürtmeyle ya da galvanik kaplama (kromlama) ile kaplanmasıyla da yüzeyde sert tabaka oluşturmak mümkündür.

Cidar tabakasında kimyasal bileşimi değiştirmeksizin yüzeyin sertleştirilmesi, hem tüm parçanın tam olarak ısıtılmasından sonra yalnızca cidarın ani soğutulmasıyla hem de yalnızca cidarın bölgesel olarak ısıtılmasıyla ve ani soğutulmasıyla yapılabilir. Genel makine yapımında, daha çok ikinci yöntem kullanılır. Böylece sertleştirme işlemi yalnızca cidar bölgesinde sınırlı kalır ve iç kısımda ısınma meydana gelmez. Bunun için, kısa zaman içerisinde oldukça yoğun bir ısıtmanın yüzeyde gerçekleştirilmesi zorunludur. Bu amaçla pratikte, gaz-oksijen üfleçleri (alevle yüzey sertleştirme) yüzey ısıtması veya indüktif orta ya da yüksek frekanslı girdap akımlarıyla (indüksiyonla yüzey sertleştirme) yüzey ısıtma ya da özel durumlarda yüksek sıcaklığa ısıtılmış tuz ya da metal banyolarına parçanın kısa süreli daldırılmasıyla (daldırma yüzey sertleştirme) yüzey ısıtması yapılabilir.

Kimyasal termik yöntemler adı verilen ve cidar tabakasında kimyasal bileşimi değiştirerek yüzeyin sertleşmesinde, normal şartlarda yeterli düzeyde sertlik elde edilemeyen çeliklerin yüzeyine karbon verilerek sertleştirme yapılabilir (sementasyon ve sertleştirme) veya yüzeye sertlik artırıcı element atomları, örneğin azot nüfuz ettirilebilir (nitasyon). Ayrıca karbon ve azot birlikte nüfuz ettirilerek

sertleştirme uygulamak suretiyle karbonitrasyon, karbon, azot, kükürt birlikte nüfuz ettirilerek sülfokarbonitrasyon gibi işlemler uygulanabilir.

2.1. Alevle Yüzey Sertleştirme

Alevle yüzey sertleştirme, gaz üfleçleri yardımıyla yüzeyin çabuk ısıtılması ve ani soğutma işlemidir. Arzu edilen ısı birikimine ulaşılabilmesi için, gaz üfleçlerinin yeterli güçte olması zorunludur.

Parçalar alevle sertleştirildikten sonra, 150–200 °C arasında menevişlenerek, gerilmeler giderilir ve artık ostenit yok edilir.

2.2. İndüksiyonla Yüzey Sertleştirme

Alevle sertleştirmede olduğu gibi indüksiyonla sertleştirmede de, parça yüzeyinde ince bir tabaka hızlı bir şekilde sertleştirme sıcaklığına ısıtılır ve ani soğutma ile yüzey sertleştirilir. Alevle yüzey sertleştirmeye göre fark, ısının elektrik enerjisinin dönüşümü ile parça yüzeyinde oluşturulmasıdır.

İndüksiyonla ısıtmadan sonra, ani soğutma genellikle su ile yapılır. Gerilmeleri ve bununla ilgili çatlamayı önlemek için 50–60 °C sıcaklıklarda su, tuz ya da yağ banyosu kullanılabilir. Sertleştirmeden sonra, gerilmeleri gidermek ve artık osteniti kübik martensite dönüştürmek için, 150–200 °C sıcaklıklarda menevişleme yapılır.

2.3. Daldırma Sertleştirmesi

Daldırma sertleştirmesinde, alevle ve indüksiyonla yüzey sertleştirmede olduğu gibi, sertleşebilir çeliklerinin yüzeyi çok kısa zamanda ostenitleme sıcaklığına ısıtılır. Bu amaçla, ısıtma ortamı olarak, yüksek sıcaklıkta olan sıvı ortamdaki, yani banyolardan yararlanılır. Bu işlemde de, yalnızca yüzeyin belirli bir derinliğe kadar ısınması ve çekirdeğe doğru ısı iletimiyle yayılmaması için, ısıtmanın çok hızlı gerçekleştirilmesi zorunludur.

2.4. Kimyasal-Termik Yüzey İşlemleri

Kimyasal-termik yüzey işlemleri teriminden, malzeme yüzeyinin kimyasal bileşimini tam değiştiren ısı işlemler anlaşılır. Belirli metalik ya da metalik olmayan elementlerle yüzeyin zenginleştirilmesi, difüzyon (yayınma) ile gerçekleştirilir. Bu olay daha çok yüzeyin sertliğini ve aşınma dayanımını arttırır, ancak bu esnada malzemenin sürekli dayanımı da olumlu olarak etkilenir [Topbaş, 1998].

2.4.1. Sementasyon (Karbürleme, Karbürizasyon) İşlemi

Karbürizasyon çeliğe uygulanan en yaygın yüzey sertleştirme tekniklerinden biri olup, başlıca kullanılma sebebi mekanik özellikleri daha üstün kombinasyonlar sunabilmesidir. Sertleştirme prensipleri, “sementasyon” prosesi ile işlenmiş demirin çeliğe dönüştürülmesi yüzyıllar önce kullanılmıştır. Genelde, karbürizasyon işlemi boyunca, içeriği % 0,1 – 0, 25 düşük karbonlu çelik yüksek sıcaklıklara ısıtılır, genelde karbonca zengin ortamda 900 – 1100 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirilir. Karbon atomlarının demire difüzyonu, YMK formundaki demirin (γ) 910 ° C’ nin üzerinde yeterli derinliğe sahip karbonca zengin tabakayı oluşturmaya yetecek sıcaklıkta beklemesiyle sağlanmaktadır. Sonuç olarak, karbürlenmiş tabaka demir yüzeyinde üretilir. Karbonca zengin tabaka daha sonra hem yeniden ısıtma ve suverme hem de karbürleme sıcaklığından direk su verilerek sertleştirilebilir. Yapılan işin kapsamına ve doğasına bağlı olarak katı, sıvı ve gaz karbürizasyon işlemleri kullanılabilir. Karbürizasyon ortamlarının etkisi çalışma parçasının yüzeyine karbon atomlarını serbest bırakmaktır yani, karbürizasyon sıcaklığında, çelik içerisinde ara yerlere nüfuz etmektir [Tarakçı et al, 2005].

Yüzey bölgesine C-emdirme, çeşitli ortamlarda (katı, sıvı ve gaz) ve şekillerde gerçekleştirilebilir [Demirci, 2004]. Karbon verici gaz olarak, karbonmonoksit (CO) ve gaz formunda hidrokarbon içeren gaz karışımları kullanılır. Sıvı sementasyon ortamı olarak, daha çok sodyumsiyanyür ve potasyum siyanür gibi karbon verici maddeleri içeren ergitilmiş tuzlardan yararlanılır. Aktifleştirici maddeler ilave edilmek suretiyle, karbon verme etkisi çok geniş sınırlar içerisinde değiştirilebilir. Tuz banyolarındaki sementasyon, özellikle küçük parçalar için uygundur ve

sementasyon derinliğinin çok sık değiştirilebilir olma üstünlüğü vardır. Buna karşın, banyo buharı ve tuzların zehirli olması, önemli bir sakıncadır. Katı karbon verici ortam (odun kömürü ve benzer karbon içerenler), daha çok el işçiliği gerektirir ve teknik olarak da daha zor uygulanır. Bundan dolayı, yalnızca büyük parça ya da küçük işletme gibi özel durumlarda kullanılır.

Sementasyon işleminden sonra, cidar bölgesindeki karbon miktarının yaklaşık % 0,7 ile 0,8 arasında olması gerekir. Ötektoid üstündeki karbon miktarlarında kırılğan Fe_3C ağ yapısı teşekkül eder, daha düşük karbon miktarlarında da maksimum sertliğe ulaşamaz. Cidar ve çekirdek arasındaki karbon miktarı geçişi, mümkün olduğunca yumuşak yapılarak sertleştirmeden sonra cidar ve çekirdek arasındaki iç gerilmeler mümkün olduğunca azaltılmaya çalışılır. Diğer taraftan, eğer sertleştirmeden sonra meydana gelen ölçü ve form değişimlerinin taşlanarak tashihi yapılacaksa, yüzeyde sertlik düşmemesi için cidardaki karbon miktarının belirli bir derinliğe kadar sabit olması da gereklidir. Karbon alan cidar kalınlığı için genellikle kılavuz değer olarak, 930 °C sıcaklıkta 4 saat sementasyon için 1 mm kabul edilebilir. Sementasyon derinliği teriminden, çekirdekteki karbon miktarına ulaşılan kadar karbon alan cidar tabakasının kalınlığı anlaşılır [Topbaş, 1998].

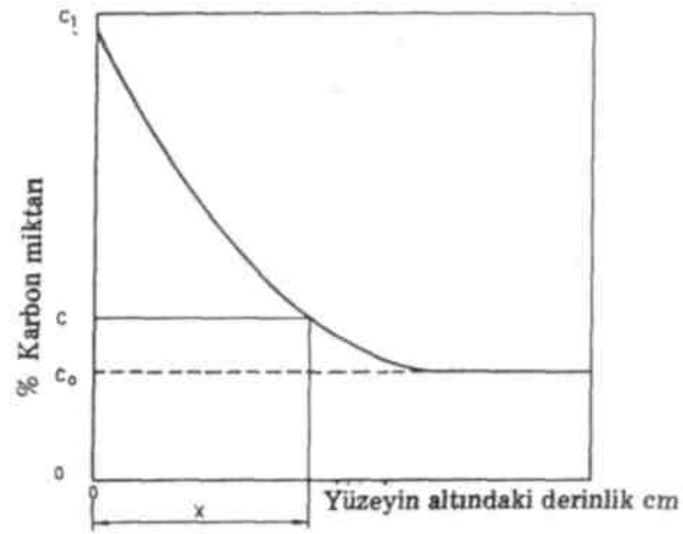
2.4.2. Karbürizasyon Kinetiği

Difüzyon, malzeme içerisindeki atomların hareket etmesi olayıdır. Bu olay gazlar, sıvılar ve sonuç olarak çelikler ve diğer metalik sistemlerde meydana gelir. Difüzyonun ısıt işlemlerde büyük bir önemi vardır. Bu nedenle, difüzyon mekanizmasının ve difüzyon kanunlarının iyi anlaşılması, karbürizasyon (karbürleme), dekarbürizasyon, nitrasyon ve tavlama gibi ısıt işlemlerin kavranmasını kolaylaştırır.

Demir atomlarına oranla çok küçük boyutta olan C ve N atomları demir atomlarının aralarına yerleşerek arayer katı eriyik oluştururlar. Bu küçük atomlar boşlukların yardımı olmaksızın difüze olurlar ve difüzyon hızları yer alan atomlardan daha yüksektir.

Belirli bir karbürizasyon süresi sonunda belli bir mesafedeki karbon konsantrasyonu aşağıdaki bağıntı ile hesaplanabilir. Bu bağıntıda mevcut bazı miktarları gösteren karbürizasyon diyagramı Şekil 2.1.' de gösterilmektedir.

$$C - C_0 = (C_1 - C_0) \left[1 - \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{(Dt)}} \right) \right] \quad (1.1)$$



Şekil 2.1. 1.1 eşitliğinde mevcut bazı miktarları gösteren karbürizasyon diyagramı

Burada,

C = Yüzeyin altında x derinliğindeki gerekli karbon konsantrasyonu (Şekil 2.1.)

C_0 = Çeliğin esas karbon miktarı

C_1 = Çelik yüzeyinin karbon miktarı

x = Yüzeyin altındaki derinlik (difüzyon mesafesi) (cm)

D = Difüzyon katsayısı (cm^2 / San)

t = Zaman (Saniye)

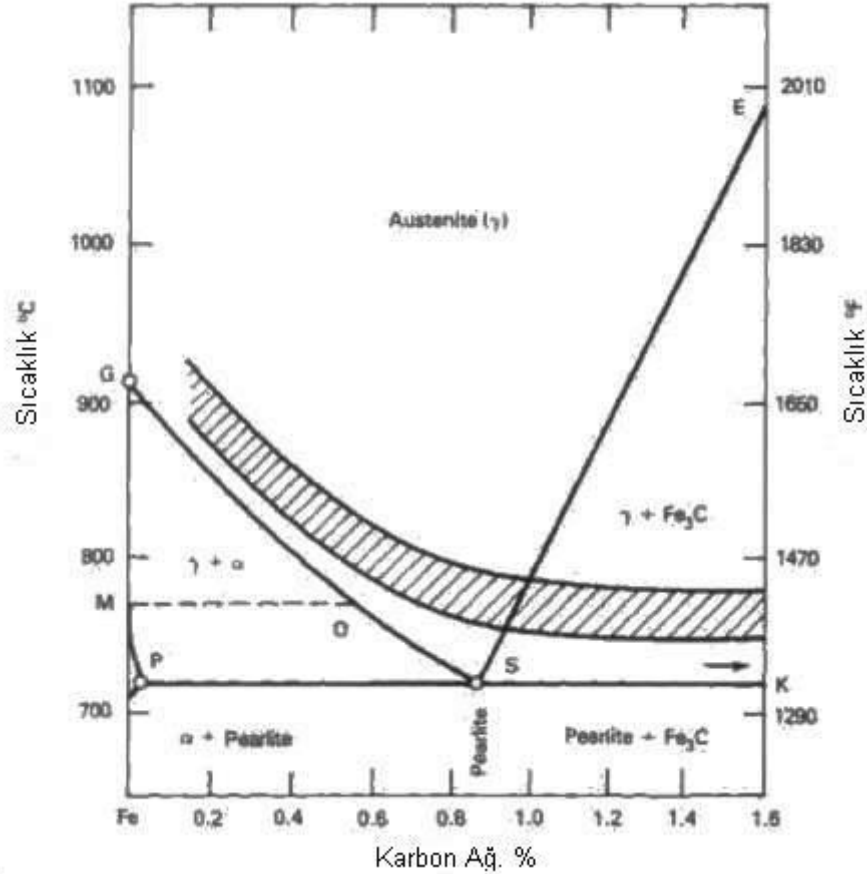
erf = Hata fonksiyonu (bkz. Tablo 2.1.)

Tablo 2.1. (erf)=Hata fonksiyonu [Thelning, 1984]

Y	erf(y)	y
0	0,000	0,8
0,1	0,112	0,9
0,2	0,223	1,0
0,3	0,329	1,2
0,4	0,428	1,4
0,5	0,521	1,6
0,6	0,604	2,0
0,7	0,678	2,4

2.4.3. Sementasyondan Sonra Sertleştirme (Su Verme) İşlemi

Su vererek sertleştirmede iş parçası östenitleme sıcaklığına kadar ısıtılarak (Şekil 2.2.) perlit ve ferrit oluşumuna izin vermeden hızla soğutulur. Suya çekilmiş çeliğe kazandırılacak en yüksek sertlik yalnızca karbon konsantrasyonu ile kontrol edilir ve alaşımın kritik soğuma hızına eşit veya daha büyük hızlarda elde edilir [G.E.Totten, et al, 1993].



Şekil 2.2. Basitleştirilmiş demir-karbon denge diyagramı. Taranmış bölge karbon çelikleri için sertleştirme sıcaklık aralığını göstermektedir [G.E.Totten, et al, 1993].

Şimdiye kadar yapılan açıklamalarda, sement edilen parçaların sementasyon sıcaklığından direkt sertleştirilebildikleri belirtilmişti. Çeliğin taneleri kaba olduğu ve cidar bölgesi tane sınırı sementiti içerebileceğinden dolayı, bu uygulama yalnızca fazla zorlanmayan parçalarda ve küçük sementasyon derinlikleri için kullanılabilir [Topbaş, 1998].

2.4.4. Sementasyon Sıcaklığından Direkt Sertleştirme

Sertleştirme işlemi, sementasyon sıcaklığından suda ya da alaşımlı çeliklerde yağda ani soğutma ile yapılır. Tuz çözeltileri ve emülsiyonlar da ani soğutma ortamı olarak kullanılabilir. Bazı hallerde de çelik, yaklaşık 200–250 °C 'deki sıcak banyoda soğutulur. Sertleştirmenin direkt yapılması, pek az zorlanan çeliklerde kullanılabilir. Ayrıca, küçük sementasyon derinliklerinde de uygulanabilir. Direkt sertleştirme için

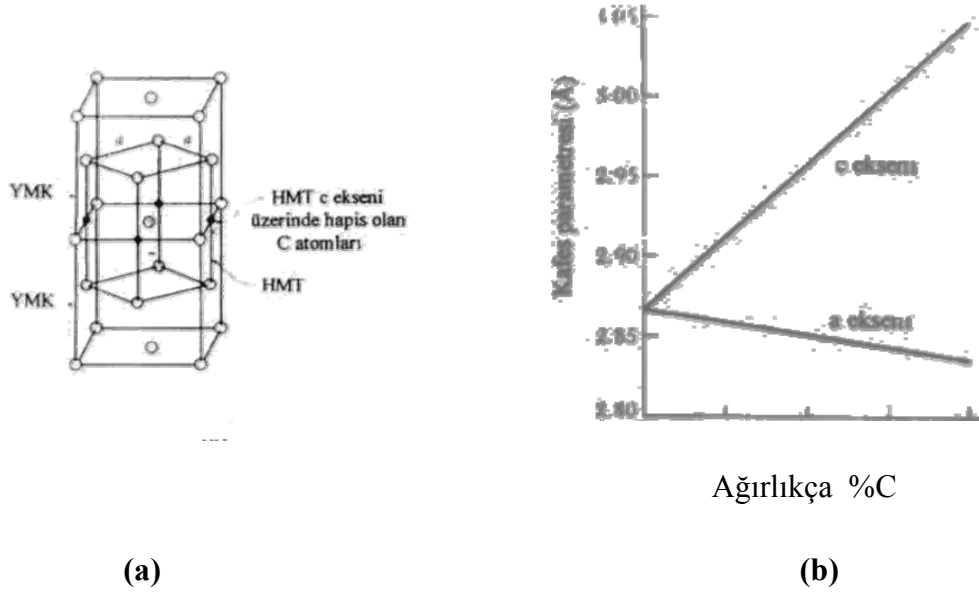
parçalara, siyanür banyolarında ya da gaz sementasyonda karbon verilmiş olması gerekir. Eğer, ince taneli çelikler kullanılmazsa, sertleştirilmiş yapıda kaba taneli martensit ve büyük miktarda artık ostenit görülür [Topbaş, 1998].

2.4.5. Martensitik Reaksiyon

Martensit, difüzyonsuz katı hal dönüşümünün bir sonucu olarak oluşan bir fazdır. Örneğin; kobalt atomları yerlerinin hafif değişimi ile sıkı dolgu düzlemlerinin ardışık diziliminin değişmesi sonucu, YMK yapı HMT (Hacim merkezli tetraganol) kristal yapıya dönüşür. Reaksiyon difüzyona bağımlı olmadığı için martensit reaksiyonu atermaldir. Reaksiyon zamana değil sadece sıcaklığa bağımlıdır. Martensit reaksiyon sesin malzeme içerisindeki hızına yakın bir hızda gerçekleşir [Askeland, 1998].

2.4.6. Çelikte Martensit

% 0.2 C' dan az karbonlu çeliklerde YMK östenit aşırı doymuş HMT martensit yapıya dönüşür. Yüksek karbonlu çeliklerde YMK östenit, HMT martensite dönüştüğünde, martensitik reaksiyon oluşur. YMK östenit ve HMT martensit arasındaki ilişki Şekil 2.3(a)'da gösterilmiştir. YMK içinde 0, 0, 1/2 tip iç arayer boşluklarındaki karbon atomları HMK yapıya dönüşürken sıkışabilir ve tetragonal yapının oluşmasına neden olur. Çelikteki karbon içeriği arttırıldığında, bu iç boşluklarda daha fazla sayıda karbon atomu sıkışır ve martensitin a ve c eksenleri arasındaki farkını arttırır(Şekil 2.3(b)).



Şekil 2.3. (a) YMK östenit ve HMT martensit arasındaki ilişki ve (b) Martensitte ağırlıkça karbon yüzdesi.

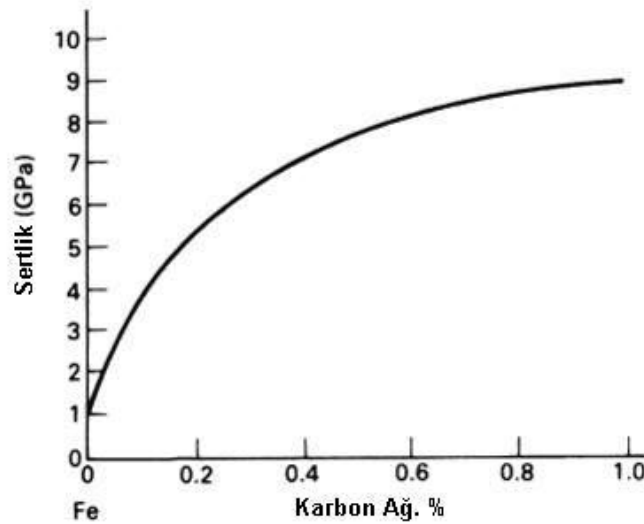
Çelikte, perlit, beynit veya ilk mikro oluşumların meydana gelmesini önlemek için dengeli (kararlı) östenit bölgesinden çok hızlı soğutma yapılmalıdır. Otektoid çeliklerde martensitik reaksiyon östenit $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'nin altına soğutulduğunda, martensit başlama sıcaklığında (M_s) başlar. Sıcaklık düştükçe martensit miktarı artar. Sıcaklık, martensit bitiş sıcaklığının (M_f) aşağısına düştüğünde çelik % 100 martenzit içermelidir. Çeliğin %100 martenzite dönüştüğü sıcaklık M_f ' dir. Aradaki herhangi bir sıcaklıkta, zaman arttırıldığında martensit miktarı değişmez.

Martensitin kompozisyonu, dönüştüğü fazın kompozisyonu ile aynı olmak zorundadır. Dönüşüm sırasında kompozisyonu değiştirecek uzun zamanlı difüzyon yoktur. Bu nedenle demir karbon alaşımlarında (ilk) östenit ve (son) martensit kompozisyonları aynıdır [Askeland, 1998].

2.4.7. Martensitin Özellikleri

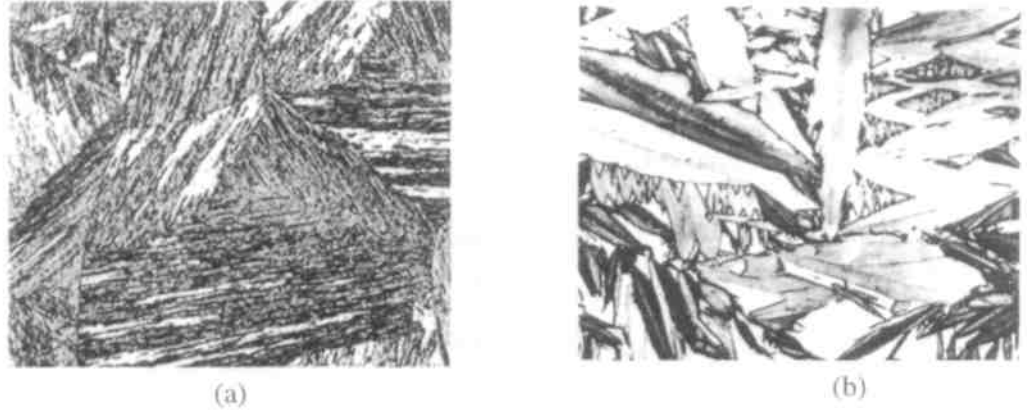
Çelikte martensit sert ve kırılgandır. HMT kristal yapıda dislokasyonların kolayca hareket edebileceği sıkı paket kayma düzlemleri yoktur. Demir normalde oda sıcaklığında % 0.003 C içerdiği ve martensit ise çeliğin içerisindeki karbon miktarı kadar karbon içerdiği için, martensit karbonla aşırı doymuştur. Martensit çok ince tane boyutu ve hatta tane içinde çok ince alt yapıya sahiptir. Sonuç olarak, martensit, çok az veya hiç süneklığe sahip değildir ve çok sert olduğu için özel takımlarla işlenebilir. Bu davranıştan dolayı normalde martensitik çeliğin kendisi kullanılmaz.

Martenzitte karbon miktarı ve kafes distorsiyonu arttıkça sertlik artar. Karbonun martenzit sertliğine etkisi Şekil 2.4.' de gösterilmektedir.



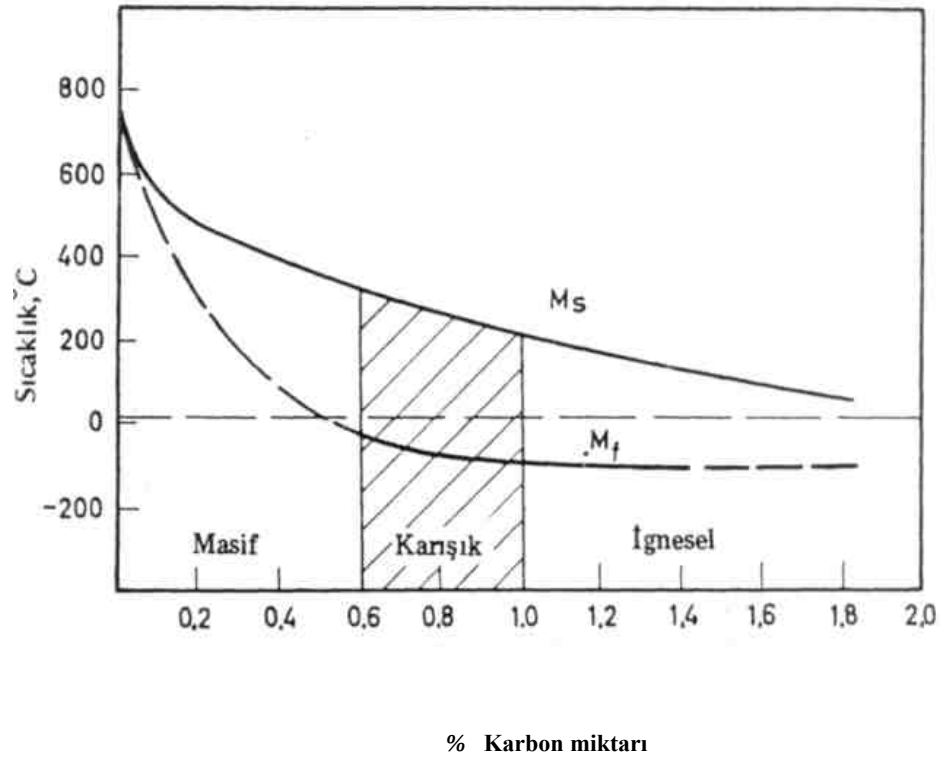
Şekil 2.4. Karbonun martenzit sertliğine etkisi [Ashby and Jones, 1998].

Martensitteki karbon miktarı düşük olduğunda martensit yanyana dar düzlemlerin demetinden oluşan iğne (lath) şeklinde büyür(Şekil 2.5.(a)). Bu martensit çok sert değildir. Martensit yüksek karbon içerdiğinde, levha (plate) martensit oluşur. Bu yapıda dar düzlemler demet şeklinden daha çok bireysel olarak büyür(Şekil 2.6. (a)). Yüksek karbonlu levha martensit yapıda sertlik daha fazladır. Bu durum kristal yapının büyük c/a oranından veya büyük miktarda çarpılmasından (distorsiyondan) kaynaklanmaktadır [Askeland, 1998].



Şekil 2.5 (a) Az karbonlu çelikte iğne (lath) martenzit. (b) Yüksek karbonlu çelikte levha (plate) martenzit [Askeland, 1998].

Bir alaşımsız çelik için martenzit başlama ve bitiş sıcaklığı (M_s ve M_f), Şekil 2.6.'dan görüldüğü gibi karbon içeriğine bağlıdır [Thelning, 1984].



Şekil 2.6. Alaşımsız bir çelikte ostenit içerisinde çözülmüş karbon miktarının M_s ve M_f sıcaklığına etkisi [Thelning, 1984].

2.4.8. Kalıntı Ostenit

Bir otektoid çelikte ostenitin büyük bir kısmı oda sıcaklığına yapılan soğutma sırasında martensite dönüşür. Eğer sıcaklık oda sıcaklığının altına düşürülürse ostenitten martensite dönüşüm devam eder. Martensit miktarını bu tür bir artırma yöntemine, sıfır altı soğutma işlemi (Subzero-treatment) adı verilir [Thelning, 1984].

2.4.9. Metaller Arası Bileşikler

Katı demir içinde karbonun eriyebilirlik sınırı aşıldığında bir stokiyometrik metaller arası bileşik olan Fe_3C veya sementit oluşur. % 6,67 C içeren Fe_3C aşırı derecede sert ve kırılgandır ve ticari çeliklerin hepsinde bulunur [Askeland, 1998].

3. ELEKTROLİTİK PLAZMA METODU İLE YÜZEY SERTLEŞTİRME

3.1. Giriş

Elektrolitik plazma tekniği ile metallerin yüzey modifikasyonu, geleneksel elektroliz ve atmosferik plazma prosesinin birlikte uygulandığı bir yöntemdir. Plazma destekli yayınım işlemlerinde amaç, metalin aşınma ve korozyon direnci ile yorulma ve oksidasyon dayanımını arttırmaktır. Geleneksel yüzey işlemlerinden farklı olarak elektrolitik plazma tekniği iki olayı kapsamaktadır. İlk önce, iş parçası ve karşı elektrot arasında farklı elektrik potansiyellerinin uygulanması ile sıvı ortamın elektrolizi gerçekleşir. Sonra, iş parçası yüzeyinin çevresinde elektriksel boşalmalar oluşur.

Boşalma olayının elektroliz ile ilişkilendirilmiş olması ile beraber bir asırdan daha da evvel Sluginov tarafından keşfedilmiş ve 1930’larda ayrıntılı bir şekilde Günterschlutze ve Betz tarafından incelenmiştir. McNiell ve Gruss Nb içeren bir elektrolit içerisinde kadmiyum anot üzerine kadmiyum niobat biriktirme için kıvılcım boşalmasını kullanmışlardır. 1970’lerde Markov ve arkadaşları tarafından ark boşalma şartları altında alüminyum anot üzerine oksit biriktirme geliştirilmiş ve araştırılmıştır. Daha sonra bu teknik geliştirildi ve ‘mikro-ark oksidasyon’ olarak adlandırılmıştır. 1980’lerde Rusya’da çeşitli metaller üzerine oksit biriktirme, yüzey boşalmalarından faydalanılma ihtimalleri daha ayrıntılı olarak Snezhko ve arkadaşları, Markov ve arkadaşları, Fyedorov ve diğerleri, Gordienko ve arkadaşları tarafından daha ayrıntılı bir şekilde araştırıldı ve ilk sanayi uygulamalarının ortaya konulduğu Almanya’da Kurze ve arkadaşları tarafından incelenmiştir. Araştırmacılar hem Rusya’da hem de ABD’de bu alanla ilgilenmeye başladılar.

Bu gelişmelere paralel olarak, sıvı elektrolitlerde yüzey boşalmalarının ısıtma etkileri Lazarenko ve arkadaşları tarafından gözlemlenmiş ve metal ısıtma işlemleri amacıyla kullanılmıştır. Bundan başka, Duradzhy ve arkadaşları tarafından elektrot yüzeyine elektrolitik elemental yayınım olayı fark edilmiş ve plazma elektrolitik

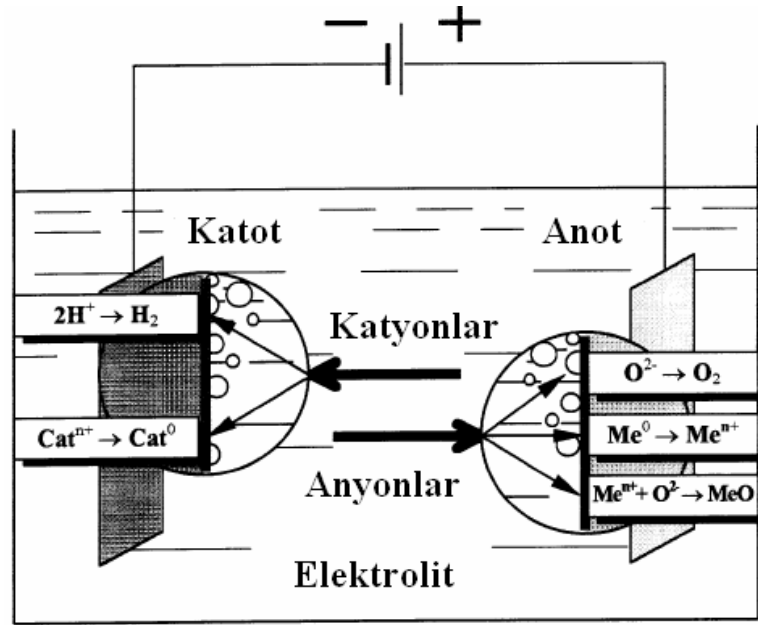
ısıtma esnasında ısı yayılım etkilerini araştırmışlardır. 1980’li yıllarda bu çalışmalar hacimli malzemelerin çeşitli elementlerle yüzeylerinin doyurulması ile ilgili bir takım yol gösteren işlemleri geliştirmek amacıyla kullanılmıştır; böylece ‘plazma elektrolitik doyurma (PES) olarak adlandırılan tekniğin endüstriyel uygulamaları için yeni olasılıklar ortaya çıkmıştır[Yerokhin, et al, 1999].

Plazma elektrolitik yüzey sertleştirme işlemi literatürde orta ve yüksek karbonlu çeliklerin (AISI 1050) yüzeyinin sertleştirilmesinde kullanılmıştır[Luk, 1999]. Yüzey sertleştirme için elektrolitik plazma işlemi, yumuşak çelik (0,4 % C + 1 % Cr) ve düşük karbonlu çelik (SAE 1020) üzerine karbon/azot yayılımı ile nitrür/karbür oluşumunda ve alüminyum alaşımlarının oksidasyonunda yaygın olarak araştırılmıştır [Yerokhin, et al, 1999]. Saf demir yüzeyinin plazma elektrolitik karbürizasyonu araştırılmıştır [Tarakçı, et al, 2005]. Q235 tipi çeliğin plazma elektrolitik karbonitrüleme işlemi çalışılmıştır [Shen, et al, 2007]. Paslanmaz çeliklerde plazma elektrolitik karbonitrüleme işlemi çalışılmıştır [Nie, et al, 2001]. Titanyumun plazma elektrolitik karbonitrüleme işlemi çalışılmıştır [Li, et al, 2006]. Ayrıca, paslanmaz çeliklerde plazma elektrolitik karbonitrüleme ve iyon destekli biriktirme işlemi çalışılmıştır [Yerokhin, et al, 2001, Tsotsos, et al, 2002]. Bunların yanı sıra yüksek hız çeliğine plazma elektrolitik borosulfokarbonitrüleme işlemi de çalışılmıştır [Ivanov, et al, 2002]. Plazma elektrolitik oksidasyon işlemi ise çeşitli alüminyum alaşımlarına [Barik, et al, 2005, Parfenov, et al, 2007, Lonyuk, et al, 2006], alüminyum boruya [Gu, et al, 2006], alüminyum kaplanmış çeliğe [Wu, et al, 2007], saf titanyuma [Huang, et al, 2006], titanyum alaşımlarına [Wu, et al, 2002] ve magnezyum alaşımlarına [Liang, et al, 2007, Ma, et al, 2005] uygulanmıştır.

3.2. Plazma Elektrolizin Fiziksel Ve Kimyasal Temelleri

3.2.1. Elektroliz

Sulu çözeltilerin elektrolizinin bir kaç elektrot işlemiyle birlikte yürüdüğü iyi bilinmektedir(Şekil 3.1).



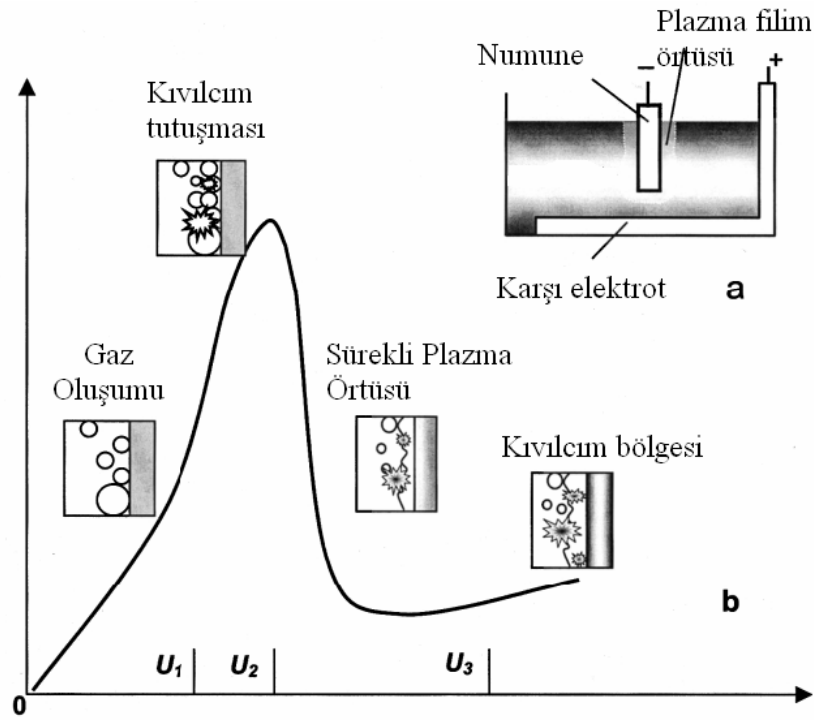
Şekil 3. 1. Sulu çözelti elektrolizinde elektrot süreçleri

Anot yüzeyinde oksijen gazı çıkışı ve/veya metalin oksitlenmesi gerçekleşir. Elektrolit ve metalin kimyasal aktivitesine bağlı olarak, oksidasyon işlemi ya yüzey çözünmesi ya da yüzeyde oksit film oluşumu yönünde ilerler. Aynı zamanda, katot yüzeyinde hidrojen gazı çıkışı ve/veya katyon indirgenmesi meydana gelebilir. Elektrolitik plazma yöntemi geleneksel elektroliz işlemine (elektrokaplama, elektrokimyasal işleme, anodize etme, vs.) benzer biçimdedir. Ancak, elektrolitik plazma yönteminde uygulanan elektrot potansiyeli çok daha fazladır. Geleneksel elektroliz işleminde karşılaşılan iki fazlı elektrot / elektrolit sistemi katodik işlemde (elektrolitik plazma) üç fazlı elektrot / gaz (plazma) / elektrolit sistemine

dönüşmektedir. Plazma içerisindeki elektriksel boşalma alanında, kimyasal plazma etkileşimleri gerçekleşmektedir [E.I. Meletis, et al, 2001].

3.2.2. Akım-Gerilim Karakteristiği

Elektrolitik plazma işleminin elektrokimyasal sistemin karakteristik akım-voltaj ilişkisini etkiler. Şekil 3.2'deki akım-voltaj eğrisi gaz çıkışının anot veya katotta olduğu metal-elektrolit sistemini vermektedir. Düşük gerilimlerde sistemin elektrot reaksiyonları faraday kuralına uyar ve akım-gerilim ilişkisi ohm kuralına bağlı olarak değişir. Bu nedenle, voltajın artması akımın orantılı yükselmesine öncülük eder ($0-U_1$). Ancak, belirli bir kritik voltajdan (U_1) sonra sistemin davranışı önemli ölçüde değişmektedir.



Şekil 3.2. Plazma elektroliz işlemi için iki çeşit akım-voltaj diyagramı

U_1-U_2 bölgesinde, potansiyelin artması kararsız ısıldamanın eşlik ettiği akım salınımına neden olur. Akımın yükselmesi elektrot yüzeyinde oluşan reaksiyon ürünü gazların (O_2 veya H_2) kısmi kalkan gibi davranması ile kısıtlanır. Elektrotun sıvı ile temas ettiği bölgelerde, akım yoğunluğu artışını sürdürür ve elektrolitin bölgesel kaynamasına sebep olur. U_2 voltaj değerinin üzerinde elektrot, elektriksel iletkenliği

düşük bir sürekli gaz plazma buharı ile sarılır. Elektrotu saran gaz plazma buharı ile hücredeki voltaj düşer. Bu bölgedeki elektrik alan mukavemeti 10^6 ile 10^8 V/m arasında bir değere yaklaşır ki bu da oluşan buhar filmin iyonlaşmasını başlatması için yeterlidir. İyonlaşma olayı başlangıçta yayılan gaz kabarcıklarındaki hızlı bir kıvılcım saçma ile görülür ve daha sonra buhar plazma tabakası boyunca homojen dağılımlı parlıtya dönüşür. Voltaj U_3 değerine yükseldiğinde, katot (iş parçası) akımda keskin bir düşüşün olduğu sürekli plazma buhar (gaz) ile sarılır. Burası plazmanın kararlı olduğu ve iş parçası yüzeyinde plazma elektrolitik işleminin gerçekleştiği bölgedir.

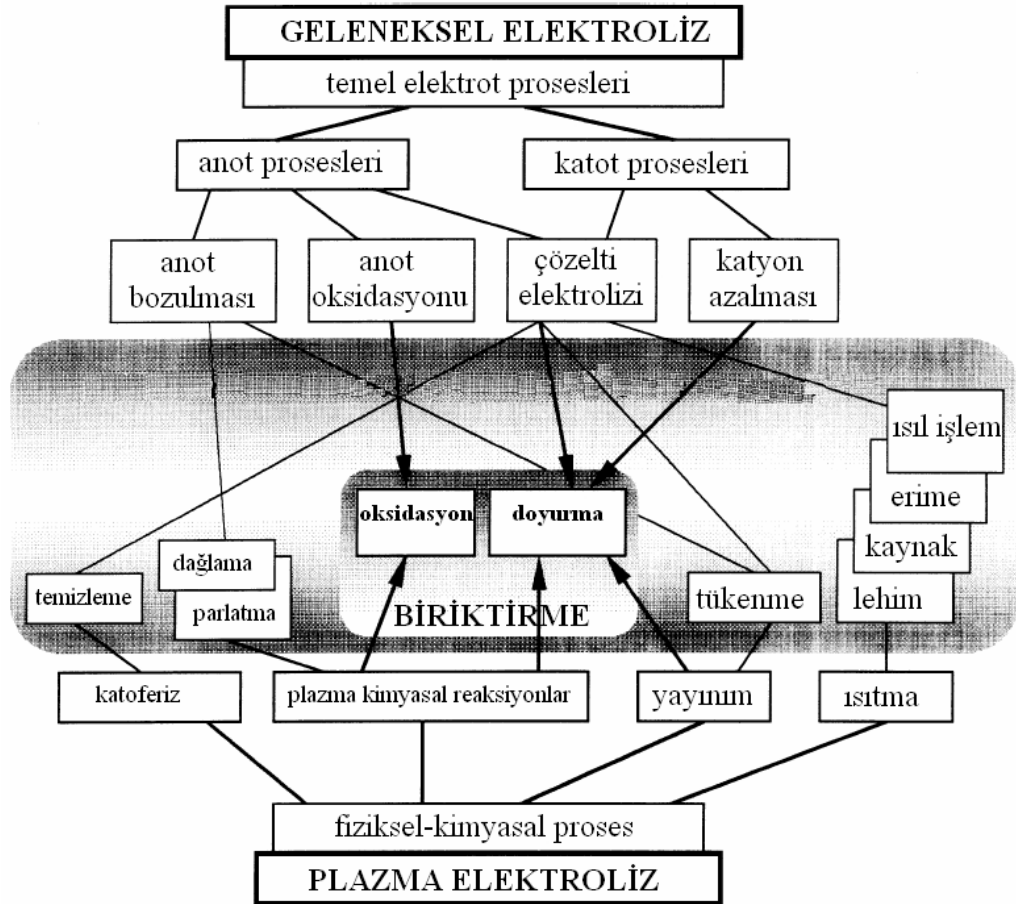
Pratikte, elektrot yüzeyine yakın alanlarda, yukarıda anlatılan elektrot prosesleri aynı zamanda gerçekleşebilmektedir. Kritik voltaj değeri U_1 'in üzerine çıkan elektrokimyasal sistemlerde, geleneksel basit iki faz elektrot-elektrolit modelinin daha kompleks bir üç faz sistemi (metal--gas-elektrolit) ile yer değiştirdiği göz önünde tutulmalıdır. Asıl voltaj düşüşü düşük iletkenli fazın (gaz) oluşması ile yoğunlaşır [Yerokhin, et al, 1999].

3.3. Plazma-Geliştirilmiş Fiziko-Kimyasal İşlemler

Plazma yöntemi, temel elektrot proseslerini, fiziksel ve kimyasal yan proses ürünlerinin çoğalması ve elektrot yüzeyinde yeni proseslerin gerçekleşmesi sebebiyle önemli ölçüde değiştirmiştir(Şekil 3.3). Böylece, elektroliz esnasında, ısı ve yayılım prosesleri, yeni kimyasal plazma reaksiyonları ve makro-parçacık taşınımı (yani kataforetik etki) mümkün olabilmektedir. Bu proseslerden ısı işlem ve ergitme, kaynak, temizleme, dağlama ve parlatma, yayılım boşalması ve biriktirme (PED) işlemlerini içeren plazma elektrolizin çeşitli uygulamalarında faydalanılmaktadır [Yerokhin, et al, 1999].

Bu plazma elektrolitik tekniklerden PED (plazma elektrolitik biriktirme) grubu (PEO yöntemlerini içeren ve plazma elektrolitik karbürleme (PEC), plazma elektrolitik nitrürleme (PEN), plazma elektrolitik borlamayı (PEB) içeren PES (plazma elektrolitik doyurma) yöntemleri, v.b.) aşınma, korozyon ve ısı bariyer performansı yüksek yüzey tabakalarını fiyat-performans açısından oluşturmada umut

vermektedir. Şekil 3,3’de elektrot yüzeyinde kimyasal plazma reaksiyonları ve yayılım prosesleri ile temel elektrot proseslerinin modifikasyonu sonucunda tabakalar oluşturulmaktadır. Bu başlangıç olarak, plazma elektrolitik oksidasyonda (PEO) olduğu gibi anot oksidasyonu ve plazma elektrolitik doyurmada (PES) olduğu gibi çözelti elektrolizi ve katyon indirgenmesidir [Yerokhin, et al, 1999].



Şekil 3.3. Elektrolitik plazma prosesinde, geleneksel elektrolizde oluşan temel elektrot prosesleri ve plazma elektrolizde oluşan fiziksel-kimyasal prosesler arasındaki ilişki [Yerokhin, et al, 1999]

3.3.1. Plazma Elektrolizde Isı Verme

Plazma elektrolizde, elektrot yüzeyindeki ısı dengesi; elektrota yakın bölgelerde açığa çıkan Q oluşan ısı, metal altlık ve elektrolitin ısı soğurması ile tarif edilmektedir. Meydana gelen iki bileşen; oluşan kimyasal reaksiyonlar ve yüzeyde meydana gelen I akım akışının ohmik ısıtma etkisi ile net ısı akısı Q yükselmektedir;

$$Q = \Sigma \Delta H_i + \Delta UI$$

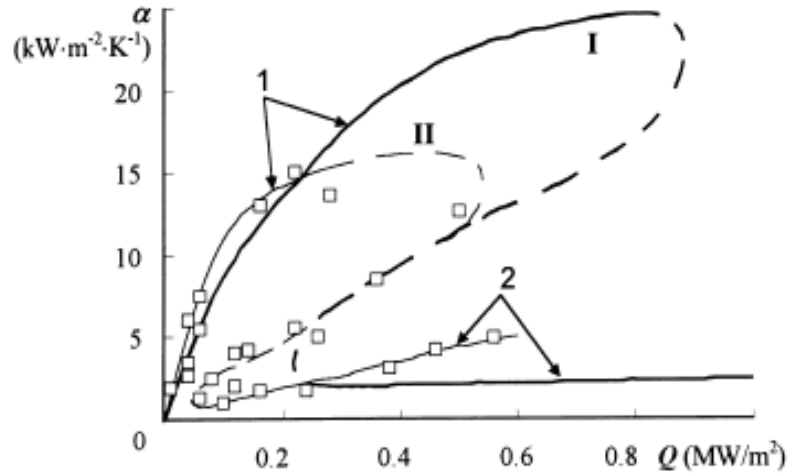
$\Sigma \Delta H_i$, elektrot yüzeyinde ve civarında meydana gelen entalpilerin toplamını ifade etmekte ve ΔU elektrota bitişik alan içerisindeki voltaj düşüşünü tarif etmektedir. Bu bileşenler arasında, elektrot yakınındaki alanlarda ohmik ısı etkindir, çünkü ΔU voltaj düşüşü; iletkenliği düşük buhar örtü ve/veya büyüyen oksit film gibi (özellikle PEO' da olduğu gibi) fazlarda yoğunlaşmaktadır. Elektrot yüzeyinde ohmik ısıtma ile üretilen enerji çok belirgin olabilir ve tipik $0,1-1 \text{ MW/m}^2$ olarak hesaplanmaktadır. Ekzotermik elektrokimyasal işlemlerden üretilen ısı, elektrot yüzeyinde plazma termokimyasal iyon momentum-transfer reaksiyonları ile birleştirilmiştir, genelde ohmik ısıtmadan üretilen ısıнын üçte birinden daha azdır. Bu ısıtma kaynakları elektrot-altlık ve elektrolitin her ikisinin ısı soğurması ile dengelenmektedir:

$$Q + \alpha(T_s - T_e) = -\lambda_s \frac{\partial T}{\partial x}$$

Burada, T_s altlığın T_e elektrolitin sıcaklığı; λ_s altlığın ısı iletim katsayısı ve α elektrot-elektrolit ara yüzey ısı transfer katsayısıdır. Isı transfer katsayısı elektrot-elektrolit arayüzeyinde ısı değişim şartlarına bağlı olarak çok geniş bir aralıkta değişmektedir. Suyun kaynama işlemine benzer olarak, farklı şartlarda kabarcık oluşumu ile ilgili olarak ve sırasıyla sürekli veya süreksiz gaz örtü üretmek için plazma elektrolizde filim kaynama ayırt edilebilmektedir. Şekil 3.4'de gösterilen ısı değişim diyagramı; oluşan ısı akısı, elektrot yüzeyinde ısı değişim şartlarını anlatan birinci unsurdur. Fakat, elektrot ile oksidasyon/indirgenme yoğun gaz çıkışına sebep olmakta, kıvılcım ve ark boşalmalarının hidrodinamik hareketinin yanı sıra,

diyagramda belirli özellikler sunmaktadır. Gerçi gaz çıkışı düşük ısı akışlarında sürekli buhar kılıf dengeleme bölgesinin uzamasına sebep olabilir, aksine ileri gelen boşalma şartları kararlı hal gaz kabarcığının kaynamasını geliştirebilir.

İki faktör elektrotla bitişik bölgelerde yerleştirilmiş boşalma üretimini kolaylaştırır, bunlar (i) elektrot çevresindeki elektrik alanının üniform olmayan dağılımı ve (ii) yüzeyinde yalıtkan filimin varlığıdır. Bu yüzden PEO ve PES işlemlerinin her ikisinde de iş parçasının keskin köşelerinde daha yoğun ark gözlemlenir. Ayrıca, PEO işleminde pasif (oksit) film oluşumu tüm yüzeylerde ark meydana gelmesini sağlar. Bu yüzden kabarcık kaynama şartları özellikle PEO işlemleri için ortaktır.

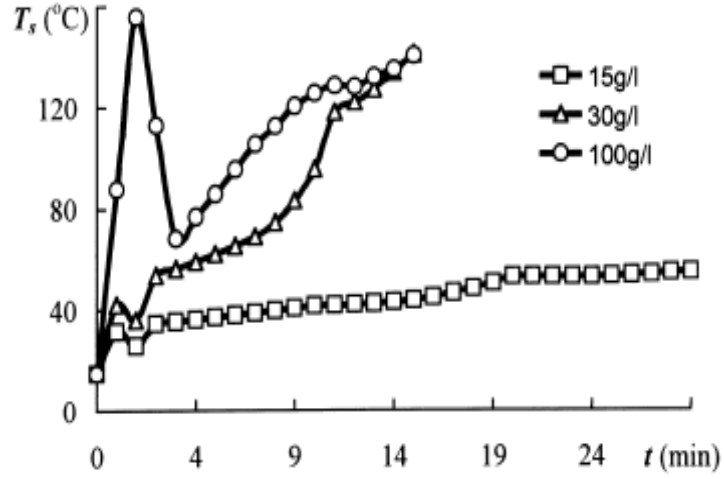


Şekil 3.4. (I) suyun kaynaması ve (II) plazma elektroliz işlemleri için ısı değişim diyagramı. 1. ve 2. eğri sırasıyla kabarcık kaynaması ve buhar film dengeleme şartlarına uymaktadır. Kareler PEO deneysel verilerinden çıkarılmıştır.

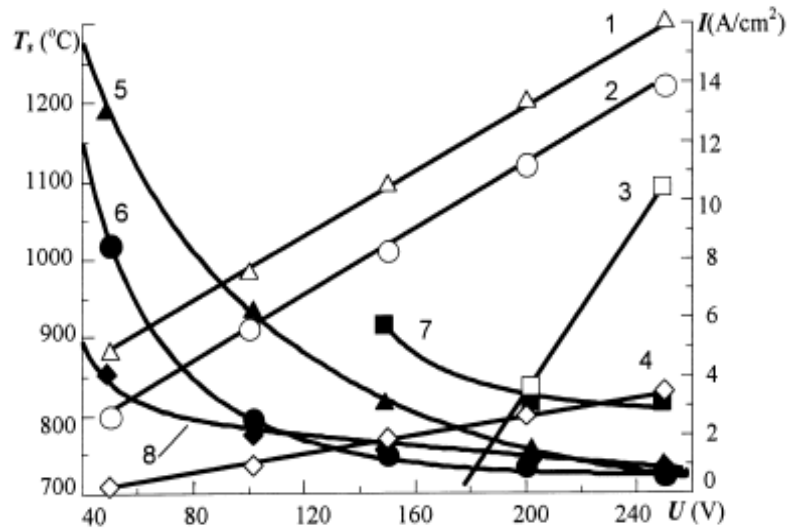
Bu şartlar altında genellikle ısı transfer katsayısı uygulanan ısı akısının artışına oranla yükselir ve bu yüzden T_s 100–180°C den sonra artık ya yükselmez ya da sadece yavaşça yükselir(Şekil 3.5).

Aksine, elektrot yüzeyinde eğer yalıtkan film oluşturulamazsa, sonra sürekli buhar kılıf şartları çabucak fark edilir ve α uygulanan ısı akısı ile hafifçe yükselir. Bu

şartlar altında elektrot yüzeyinin yüksek hızda ısıtılması mümkündür. Düşük α değerlerinde, geniş çalışma potansiyellerinin biraz üzerinde sadece 1-3 dakika içerisinde yüzey sıcaklığı 900 den 1200 °C ye yükselebilir(Şekil 3.6).



Şekil 3. 5. Silikat içeren sulu çözeltide Al altlığın sıcaklığına karşın PEO işlem süresi. 15 g/l, 30 g/l ve 100 g/l elektrolit konsantrasyonlarında net ısı akısı Q sırasıyla 0.1–0.05 MW/m², 0.2–0.1 MW/m² ve 0.5–0.3 MW/m² aralıklarında değişim göstermektedir [Yerokhin, 1996, p.30].



Şekil 3.6. PES prosesinin karakteristik potansiyel–sıcaklık (1–4, dolu) ve potansiyel–akım (5–8, içi boş) özellikleri: 1,5–borlama, 2,6–karbürleme, 3,7 – karbonitrürleme, 4,8 – nitrürleme.

Burada Ts uygulanan voltajın lineer bir fonksiyonu haline gelir, eşitlik (5); elektrot yüzeyindeki tüm ısı akısından kimyasal ısıtma bileşimlerinin ihmal edilebilir bir katkı sağladığını göstermektedir. Buna rağmen, yüzeye-yakın kompozisyonların modifikasyonu oluşabilmektedir, ilk olarak yüksek (yerel) yüzey sıcaklığı ile içeriye doğru çok hızlı difüzyon işlemleri başlar ve birkaç yüz volt uygulanan elektrik alan altında yüksek akım yoğunluğu/düşük enerji iyon aşılama (buhar kılıf içerisindeki iyonize gazdan) ile geliştirilir [Yerokhin, et al, 1999].

3.3.2. Yayınma Prosesleri

Plazma elektrolitik biriktirme tekniklerinde, ısıtılan metal elektrot yüzeyi ile elektrotu saran buhar tabakasının kimyasal kompozisyonlarındaki farklılık yayınım proseslerinin gerçekleşmesini sağlamaktadır. Elementlerin metal altlık içerisine (doygunluk) ve yüzeyden dışa yayınması gözlemlenir. Yüzey doygunluğu hem anodik hem de katodik proseslerde mümkündür.

Metal olmayan elementler ile anodik yüzeyin doygunluğu temel inorganik asitlerin sulu çözeltileri ile belirli organik bileşikler ve arzu edilen elementleri içeren güvenilir tuzların kullanımından etkilenmektedir (Tablo 3.1).

Tablo 3.1. PES prosesi için elektrolit seçimi

İşlem	Amaç	Elektrolit Kompozisyonu
Nitrasyon	Yüzey sertliğini , aşınma ve korozyon dayanımını , yorulma mukavemetini arttırma	NaNO_3 45%
Karbürizasyon	Yüzey sertliğini , aşınma ve korozyon dayanımını , yorulma mukavemetini arttırma	$\text{C}_3 \text{H}_5 (\text{OH})$, 15%; Na CO , 5%
Borlama	Yüzey sertliğini , aşınma ve sıcak korozyon dayanımını arttırma	$\text{Na}_2 \text{B}_4\text{O}_7$, 3%; NaOH , 45%
Karbonitrürleme	Yüzey sertliğini ve aşınma dayanımını arttırma	$\text{C}_2\text{H}_5 (\text{OH})_3$, 15%; Na_2NO_2 , 45%
Nitroborlama	Yüzey sertliğini ve korozyon dayanımını arttırma	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, 3%; NaNO_2 , 45%
Karboborlama	Yüzey sertliğini ve aşınma dayanımını arttırma	$\text{C}_2\text{H}_5(\text{OH})_3$, 15%; $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, 3%; NaOH , 10%
Karbonitrürleme+ Borlama	Yüzey sertliğini ve korozyon dayanımını arttırma	$\text{C}_2\text{H}_5(\text{OH})_3$, 15%; $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, 3% NaNO_2 , 45%

Yayılan element türleri elektrolit içinde negatif iyonlaşabilenlerden seçilir. Böylece, elektrik alanı etkisi altında buhar tabaka içerisine çekilir ve elektrot yüzeyine gitmeleri için voltaj düşüşünü hızlandırır. Anodik tabaka içerisindeki bileşiklerin büyümesinde tanelerarası ve tane sınırı yayınma mekanizmaları yaygındır. Elektrot yüzeyine yayınan element içeriği komşu buhar örtü içindeki elementin konsantrasyonu ile sınırlıdır. Ayrıca, anot üzerindeki bileşik oluşumu sıklıkla oksitlenme prosesi ile birlikte olur. Bu yüzden, karbit, nitrit veya borit tabakaları üzerinde bir oksit tabakası oluşur. Yüzey oksitlenmesinden sakınmak için, katodik kutuplaşma teknikleri kullanılabilir.

Oksitlenme dezavantajına karşın yüksek yayınım oranları plazma elektrolitik doyurma tekniğinin önemli bir avantajıdır. Geleneksel yüzey işlem prosesleri ile karşılaştırıldığında (gaz, paket karbürleme) plazma elektroliz proseslerinde yayınım katsayısı metal olmayan elementlerde %200–250, metal türlerde ise %30–50 kadar artmaktadır. Bu sonuç şu şekilde açıklanabilir;

-elektrik alan içerisindeki yayınım prosesinin aktivasyon enerjisindeki azalma

-elektriksel boşalma ile yayınan türlerin yüzey aktivasyonunun ve emiliminin iyileştirilmesi

-boşalma hareketinin sonucu olarak latis hatalarının (boşluk, dislokasyon) gelişimi ile birlikte kütle yayınındaki artma. [Yerokhin, et al, 1999].

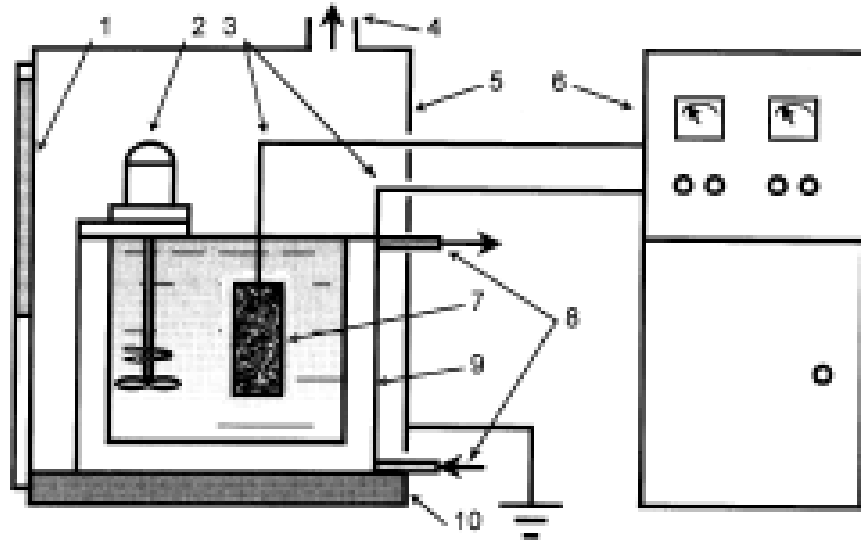
3.4. PED Teknolojisi

3.4.1. Teçhizat

Plazma elektrolitik biriktirme (PED) işlemi için gerekli olan işlem birimi; elektroliz ünitesi ve çok güçlü bir elektrik kaynağından oluşmaktadır(Şekil 3.7). Elektroliz ünitesi genelde karşı elektrot olarak da kullanılan, paslanmaz çelik'ten yapılmış su soğutmalı bir banyodur. Yalıtılmış akım kaynağı ve işlemi gözlemlemek için bir penceresi olan yalıtkan bir tabana yerleştirilmiş ve çelik çerçeveye tutturulmuştur. Elektroliz ünitesi elektriksel elemanların yanı sıra elektrolit karıştırma, devir daim ve gaz çıkış elemanlarını bir arada tutmaktadır. Topraklanmış çerçeve (yalıtkan tabanlı), bağlantılı kapı ve havalandırılmış atık gazlar işlem yapan kişinin güvenliğini sağlamak amacıyla tasarlanmıştır [Yerokhin, et al, 1999].

3.4.2. DC Kaynak

Bunlar normalde köprü devresine dayanmakta ve doğru akımın galvanostatik veya potansiyostatik uygulamalarına izin vermektedir.



Şekil 3.7. PED işleminde kullanılan araçların tipik sıralaması: (1) pencere, (2) karıştırıcı, (3) bağlantı kabloları, (4) gaz atış vantilatörü, (5) topraklanmış kasa, (6) güç ünitesi, (7) iş parçası, (8) soğutma sistemi, (9) banyo, (10) izolasyon plakası.

Ancak yüzey boşalma özelliklerinin düzenlenmesindeki zorluklar sebebiyle PED işleminin kontrolü sınırlıdır. Bu sebeplerden dolayı DC güç kaynakları sadece basit şekilli parçalarda ve ince kaplamalarda kullanılmaktadır [Yerokhin, et al, 1999].

3.4.3. PES’de İşlem Kontrolü

PES işlemi iş parçasının her iki katodik ve anodik kullanımı ile gerçekleştirilebilir. İş parçasının polaritesi seçilirken; eğer difüzyon bölgesinin üzerinde bulunan dış kısımdaki ince oksit tabakası giderilmemişse anodik işlem göz önünde bulundurulmalıdır. Katodik işlemde genelde hidrojen çıkışında meydana geldiğinden dolayı güvenlik koşulları dikkatle göz önünde alınmaktadır. Oksidasyonun aksine, PES yönteminde voltaj kontrol edilmesi gereken başlıca özelliktir. İşlem kontrolü ilk aşamada voltajı hızla artırma ve ikinci aşamada işlem sıcaklığını stabilize etmek için potansiyostatik şartları sürdürmeden oluşmaktadır. Birinci aşamanın başlarında, hızlı voltaj artışı çözeltinin şiddetli elektrolizi ve Joule ısının çıkması sebebi ile elektrot yüzeyinde birçok kabarcık oluşturur. Bu noktada hücrenin voltaj-akım özellikleri Ohm kanununa uymaktadır. U_1 (yaklaşık 75V) değerine ulaşıldığında, kabarcık içerisindeki buhar bozulur ve kıvılcım boşalması gözlemlenir. Uygulanan voltajın artırılması kıvılcım yoğunluğunda artışa sebep olur.

Karakteristik U_3 (175V civarı) voltajına ulaşıldığında, elektrotu saran elektrot-kabarcık kıvılcımları, sürekli bir parıldama dönüşümü sağlarlar. Bu noktada sürekli buhar kılıf vasıtasıyla elektrotun elektrolitten tam olarak ayrılması elektrot yüzeyinde akımın keskin bir şekilde azalması anlamına gelmektedir. PES işlem şartları, numune sıcaklığının voltajın lineer bir fonksiyonu olduğu şeklinde belirlenmiştir. İşlem esnasında akım yoğunluğu normal olarak $0,5-1 \text{ A/cm}^2$ bölgesindedir. İkinci aşamada, arzu edilen numune sıcaklığını sağlamak için bir sabit bir voltaj değeri seçilir. Parıldama bölümündeki plazma yüzeye tepkimeli çökelen, yüksek bölgesel sıcaklığın etkisi altında içeriye doğru difüze olan ve aktif türlerin konsantrasyonundan meydana gelen (örneğin) karbon ve nitrojenin aktif iyonlarını içerir. Bu şartlar altında yüzey doyurma işlemi çoğu kez sadece 3–5 dakika içerisinde başarılabılır ve işlem daha sonra etkin biçimde tamalanır. Her iki işlem için de, kaplama oluşturulduktan sonra, numuneler tamamen temizlenir (su fışkırtılarak) ve kurutulur [Yerokhin, et al, 1999].

3.4.4. PES İçin Elektrolit Seçimi

PES işlemi için elektrolit seçimi basittir. Örneğin, PEC/N için elektrolit C/N içerikli organik bileşikler ve elektrolit' te %5–10 iletken çözelti örneğinden ($\text{KCl}+\text{H}_2\text{O}$) meydana gelmektedir. Geleneksel kutu ve siyanit kullanılan sıvı bazlı işlemlerin aksine ekolojik olarak dost çeşitli organik bileşikler plazma termal ayrışma sayesinde, arzu edilen karbon/nitrojen iyonları ve/veya atomları sağlayabilmektedirler. Bu nedenle genellikle formamid (HCONH_2), etanolamin ($\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$) ve carbamid ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$) sırasıyla nitrürleme, nitrokarbürleme ve karbürleme için kullanılmaktadır. Su içeriği elektriksel parametreleri etkilemektedir; bunlar ; %5 den az H_2O plazma kılıf stabilizasyonu için kritik voltaj değerlerinde artışa sebep olur; %10'dan fazla H_2O voltaj-sıcaklık eğrisinin eğiminde keskin bir artışa yol açmaktadır [Yerokhin, et al, 1999].

3.5. Mevcut Uygulamalar

Nispeten basit ekipman gerekliliği, iş parçasının sürekli işlem imkanı ve yüksek sıcaklık verimliliği sebebiyle, PES bazlı işlemler pratik endüstriyel

uygulamalarda önemli gelişimler sergilemektedir. Sert, korozyon dirençli ve ısı kararlı borid, nitrit veya karbid tabakaları çeşitli metal yüzeylerinde üretilmektedir. Geniş alanlı, iş akışında işlem görmesi zor iş parçaları kolayca yerleştirilebilmektedirler. Ayrıca, elektrolizle kaplama, PVD veya diğer kaplamaları içeren dubleks işlemlere ön işlem olarak PES metotlarından faydalanmak mümkündür. Örneğin düşük alaşımlı altlıklara iyi yapışma ve yükleme desteği sağlamak için PEN/C üretilen kalın difüzyon tabakasının üzerine ince, sert PVD kaplamalar çöktürülebilir. PES teknolojisi ayrıca bazı metallere öncü olarak elmas ya da elmasımsı kaplamaları çöktürmeye potansiyel olarak faydalıdır. Ayrıca, bu teknik hızlı ısıtma özelliğine bağlı olarak altlık yüzeyi ve iç kısmı arasında yüksek sıcaklık farkları yaratabilen geleneksel indüksiyonla sertleştirmeye bir alternatif olarak da kullanılabilir [Yerokhin, et al, 1999].

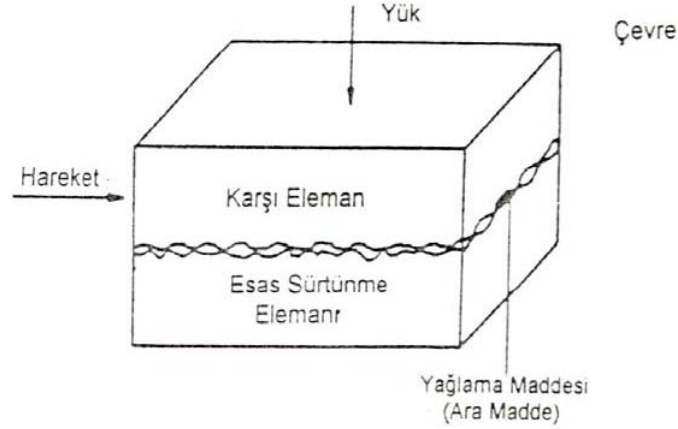
4. AŞINMA

4.1. Tanım

Aşınmanın çok karmaşık mekanizmasından dolayı birçok tanımı yapılmaktadır. 1953’ de yayımlanan DIN 50320’ de aşınma; malzeme yüzeylerinden, mekanik nedenlerle ufak parçacıkların ayrılması sonucu, arzu edilmeyen şekilde değişiklik olarak tanımlanmaktadır. Bu tanıma göre; yüzeylerin talaş kaldırılarak işlenmesi, taşlanması, parlatılması veya makina parçalarının alıştırılması gibi işlemler aşınma olayı olarak kabul edilmemektedir. Bunun nedeni, istenilerek ve kontrollü olarak meydana getirilmiş olmasıdır. Kimyasal, termik, elektriksel veya fiziki nedenlerle eskime veya yüzeyden büyük parçaların kırılarak ayrılması da aşınma olayı olarak düşünülmemektedir. Mekanik sistemlerin enerji kayıplarının en aza indirilmesi için yaygın olarak kullanılan yağlamalı sürtünme veya kuru sürtünme sırasında ortaya çıkan aşınma olayının analizini sağlayan yeni bir bilim dalına gereksinim sonucunda triboloji bilimi ortaya çıkmıştır. Triboloji, bir izafi hareket içinde bulunarak birbirlerine etki eden yüzeylerin ve bunlarla ilgili olayların bilimi veya tekniği şeklinde yada sürtünme, aşınma ve yağlama konumlarında ve bunların aralarındaki bağlantıları üzerine yapılan araştırmalar ve teknik uygulamalar bilimi olarak tarif edilmektedir. İçinde aşınma ve sürtünme olaylarının meydana geldiği teknik sistemlere ise “Tribolojik sistem” adı verilmektedir. 1976’ da yeniden düzenlenen DIN 50320’ ye göre aşınmanın yeni tanımı şöyle verilmektedir. Aşınma; katı cisim yüzey bölgesinden tribolojik zorlanma sonucu sürekli ilerleyen malzeme kaybıdır. Burada, aşınmanın; malzeme değişimi, şekil değişimi veya küçük malzeme parçacıklarının koparak ayrılması şeklinde meydana geleceğine dikkat çekilmiştir. Aşınmanın bir başka tanımında tribolojik sistemi oluşturan eleman ve faktörlerin karşılıklı etkileşimlerinin ortak bir ürünü olarak mekanik, kimyasal ve elektrokimyasal etkenlerin tribolojik sistem içinde karşılıklı etkileşimle aşınmayı meydana getirdiğini belirtmiştir. Aşınma olayını, olaya etki eden faktörlerin bileşik etkilerini göz önüne alarak incelemek gerekir. Yani aşınma bir sistem bütünlüğü içinde ele alınmalıdır. Aşınma özelliği veya mukavemeti, sertlik veya çekme mukavemeti gibi kesin bir malzeme özelliği değil, bir sistem özelliğidir.

4.2. Aşınma Parametreleri

Aşınma olayında beş parametre gözlenir. Bunlar; 1. Ana malzeme (aşınan), 2. Aşındıran, 3. Ara malzeme, 4. Hareket, 5. Yüktür. Ayrıca sıcaklıkta altıncı parametre olarak eklenebilir. Bir tribolojik sistemin elemanları Şekil 4.1. de gösterilmektedir.



Şekil 4.1 Bir tribolojik sistemin elemanları

Aşınan ve aşındıran malzeme birlikte “aşınma çifti” olarak tanımlanır. Aşınma çifti arasındaki “ara malzeme” sert taneli, sıvı, gaz ve buhar halinde olabilir. Aşınma parçacıkları da, ara malzeme gibi etki yaparak aşınma olayına katılabilirler. Aşınma çifti ile ara malzemeye birlikte “aşınma kombinasyonu” denilir. Aşınma çifti arasındaki izafi hareket, aşınmanın çeşidini belirtir. Aşınma olayı sırasında bunların büyüklüğü, yönü ve süresi (zaman ve kayma yolu) ve hız ile sıcaklık değişimi tespit edilir. Yük statik, dinamik ve darbe şeklinde olabilir. Aynı zamanda, büyüklük ve yönü de değişebilir. Pratikte genellikle birçok aşınma çeşidi, bir arada etki yaptıklarından dolayı buna “kombine aşınma” da denilmektedir. Aşınmayı olayını etkileyen diğer faktörleri incelersek;

4.2.1. Malzeme Seçimi

Aşınma dayanımını arttırmak için birbiriyle temas halinde çalışan parçaların malzemeleri farklı seçilmelidir. İki farklı malzemenin birbiriyle kaynak yapabilme özelliği kötü olduğundan adhezyon aşınmasını önlemede olumlu yönde katkıda bulunacaktır.

4.2.2. Pürüzlülük

Genelde yüzey pürüzlülüğü arttıkça kontak noktaları (yükü taşıyacak olan gerçek alan) azaldığı için aşınma miktarı artacaktır. Bunun aksine pürüzsüz sayılabilecek bir yüzeyde aşınma artıklarının kalabilmesi ve sürtünen iki yüzeyin arasındaki çekim kuvvetinin fazla olması da adhezyon ve abrazyon aşınmalarını arttıracaktır.

4.2.3. Sertlik

Diğer faktörler sabit kalmak üzere sertliğin artırılması aşınma miktarını azaltır. Sertleştirilmemiş malzemenin yüzeyinde deformasyon sertleşmesine maruz mikro bölgeler oluşur. Bu bölgelerin sünekliği azalır ve kolayca kopar. Aşınma dayanımını arttırmak için alaşımlandırmayla veya ısıtma işlemiyle yüzey sertleştirilmelidir.

4.2.4. Yüzey İşlemleri

Yüzeyde kimyasal, elektro-kimyasal veya termo-kimyasal metotlarla oluşturulacak tabakalar birlikte çalışan iki metal arasındaki sürtünme katsayısını ve tutunabilme özelliğini azaltıcı etki yaptıkları için, aşınmaya karşı olumlu yönde katkıda bulunurlar. Bu işlemlerde elde edilecek reaksiyon tabakası metal matrisine rijit bir şekilde tutunarak çeşitli çalışma şartlarında yüzeyden koparak abrasiv etki oluşturmamalıdır.

4.2.5. Yağlama

Yağlama, aşınmaya karşı alınabilecek en ekonomik ve kolay tedbirdir. Yağlayıcı maddenin görevi sürtünen yüzeyler arasındaki metal-metal sürtünmesi yerine sıvı-metal sürtünmesini sağlamaktır. Kullanılan yağlayıcılar yağlama özelliğini uzun süre muhafaza edebilecek ve mümkün olduğu kadar yüksek sıcaklıklara kadar yağlama görevini sürdürebilecek niteliklere sahip olmalıdır.

4.2.6. Temas Geometrisi

Sürtünme elemanlarının temas geometrisi aşınma miktarını etkiler. Aşınma artıklarını iki yüzey arasından dışarı çıkarmaları kolaylaştıkça parçaların abrazyon aşınması azalır.

4.2.7. Çevre

Aşınma miktarına diğer bir etkende çevredir. Atmosferde bulunan oksijen yüzeyde koruyucu oksit tabakası oluşturur. Ortam olarak soy gaz (argon v.b) kullanıldığında oksit oranı azalacaktır. Bu oksit tabakalarının koparılmasıyla metal metal teması oluşur ve parça adhezyon aşınmasına uğrar. Ayrıca atmosferdeki bağıl nem oranı da aşınmayı etkilemektedir. Bağıl nem oranı arttıkça sürtünme katsayısı azalmakta, dolayısıyla aşınma miktarı düşmektedir.

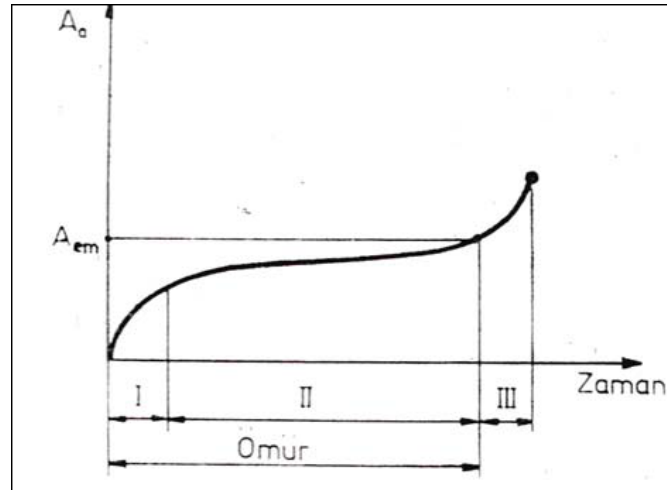
4.2.8. Zaman

Metal yüzeyinin yorulması ve deformasyon sertleşmesi devir sayısına, frekansa ve toplam zamana bağlıdır. Dolayısıyla yüzeyin aşınması zaman, frekans ve devir sayısının fonksiyonu olmaktadır. Anlaşılacağı gibi aşınma olayının pek çok değişkeni mevcuttur. Bu yüzden aşınmanın kontrolü ve ona karşı alınacak tedbirler oldukça güçtür.

4.3. Aşınma Çeşitleri

Aşınmanın sınıflandırılması birkaç değişik yolla yapılabilmektedir. Aşınmanın miktarına göre hafif aşınma şiddetli aşınma olarak sınıflandırılacağı gibi mekanik, kimyasal ve termal olarak da sınıflandırılabilir.

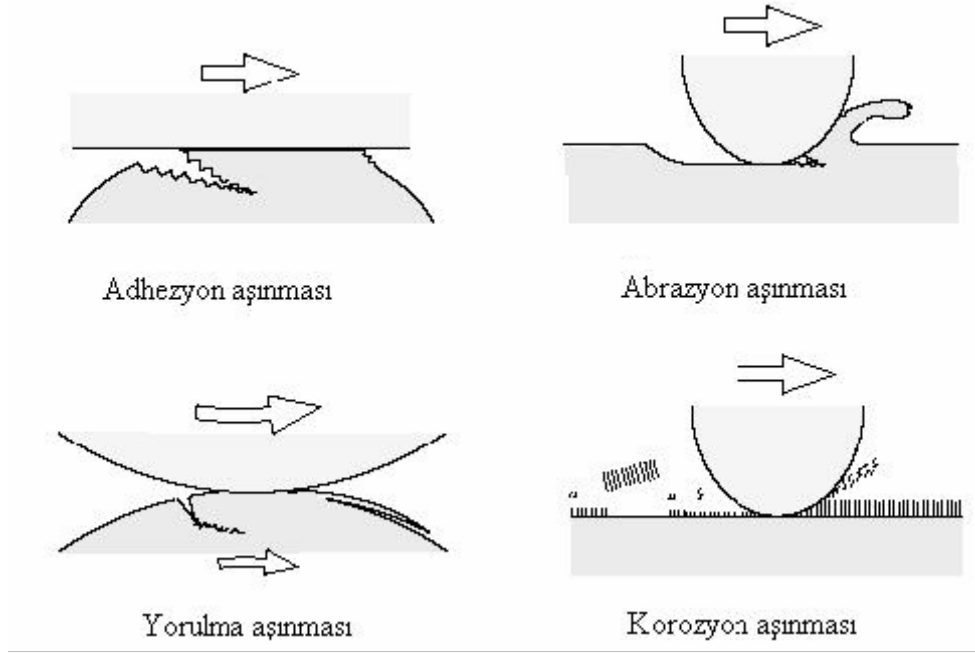
Pratik bakımdan aşınma olayları zamanla gelişen ve aniden meydana gelen aşınma olmak üzere iki gruba ayrılabilir. Zamanla meydana gelen aşınma Şekil 4.2'de gösterilmiştir. Görüldüğü gibi olay üç safhadan ibarettir.



Şekil 4.2 Aşınma zaman eğrisi.

Birinci safhada (I), yani parçaların ilk çalışması sırasında şiddetli bir aşınma meydana gelir. Rodaj denilen bu safha parçaların birbirine alıştırılma safhasıdır. İmalatın devamı olarak sayılabilecek bu safha parçanın daha sonraki aşınmasını büyük ölçüde etkiler. Bu nedenle parçaların rodajın iyi yapılması ve kısa sürede gerçekleştirilmesi önemlidir. Genellikle rodaj, yüksüz ve normal hızdan daha küçük hızlarda yapılır. Rodajın iyi ve kısa sürede tamamlanması için özel yağlar kullanılır. İkinci safha (II), esas çalışma sırasındaki aşınmayı gösterir. Aşınma hızı oldukça artan üçüncü safhaya (III), şiddetli aşınma bölgesi denir. Aniden meydana gelen aşınmada, parçaların yüzeyleri birden bire bozulur veya bazı hallerde birbirine kilitlenir çalışmaz duruma gelir. Genellikle eş çalışan malzemelerin seçiminde yapılan hatalardan veya yağlamanın yetersiz olmasından meydana gelir[Akkurt, 1980]. İkinci sınıflandırmada göz önüne alınan husus parçanın maruz kaldığı etkilerdir.

Adhezyon, abrazyon, yorulma mekanik aşınma çeşitleridir. Korozyon ve erozyon ise kimyasal aşınma çeşitleridir. Aşınma çeşitleri Şekil 4.3.de gösterilmektedir.



Şekil 4.3 Aşınma çeşitleri

4.3.1. Adhezyon Aşınması

Birbirleriyle temas halinde ve bağlı harekete sahip parçalardan birinden diğerine malzeme transferi olarak tanımlanır. Malzeme transferinin sebebi ise kontak halindeki noktada yüksek basınçtan dolayı oluşan soğuk kaynak bölgelerinin meydana gelmesi ve çalışma esnasında bunların kopmasıdır. Adhezyon aşınması ile ilgili deneylerden elde edilen sonuçlar şu şekilde sıralanabilir:

- Adhezyon aşınması, benzer veya kolay alaşım yapabilen malzemeler arasında meydana gelmektedir.
- Olay, yüzeylerin izafi hızına ve normal kuvvete bağlıdır. Pratik bakımdan nispeten yüksek hızlarda ve yüklerde görülen bir aşınma şeklidir.
- Oksit veya nemden oluşan doğal tabakanın aşınma üzerinde etkisi büyüktür. Temiz yüzeylerde aşınma daha küçük hızlarda ve yüklemelerde ortaya çıkar.
- Yağlamanın etkisi çok büyüktür. Yüzeylere yapışmış yağ tabakası adhezyon aşınmasını büyük ölçüde önler.
- Yüzeylerden birinin sertliği diğerine göre büyük ise, kaynak bağlarını kopması yumuşak malzemedede olur ve yumuşak malzeme, sert malzemenin yüzeyine taşınır.

- Kalay (Sn), selenyum (Se), arsenik (As) ve tellür (Te) gibi metallerde adhezyon aşınması görülmemiştir.
- Yüzeyler arasında sert malzeme parçacıkları, yani abrazyon aşınması meydana getirecek koşullar bulunuyorsa adhezyon aşınması oluşmaz. Bu nedenle adhezyon aşınması, yüzeyler arasında abrazif bir etkenin bulunmaması halinde oluşan bir aşınma türü olarak ifade edilmektedir.

Adhezyon aşınmasını önlemek için alınması gereken önlemler:

- Eş çalışacak malzeme çiftleri uygun seçilmelidir.
- İyi bir yağlama yöntemi sağlanmalı ve uygun yağlayıcı maddeler ile katkıları kullanılmalıdır.

4.3.2. Abrazyon Aşınması

İki yüzeyin arasında bulunan dışarıdan girmiş veya sürtünen malzemelerden kopmuş minyatür sert parçacıklardan dolayı çalışma esnasında oluşan aşınma tipine abrazyon aşınması denir. Bu sert parçacıklar yumuşak olan yüzeye gömülür ve karşı malzemeyi aşındırır.

Abrasiv aşınmanın iki cisimli ve üç cisimli olmak üzere iki temel tipi vardır. İki cisimli abrasiv aşınma, pürüzlü bir yüzeyin veya sabit aşındırıcı taneciklerin hareketi ile yüzeyden malzemenin kaldırılmasıdır. Bu abrasiv aşınmanın en basit modelidir. Bu mekanizmada rijit olarak destekli sert tanecikler veya sert pürüzler daha yumuşak olan metal yüzeyinin karşısında basınç ve izafi hareketin sonucunda metal yüzeyinde yivler oluşturur. Üç cisimli abrasiv aşınma ise yuvarlanma ve kayma hareketi yapabilen aşındırıcı taneciklerin yüzeyden malzeme kaldırmasıdır. Burada sert yüzey üçüncü bir cisimdir. Genellikle aşınmanın çok küçük bir partiküldür. Bu mekanizmada aşındırıcı tanecikler, iki metal ara yüzey arasında metal yüzeylerin birbirlerine göre izafi hareketleri sonucunda iki metalde de yivler oluşturmak sureti ile aşınma olayı gerçekleşir. Üçüncü cisim olarak araya giren toz, mineral taneleri, çizilme sonunda serbest hale geçen mikro talaşlar veya parçalanmış oksit tabakaları olabilir. Üç cisimli abrasiv aşınma, aşınmayı hızlandırır. Başlangıçta aşınma mekanizması, ara yüzeyde tutunmuş olan aşındırıcı partiküllerle oluşan bir adhesiv aşınmadır. Üç cisimli abrasiv aşınmadaki aşınma oranı iki cisimli abrasif aşınmaya göre daha düşüktür. Bunun sebebi hareketli taneciklerin uygulama

zamanının %90'ını kesme etkisi meydana getirmeden yuvarlanma eğiliminde olmasıdır.

Abrasyon aşınmasını önlemek için alınacak önlemler:

- Yüzeyler sertleştirilmelidir.
- Dışarıdan sert maddelerin yüzeyler arasına girmesi iyi bir sızdırmazlık tertibatıyla önlenmelidir.
- Makinalar ve sistemler talaştan ve diğer pisliklerden sık sık temizlenmelidir.

4.3.3. Yorulma Aşınması

Genellikle, dinamik zorlanma sonucunda temas yüzeyinin altında ve yüzeye yakın yerlerde, iç yapının yorularak hasara uğraması sonucu, yüzeyden yer yer ayrılmalar olmasıdır. Dişli ve rulmanlarda görülen pitting olayı bu çeşit bir aşınmadır. Deney ve tecrübeler göstermiştir ki, pitting oluşumunda malzemenin doğal sertliği önemli rol oynar. Doğal sertlikteki malzemelerde, örneğin çeliklerde pitting meydana gelmektedir. Bu aşınma türü yumuşak malzemelerde görülmemektedir. Yorulma aşınmasını önlemek için en önemli tedbir temas yüzeylerinin sertleştirilmesidir.

4.3.4. Korozyon Aşınması

Malzemenin çevre ile kimyasal ve elektrokimyasal olarak etkileşiminden dolayı oluşan aşınma tipidir. Yüzeyde korozyona karşı koruyucu bir tabak oluşturulmazsa korozi ortamda aşınma kaçınılmazdır.

4.3.5. Erozyon Aşınması

Sıvı veya gaz içerisinde çalışan bir makina parçasına ortamda bulunan katı parçacıkların ve sıvı damlalarının yaptığı darbelerden dolayı yüzeyde malzeme kaybıdır.

4.3.6. Termal Aşınma

Sıcaklık etkisi ile atomik hareket hızlanır. Malzemenin yumuşaması ve erimesi nedeni ile atomik aşınma gerçekleşir. Termal şok ve yüksek sıcaklıkta oksidasyon da termal aşınmaya neden olur. [Eş, 2004]

5. ÇALIŞMANIN AMACI

Saf demir üzerine elektrolitik plazma metodu ile karbürleme çalışması bugüne kadar literatürde sadece bir defa çalışılmıştır [Tarakçı et al, 2005]. Bu çalışmanın amacı elektrolitik plazma metodu ile literatürde çalışılan saf demire karbürleme çözeltisinden farklı bir çözelti kullanarak ve deney şartlarını değiştirerek demir yüzeyinde karbürizasyon hakkında önemli bilgiler edinmektir.

Bu çalışmanın yapılmasıyla hakkında bilgi edinmek istediğimiz başlıca konular şunlardır:

- Demir yüzeyine mevcut çözelti ile karbürizasyon başarılabilecek mi?
- Sıcaklığın ve sürenin kaplama kalınlığına etkisi nasıl olacak?
- Oluşan kaplamaların sertlik değerleri nasıl değişecek?
- Kaplamaların aşınma ve pürüzlülük değerleri nasıl bir değişim gösterecek?
- Sertlik, kaplama kalınlığı, aşınma oranları ve pürüzlülük çözelti konsantrasyonunun değiştirilmesi ile nasıl bir değişim gösterecek?

6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

6.1. Deneylerde Kullanılan Altlık Malzemeler

Bu çalışmada altlık malzemesi olarak çapı 17 mm, kalınlığı 3 mm olan saf demir numuneler kullanıldı. Saf demirin kimyasal kompozisyonu Tablo 6.1 de verilmektedir.

Tablo 6.1. Bu çalışmada kullanılan saf demir altlık malzemesinin kimyasal kompozisyonu (% ağırlıkça).

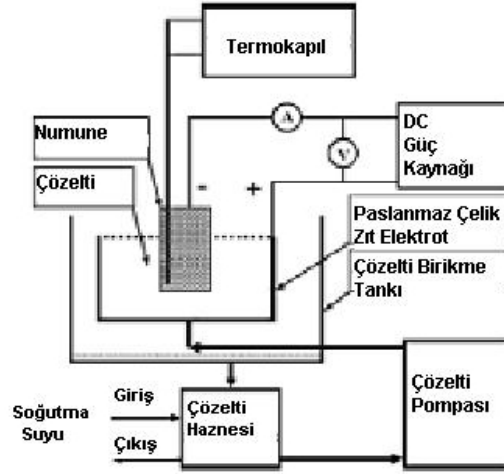
Kimyasal Kompozisyon (% ağırlıkça)									
Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Al	Cu
99.9	0.027	0.0049	<0.0010	<0.0010	<0.0010	<0.0015	0.0061	0.0030	<0.0010

Tüm numuneler plazma elektrolitik yüzey karbürizasyon işleminden önce etil alkol ile temizlendi, 80 ve 240 nolu zımparalar ile zımparalandı.

6.2. Sulu Çözeltide Plazma Elektrolitik Karbürizasyon Sistemi

Plazma elektrolitik yüzey karbürizasyon işlem cihazı; 300 V ve 25 A uygulanabilme özelliklerine sahip DC güç kaynağı ünitesi, numuneyi aşağı ve yukarı yönde hareket ettirebilme özelliğine sahip stepper motoru, katot tutturma ucu, anodik bağlı paslanmaz çelik plaka, çözelti haznesi, çözelti biriktirme tankı ve çözelti pompasından oluşmaktadır. Plazma elektrolitik yüzey karbürizasyon işlem ünitesi şematik diyagramı Şekil 6.1 de gösterilmiştir. Sistemde; numune katot, paslanmaz çelik plaka ise anot olarak bağlandı. Numune ve termokupl bağlanmış çubuğa illeştirildi ve stepper motoru vasıtası ile yukarı ve aşağıya hareket ettirildi. Çözeltinin dolaşımı pompa ile sağlandı ve çözelti tekrar tankta toplandı. Isınmış çözelti motorun

tahriki ile alttan gelen taze çözelti ile devir daim oldu. Tanka dolan çözelti tank cidarlarının eşanjör vasıtasıyla soğutulmasıyla oda sıcaklığına soğutuldu.



Şekil 6.1. Plazma elektrolitik yüzey karbürizasyon sisteminin şematik gösterimi

6.3. Plazma Elektrolitik Yüzey Karbürizasyonu

Yüzey karbürizasyon işlemi için uygun çözelti konsantrasyonu ve işlem aralıkları daha evvel yapılan bir dizi ön deney sonucu belirlendi.

Karbürizasyon sulu ortamda; ağırlıkça %80 su, %10 NH_4Cl , %10 etanolamin $[\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{OH}]$ ve %70 su, %10 NH_4Cl , %20 etanolamin $[\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{OH}]$ bileşimlerinden meydana gelen iki farklı çözelti ortamında gerçekleştirildi. Başlangıçta suya NH_4Cl ilave edilir ve suda tamamen çözününceye kadar karıştırılır ardından etanolamin ilave edilerek tekrar karıştırılır ve çözelti hazırlanmış olur. Bu sulu çözeltide, elektrolitik iletkenlik NH_4Cl ile sağlanmış karbon kaynağı olarak ise etanolamin kullanılmıştır. Numunenin sıcaklık ölçümü ise termokupl ile gerçekleştirildi. Termokupl içerisi oyulmuş saf demir çubuğun iç zeminine tutturuldu. Test numunesi ile termokupl bağlama aygıtına kenetlendi. Sonrasında numune, step motor vasıtasıyla elektrolite yavaşça daldırılarak farklı şiddetlerde DC akım uygulandı. Numunenin çevresinde, gaz film ısı akısının etkisi ile çok kısa bir sürede hızlıca gerçekleşti. Numune, yüzeyinde oluşan gaz film direnci ve gerilim

nedeniyle kısa bir sürede yüksek sıcaklıklara ısındı. Her iki çözelti için uygulanan voltaja karşılık gelen sıcaklık değerleri belirlendi (Tablo 6.2.) . Ancak elde edilen sıcaklıklar bağlanan aparatın iç kısmından ölçülmüştür ve dış kısmın sıcaklığının iç kısımdan yaklaşık olarak 70 °C daha yüksek olduğu daha önce Tarakçı ve arkadaşları tarafından tespit edilmiştir. Aşağıda Tabloda gösterilmekte olan sıcaklık değerlerinin üzerine her hangi bir ilave yapılmamış olup bu değerler termokupl dan ölçülen gerçek değerlerdir.

Tablo 6.2. İki çözelti için voltaj değerlerine karşılık gelen sıcaklık değerleri.

Voltaj	Sıcaklık	
	%10 Ağırlıkça Ethanolamin	%20 Ağırlıkça Ethanolamin
180V	710 °C	660 °C
200V	750 °C	705 °C
220V	785 °C	735 °C
240V	820°C	780 °C

Numuneler her bir çözelti için 180V, 200V, 220V ve 240V voltluk gerilimler altında her bir voltaj değeri için 5 dk, 10 dk ve 30 dk süresince karbürizasyon işlemine tabi tutuldu, gücün kesilmesi ile doğrudan oda sıcaklığına soğutuldu. Numunelerin oda sıcaklığına soğutulmasından sonra, numuneler bağlama aygıtından çıkarıldı ve etil alkol ile temizlendi.

6.4. Metalografik İncelemeler

Tabaka kalınlık ölçümleri ZEIS Axio Imager marka optik mikroskop ile ölçüldü. Tabakanın yaklaşık 10 ayrı yerinden kalınlık değerleri alındı.

Taramalı elektron mikroskobu muayenesinden evvel numuneler 120, 240, 400, 600, 800, 1200 ve 2500 nolu zımparalar ile zımparalandıktan sonra 1 µm elmas pasta ile parlatıldı. Mikro yapı incelemesi için dağlayıcı olarak nital (3 %) kullanıldı.

6.5. Mikro Yapı Karakterizasyonu

Rigaku X – ışını difraktometresi dalga boyu 1,541 Å, 2θ üzerinde 40° ve 90° aralığında değişen (DMAX 2200) Cu K α radyasyon kaynağı numunelerin karbürize edilmiş tabakasının faz karakterizasyonu için kullanıldı. Kesit yüzeyin ve karbürize edilmiş tabakanın mikroyapısal incelemesi Philips Emisyon Taramalı Elektron Mikroskobu (Philips Field Emission Scanning Electron Microscope (FE – SEM)) kullanılarak yapıldı.

6.6. Sertlik Ölçümü

Mikro sertlik ölçümü için, numunelerin kaplama çözeltisine daldırma yönüne dik bir şekilde elmas kesici vasıta ile kesildi. Saf demir yüzeyindeki karbonca zengin tabakanın (karbürize tabaka) kesit yüzey sertliği, tabakadan altlığa doğru sertlik değişimini gösterecek şekilde 50 gr veya 20 gr yük altında ZEIS marka mikroskop ile entegreli çalışan Anton Paar MHT-10 marka mikro sertlik cihazı vasıtasıyla ölçüldü.

6.7. Aşınma Deneyi ve Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümleri

Karbürleşmiş numunenin aşınma davranışlarını ve sürtünme katsayısını ölçmek için CSM Tribometer marka aşınma cihazı kullanılmıştır. Her bir numune 10 N’ luk yük altında 0,2m/s kayma hızında 100 m mesafe boyunca aşındırılmıştır. Hazırlanan numuneler 6 mm çapında alümina bilyeye karşı kuru sürtünme şartlarında ölçülmüştür. Aşınma izleri Dektak 8 Programmable Surface Profiler marka profilometre vasıtasıyla ölçüldükten sonra aşınma izi verileri aşınma cihazı yazılımına girilerek aşınma oranları yazılımdan alınmıştır.

Yüzey pürüzlülüğü Dektak marka profilometre vasıtasıyla numune merkezlerinden 1000 μm ’ luk bir mesafe taranarak incelenmiştir. Veriler cihazla entegreli çalışan yazılımdan alınmıştır.

6.8. Kimyasal Analiz

Bütün numunelerin yüzey analizi Radio Frequency Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy (RF GD-OES) cihazı ile yapıldı. Bu cihaz ile altlık kompozisyonu ve istenen bütün elementlerin derinlikle beraber değişimleri incelenmiştir. Fe, C elementlerinin incelenmesi yapılmıştır.

7. SONUÇLAR VE İRDELENMESİ

7.1. X-ışınları Difraksiyon Analizi

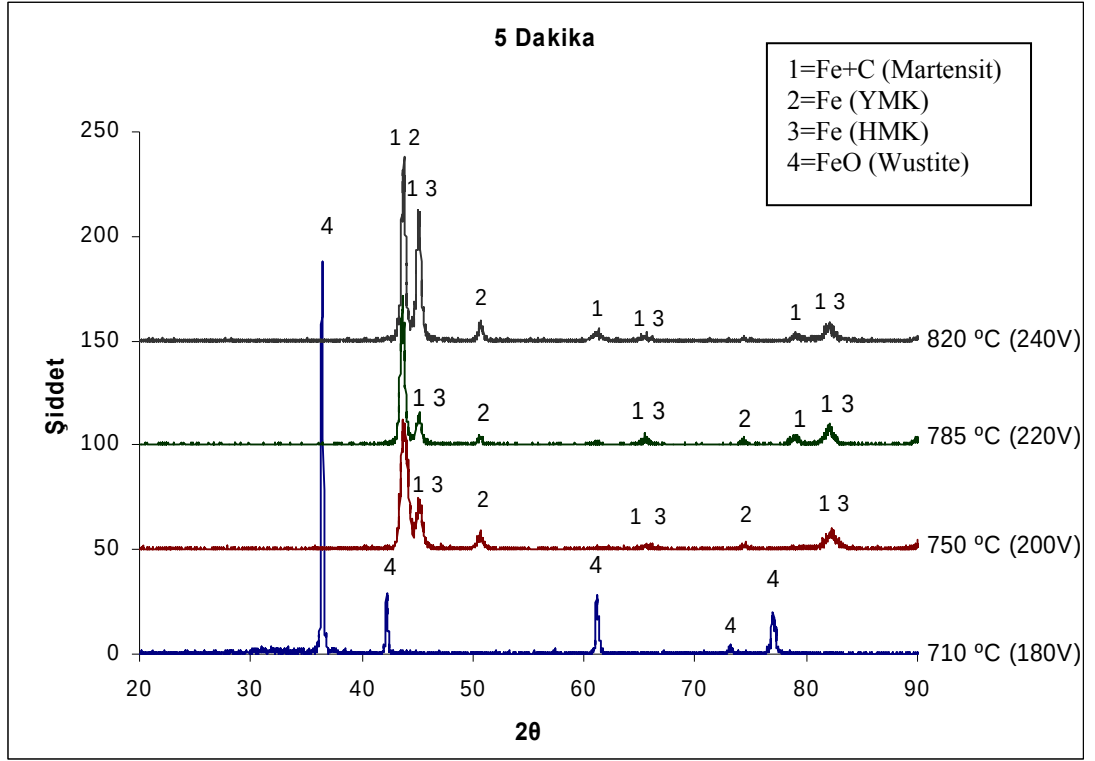
Her bir çözelti için değişen sıcaklıklarda (bkz. Tablo 6.2.) 5, 10 ve 30 dk süreyle karbürlenmiş saf demir yüzeylerinde oluşturulan kaplama tabakasının, mevcut fazlarının tayini için X-ışınları difraksiyon analizi yapılmıştır.

Plazma elektrolitik karbürizasyonun ardından hızla sulu çözelti içinde soğutulan numunelerde martenzit, kalıntı ostenit ve Fe_3C fazları beklenmektedir. Her iki çözelti şartında da mevcut baskın fazlar beklendiği üzere martenzit ve ostenittir. Bu fazlar hemen hemen bütün şartlarda gözlemlenmiştir ancak bazı farklı fazlarında kaplama da mevcut olduğu belirlenmiştir. Ağırlıkça %10 luk çözeltide 710 °C, 5 dk ve 820°C, 30 dk numunelerinde oksit oluşumu gözlemlenmiştir. Ayrıca, 710 °C, 30 dk numunesinde de FeC fazına rastlanılmaktadır. Bu faz denge diyagramlarında görülmemektedir ancak X-ışınları cihazı “pdf card” verilerinden alınan bilgiye göre, toplam demir oranının %97,0 olduğu analizlerde genelde Fe_3O_4 ve Fe_2C (Hagg) ile birlikte tespit edilmektedir. Ağırlıkça %20’lik çözelti ortamında ise 705 °C, 5 dk. numunesinde sadece FeC fazı gözlemlenmiş olup 735 °C, 10 dk., 780 °C, 10 dk. ve 705 °C, 30 dk, 735 °C, 30 dk., 780 °C, 30 dk numunelerinde ortak olarak martenzit ve ostenitin yanı sıra Fe_3C fazıda gözlemlenmiştir.

Şekil 7.1. den 7.6.ya kadar olan şekiller karbürlenmiş saf demir numunelerin X-ışınları paternlerini göstermektedir. X-ışınları analizleri martenzit ve ostenit fazlarının hakim fazlar olduğunu göstermektedir.

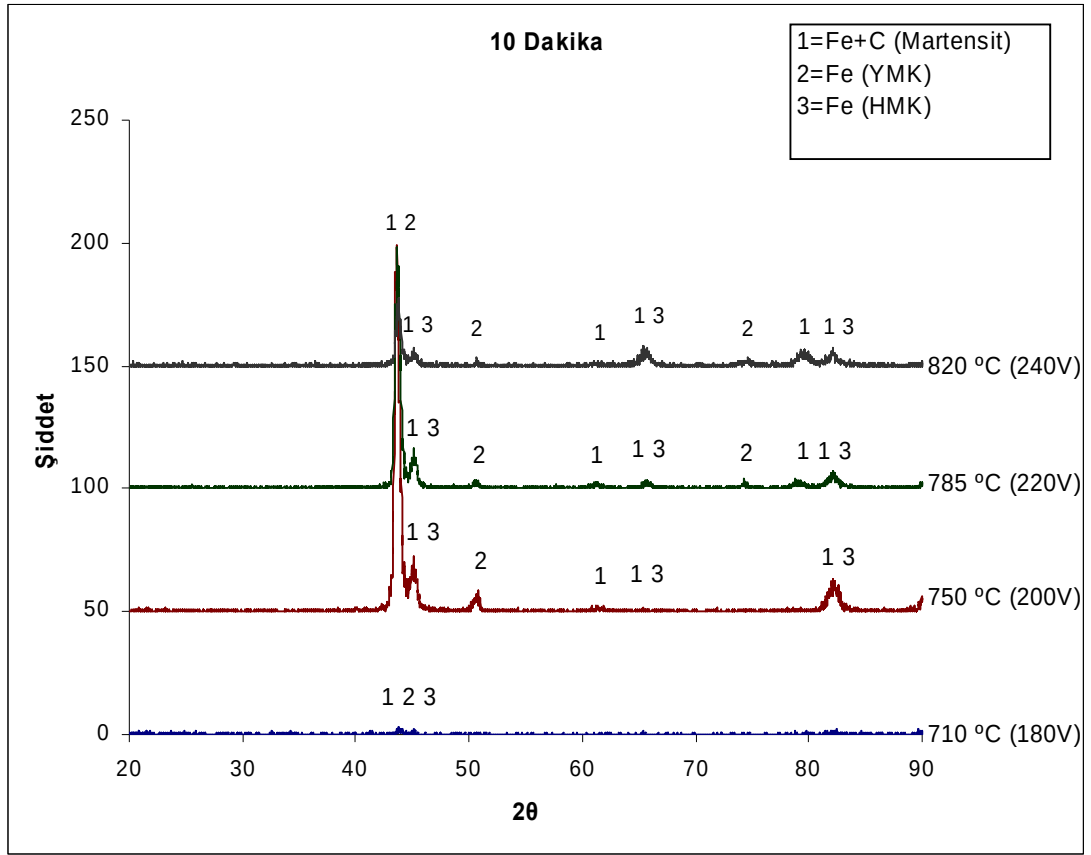
Şekil 7.1’ de ağırlıkça %10’luk çözelti ortamında 710 °C, 750 °C, 785 °C, 820 °C sıcaklıklarda 5 dk. süreyle yapılan plazma elektrolitik karbürizasyon işlemlerinin X-ışınları sonuçları gösterilmektedir. 710 °C de sadece FeO gözlemlenmekte, diğer sıcaklıklarda ise martenzit, ostenit ve demir gözlemlenmektedir. 785 °C’ de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 750 °C’de işlem görmüş numuneye göre ostenit piklerinin şiddetinde azalma ve martenzit pik sayısında artış gözlemlenmektedir. 820 °C’ de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine

bakıldığında ise 785 °C’ de işlem görmüş numuneye göre ostenit pik sayısında azalma ve martenzit pik sayısında artış gözlemlenmektedir.



Şekil 7.1. Ağırlıkça %10 çözelti şartlarında 5 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.

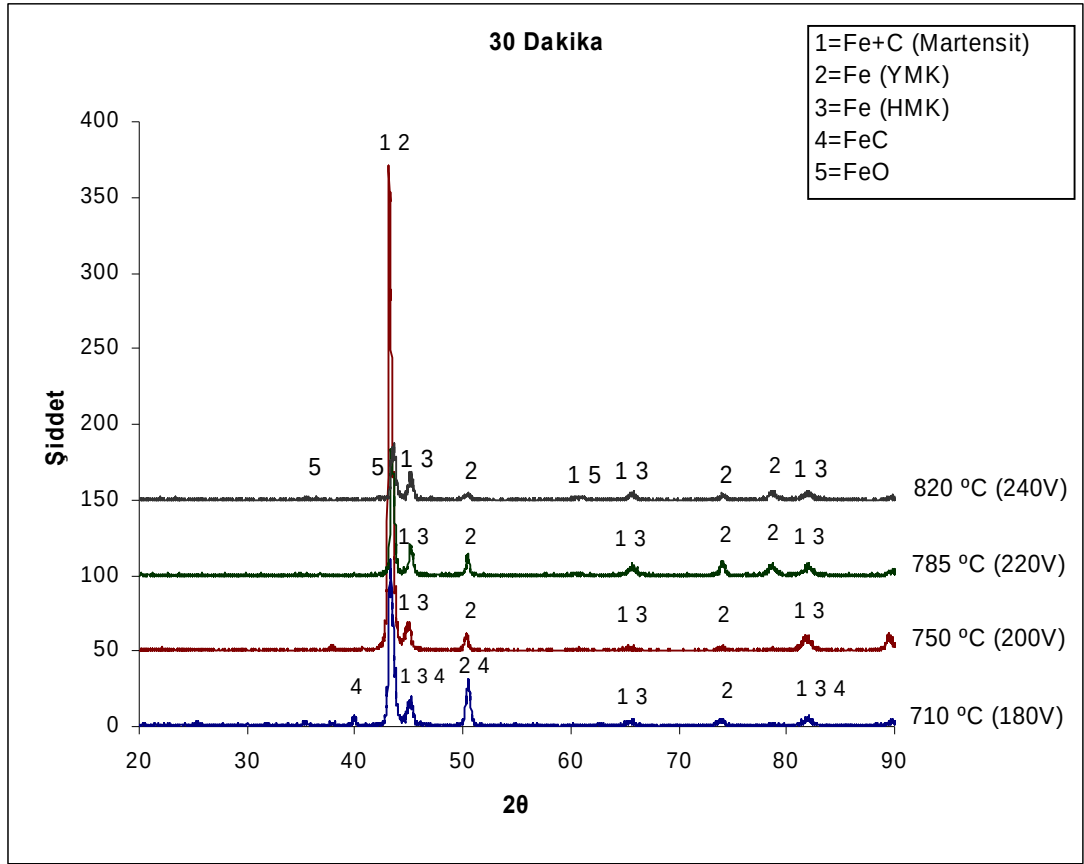
Şekil 7.2.’de ağırlıkça %10’luk çözelti ortamında 710 °C, 750 °C, 785 °C, 820 °C sıcaklıklarda 10 dk. süreyle yapılan plazma elektrolitik karbürizasyon işlemlerinin X-ışınları sonuçları gösterilmektedir. 710 °C’ de ostenit, martenzit ve demir fazları gözlemlenebilmekte ancak alınan pik şiddetleri oldukça düşük yoğunluktadırlar. Diğer sıcaklıklarda yine martenzit, ostenit ve demir gözlemlenmektedir. 785 °C’ de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 750 °C’de işlem görmüş numuneye göre ostenit piklerinin şiddetinde azalma ve martenzit pik sayısında artış gözlemlenmektedir. 820 °C’ de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında ise 785 °C’ de işlem görmüş numuneye göre ostenit pik şiddetinde azalma ve martenzit pik şiddetinde artış gözlemlenmektedir.



Şekil 7.2. Ağırlıkça %10 çözelti şartlarında 10 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.

710 °C’de 5 dk. süre ile işlem görmüş numunede gözlemlenen oksit tabakası 10 dk. ve 30 dk. işlem gören numunelerde gözlemlenmemektedir. Bunun temel sebebi olarak oksit tabakasının artan süre ile kırılıyor olması öngörülmektedir.

Şekil 7.3.’de ağırlıkça %10’luk çözelti ortamında 710 °C, 750 °C, 785 °C, 820 °C sıcaklıklarda 30 dk. süreyle yapılan plazma elektrolitik karbürizasyon işlemlerinin X-ışınları sonuçları gösterilmektedir. Bu sıcaklıkların hepsinde ortak olarak martenzit, ostenit ve demir fazları gözlemlenmiştir. Ancak, ostenit, martenzit ve demir fazlarının yanı sıra 710 °C’ de FeC fazı, 820 °C’ de de FeO fazına rastlanılmıştır. 785 °C’ de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 750 °C’de işlem görmüş numuneye göre ostenit piklerinin şiddetinde artma gözlemlenmektedir. 820 °C’ de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında ise 785 °C’ de işlem görmüş numuneye göre ostenit pik şiddetinde azalma gözlemlenmektedir.

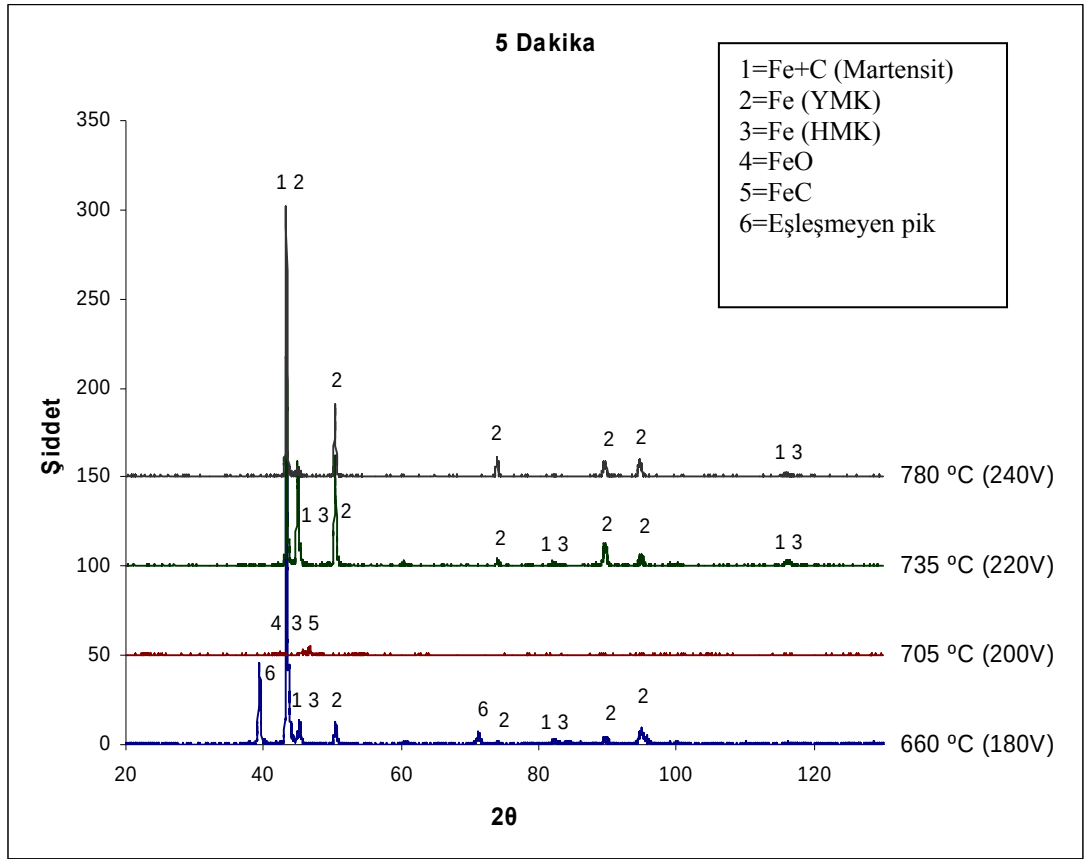


Şekil 7.3. Ağırlıkça %10 çözelti şartlarında 30 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.

Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında işlem görmüş numunelerin X-ışınları verilerini süre bazında kıyaslayacak olursak. 710 °C' de 5dk. süre ile işlem görmüş numunede sadece FeO fazına ait pikler gözlemlenmektedir. 10 dk. süre ile işlem görmüş numunede ise şiddetleri çok düşük olan martenzit, ostenit ve ferrit fazına ait pikler gözlemlenmektedir. 30 dk. süre ile işlem görmüş numunede ise 10 dk. da işlem görmüş numuneye göre hem pik sayıları daha yüksek hem de daha şiddetli martenzit, ostenit ve ferrit pikleri gözlemlenmektedir. Ayrıca, FeC fazı da gözlemlenmektedir. 750 °C' de 10dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 5 dk. süre ile işlem görmüş numuneye göre ostenit pik sayısında azalma martenzit pik şiddetinde ise artış olduğu gözlemlenmektedir. 30 dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında martenzit pik sayısında azalma ferrit pik sayısında ise artış olduğu gözlemlenmektedir. 785 °C' de 10dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 5 dk. süre

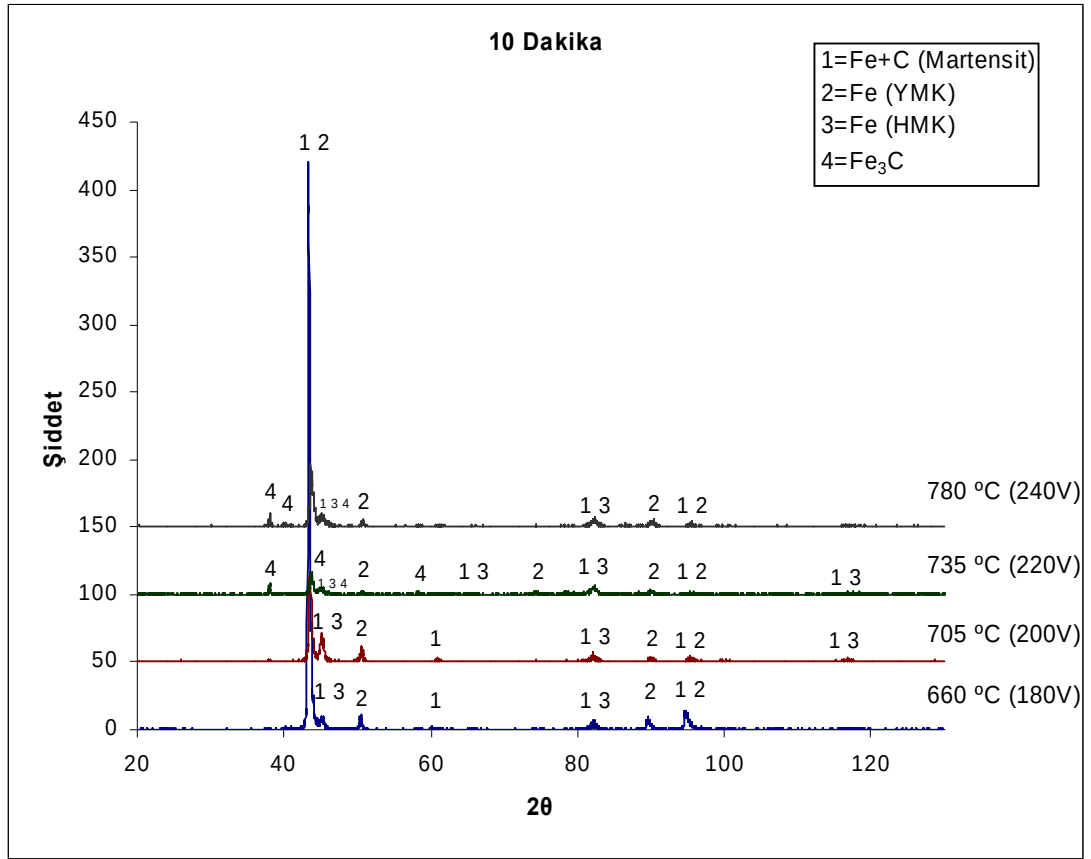
ile işlem görmüş numuneye göre martenzit pik sayısında artış olduğu gözlemlenmektedir. 30 dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 10 dk. süre ile işlem görmüş numuneye göre ostenit pik sayı ve şiddetinde artış, martenzit pik sayısında azalma gözlemlenmektedir. 820 °C’ de 10dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 5 dk. süre ile işlem görmüş numuneye göre martenzit pik şiddetlerinde artış ostenit pik şiddetinde azalma gözlemlenmektedir. 30dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 10 dk. süre ile işlem görmüş numuneye göre martenzit pik sayı ve şiddetinde azalma, ostenit pik sayı ve şiddetinde artış gözlemlenmektedir. Ayrıca FeO fazı da gözlemlenmektedir.

Şekil 7.4.’de ağırlıkça %20’lik çözeltinin 660 °C, 705 °C, 735 °C, 780 °C sıcaklıklarda 5 dk. süreyle yapılan plazma elektrolitik karbürizasyon işlemlerinin X-ışınları sonuçları gösterilmektedir. 660 °C, 735 °C, 780 °C’de işlem görmüş numunelerde ortak olarak martenzit, ostenit ve demir fazları gözlemlenmiştir. Ancak, 705 °C’ de pik seviyelerinin çok düşük olmasının yanı sıra demir, FeO ve FeC fazları gözlemlenmiştir. Ayrıca, 660 °C numunesinde bir pik de mevcut verilerle tanımlanamamıştır. 780 °C’ de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 735 °C’ de işlem görmüş numuneye göre ostenit pik şiddetinde ve pik sayısında artış gözlemlenmektedir.



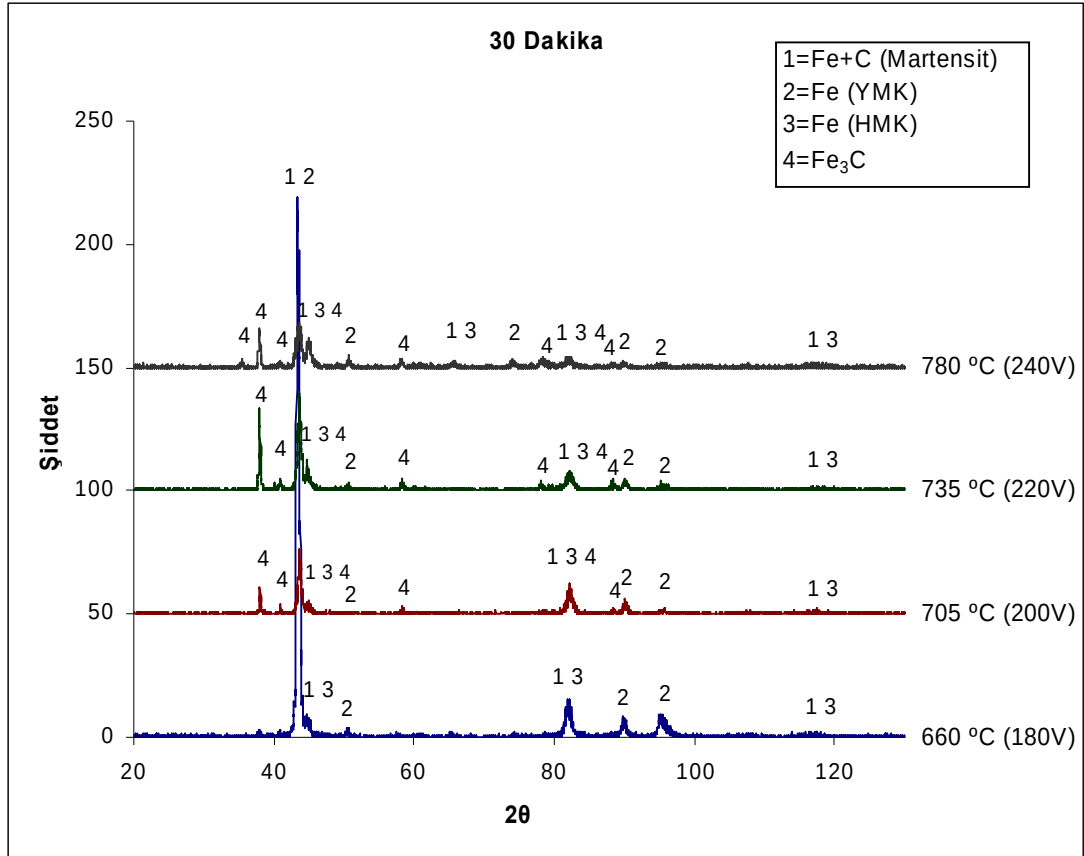
Şekil 7.4. Ağırlıkça %20 çözelti şartlarında 5 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.

Şekil 7.5.'de ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında 660 °C, 705 °C, 735 °C, 780 °C sıcaklıklarda 10 dk. süreyle yapılan plazma elektrolitik karbürizasyon işlemlerinin X-ışınları sonuçları gösterilmektedir. 660 °C, 705 °C, 735 °C, 780 °C' de işlem görmüş numunelerde ortak olarak martenzit, ostenit ve ferrit fazları gözlemlenmiştir. Ancak, 735 °C, 780 °C' lerde bu fazların yanı sıra Fe_3C fazı da gözlemlenmiştir. Fe_3C fazı karbürleme işleminin Fe-C denge diyagramının ikili faz bölgesinde ($\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$ bölgesinde) 730–1150 °C aralığında uygulanması sonucu oluşmaktadır. 735 °C' de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 705 °C' de işlem görmüş numuneye göre ostenit pik sayısında artış ve 705 °C' de işlem görmüş numuneden farklı olarak Fe_3C piki gözlemlenmektedir. 780 °C' de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 735 °C' de işlem görmüş numuneye göre ostenit pik sayısında azalma, pik şiddetinde artış gözlemlenmektedir ayrıca martenzit ve Fe_3C pik sayısında azalma gözlemlenmektedir.



Şekil 7.5. Ağırlıkça%20 çözelti şartlarında 10 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.

Şekil 7.6.'da ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında 660 °C, 705 °C, 735 °C, 780 °C sıcaklıklarda 10 dk. süreyle yapılan plazma elektrolitik karbürizasyon işlemlerinin X-ışınları sonuçları gösterilmektedir. 660 °C, 705 °C, 735 °C, 780 °C' de işlem görmüş numunelerde ortak olarak martenzit, ostenit ve demir fazları gözlemlenmiştir. Ayrıca 705°C, 735 °C, 780 °C' de işlem görmüş numunelerde Fe₃C fazı da gözlemlenmiştir. 735 °C' de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 705 °C' de işlem görmüş numuneye göre ostenit pik şiddetinde ve Fe₃C pik sayısında artış gözlemlenmektedir. 780 °C' de işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 735 °C' de işlem görmüş numuneye göre o martenzit ve Fe₃C pik sayısında artış gözlemlenmektedir.



Şekil 7.6. Ağırlıkça %20'lik çözelti şartlarında 30 dk. süre ile değişen sıcaklıklarda X-ışınları difraksiyonu.

Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında işlem görmüş numunelerin X-ışınları verilerini süre bazında kıyaslayacak olursak. 660 °C' de 10 dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 5 dk. süre ile işlem görmüş numuneye göre ostenit pik şiddetlerinde artış olduğu gözlemlenmekte ve 5 dk numunesinde eşleşmeyen pikler gözlemlenmektedir. 30 dk. süre ile işlem görmüş numunede ise 10 dk. işlem görmüş numuneye göre martenzit pik sayısı artmakta olup, martenzit ve ostenit pik şiddetleri artmaktadır. 705 °C' de 5 dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında ferrit, FeO ve FeC fazına ait pikler gözlemlenmektedir. 30 dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 10 dk. süre ile işlem görmüş numuneye göre martenzit pik sayısında azalma olduğu gözlemlenmektedir. Ayrıca, 30 dk. süre ile işlem görmüş numunede 10 dk. numunesinden farklı olarak Fe₃C fazına ait pikler gözlemlenmektedir. 735 °C' de 10dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 5 dk.

süre ile işlem görmüş numuneye göre martenzit pik sayısında artış olduğu gözlemlenmektedir. Ayrıca, 10 dk. numunesinde 5 dk. numunesinden farklı olarak Fe_3C fazına ait pikler gözlemlenmektedir. 30 dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 10 dk. süre ile işlem görmüş numuneye göre martenzit fazına ait piklerin sayı ve şiddetinde azalma, Fe_3C fazına ait piklerin sayı ve şiddetinde artış gözlemlenmektedir. 780 °C’ de 10 dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 5 dk. süre ile işlem görmüş numuneye göre ostenit fazına ait piklerin sayı ve şiddetlerinde azalma, martenzit pik şiddetinde artış gözlemlenmektedir. Ayrıca, 10 dk. numunesinde 5 dk. numunesinden farklı olarak Fe_3C fazına ait pikler gözlemlenmektedir. 30 dk. süre ile işlem görmüş numunenin X-ışınları verilerine bakıldığında 10 dk. süre ile işlem görmüş numuneye göre martenzit, ostenit, ferrit ve Fe_3C fazlarına ait piklerin sayı ve şiddetlerinde artış gözlemlenmektedir.

X-ışınları verileri mukayese edildiğinde %10’ luk çözelti ortamında elde edilen tüm fazlar % 20 lik çözelti ortamında elde edilen numunelerin X-ışınları verilerinde gözlemlenmektedir. Bunun yanı sıra %10’ luk çözelti ortamında karbürlenen numunelerin verilerinde hiçbir şartta Fe_3C fazına ait piklere rastlanılmamıştır ancak % 20’ lik çözelti ortamında %10’ luk çözeltiye göre artan ortam konsantrasyonunun etkisi ile karbürlenen numunelerin verilerinde, ikili faz bölgesi ($\alpha+\gamma$) sıcaklık aralığında (730–910 °C) işlem görmüş numunelerde Fe_3C fazına ait pikler gözlemlenmektedir.

Ostenit ve ferrit fazlarının oluşumu numunelerin elektrolit içerisinde sıcaklığın Fe-C denge diyagramının ikili faz bölgesine ($\alpha+\gamma$) karşılık gelen 730–910 °C aralığında karbürlenmesi ile açıklanabilir. Sıcaklığın ostenit (γ) tek fazının olduğu sıcaklık aralığından az olması sebebiyle ostenit fazı ile birlikte (α) fazının da olduğu X-ışını difraksiyonu yöntemi ile gözlemlenmiştir. X-ışını difraksiyonu ile belirlenen HMK demir (α) fazı pikinin karbürlenen tabakanın altındaki altlık metalden gelmiş olabileceği de söylenebilir. Karbürizasyon prosesinde yüksek karbon içeriği dolayısıyla martenzit bitiş sıcaklığı oda sıcaklığından düşük olabilir. Bu sebeple, numune oda sıcaklığına hızlı bir şekilde soğutulduğu zaman mikroyapısında martenzit yanında bir miktar ostenit (kalıntı ostenit) dönüşmemiş halde kalır. Dolayısıyla, YMK demir fazının (γ) su verme işleminde martenzite

dönüşmeden yapı içinde sıkışmış kalıntı ostenit olduğu söylenebilir. Karbürleme prosesinde karbon atomları YMK demir fazı (ostenit) içinde çözünür ve su verme işleminde HMK demir fazı (ferrit) içinde sıkışarak aşırı doymuş HMT martenzit yapıyı oluştururlar. Eğer karbürleme prosesi tamamen uygulanırsa altlık metal düşük karbon içerirken (%0.1–0.2C), yüzey en fazla %0.8 C (ötektoid kompozisyon) içerecektir. Karbon içeriğinin %0.8’den fazla olması durumunda ise, orijinal ostenit tane sınırlarında birincil sementit oluşumu gerçekleşir [Tarakçı et al.,2005].

Yüksek karbon potansiyeli aşırı kalıntı ostenit veya demir karbür oluşumuna sebep olmaktadır [ASM Handbook Vol. 4]. Fe_3C fazı ise ağırlıkça %20’lik çözelti ortamında işlem görmüş numunelerden 10 dk. 735 ve 785 °C sıcaklıklarda ve 30 dk. 705 °C, 735 °C ve 785 °C sıcaklıklarda gözlemlenmektedir. Fe_3C fazının mevcudiyeti, karbürleme işleminin Fe-C denge diyagramının (ikili faz bölgesine karşılık gelen) $\gamma+Fe_3C$ bölgesinde 730–1150 °C aralığında uygulanması açıklanabilir. Bu durum çözelti bileşiminin %20’ye artırılması ile çözeltide karbon konsantrasyonunun artması, dolayısı ile atlığa difüze olan karbon oranının artışı ile $\gamma+Fe_3C$ ikili faz bölgesine girilme ile açıklanabilmektedir. Bu aralıkta gerçekleştirilen karbürizasyon işlemi sonucunda ise karbonca zengin ostenit ve Fe_3C fazı meydana gelmektedir. Karbürleme işleminden sonra numunenin hızla oda sıcaklığına soğutulması ile X-ışınları verilerinden gözlemlendiği gibi martenzit, Fe_3C , ostenit ve (α) demir fazları elde edildiği öngörülmektedir. Ağırlıkça % 10’luk çözelti ortamında ise $\gamma+Fe_3C$ faz bölgesine girilecek kadar karbon potansiyelinin sıvıda mevcudiyeti söz konusu olmadığından dolayı hiçbir şartta bu fazın gözlemlenemediği düşünülmektedir. Ancak martenzit ve ostenit fazları kaplamada hakim fazları oluşturmaktadır.

Düşük voltaj değerleri, iyonların aktif yüzeye doğru daha düşük hızlarda veya kinetik enerjilerde hareketine sebep olmaktadır [Amritendu,2006]. Bu durum düşük voltaj değerlerinde kaplamanın oluşmama nedenini açıklamaktadır ve oksit oluşumu da bu sebebin yanı sıra yine aynı araştırmada değinildiği üzere sulu ortamda oda sıcaklığına soğutma ile numunenin oksitlenmesi sonucu ile ilişkilendirilebilir.

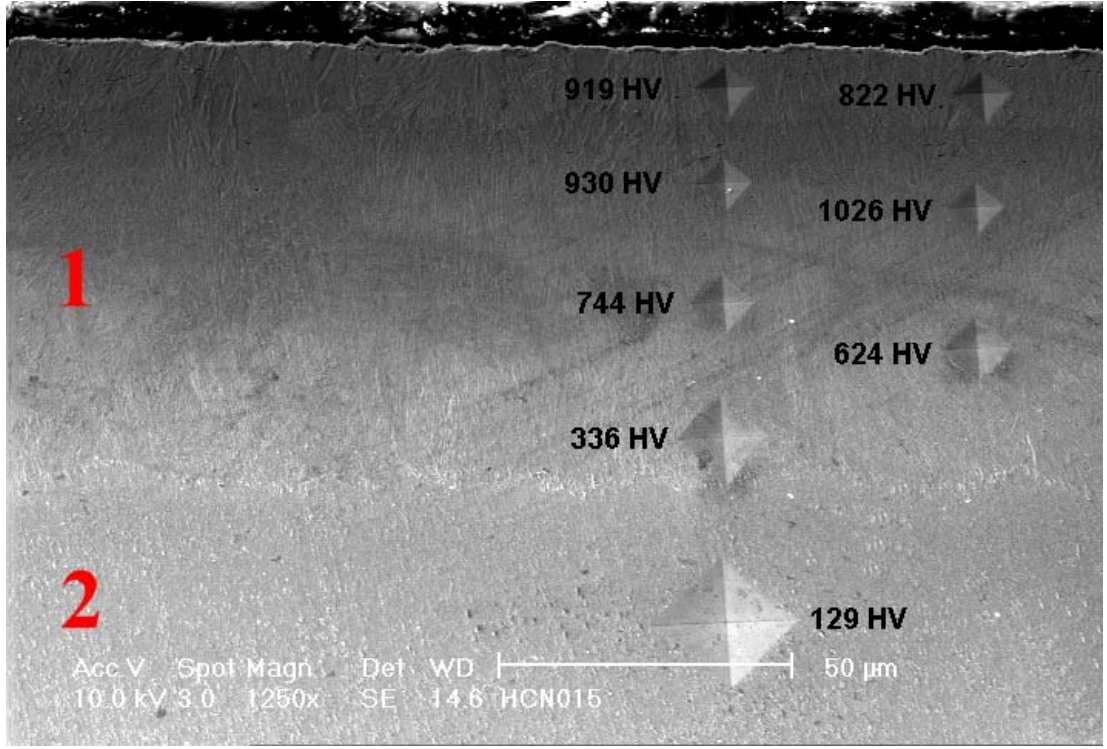
7.2. Sertlik ve Tabaka Kalınlığı Ölçümleri

Karbürlenen numunenin kesit yüzeyinden itibaren belirli bir derinliğe kadar, tabaka kalınlığına bağlı olarak 50 veya 20 gr yük altında sertlik ölçümleri yapılarak karbürize edilmiş tabakanın ve altlığın sertliği tespit edilmiştir. Numune kesit yüzeyinden altlığa doğru sertlik ölçümleri gerçekleştirildi. Sertlik değişimlerini gösteren SEM fotoğraflarında “1” ile belirtilen kısım kaplamayı, “2” ile belirtilen kısım ise altlık malzemeyi göstermektedir.

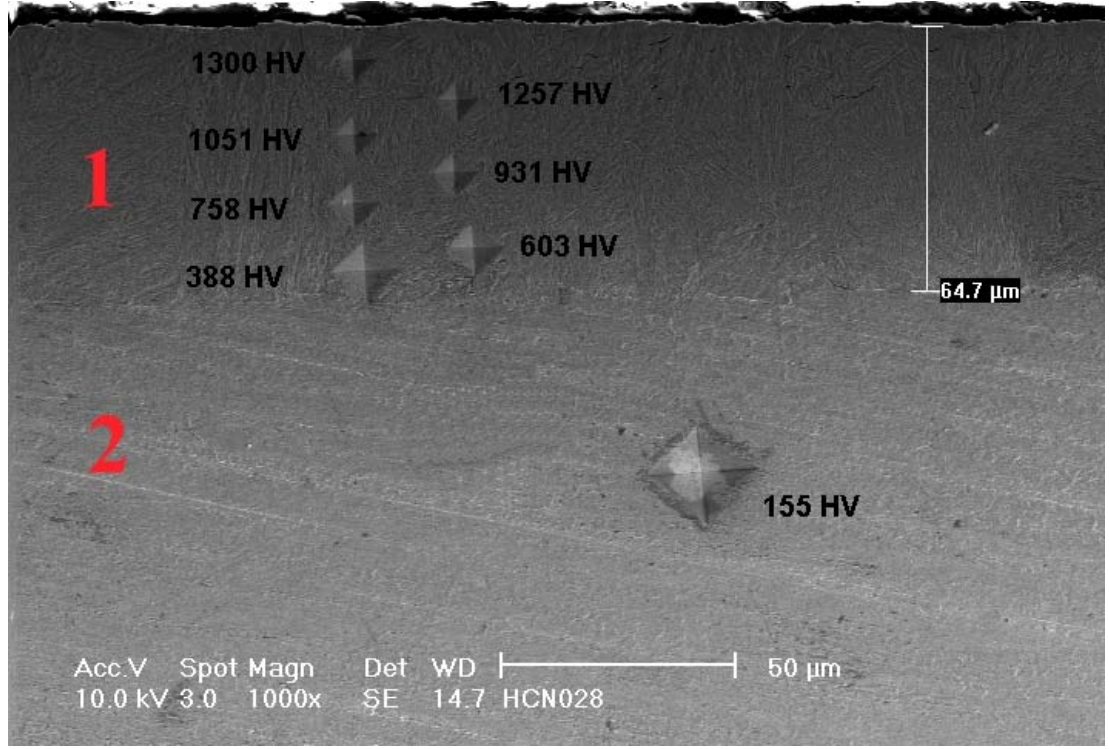
Şekil 7.7. ile 7.9 arasındaki resimler ağ %10’ luk çözelti ortamında karbürlenmiş saf demirin yüzeyden içeriye altlığa doğru sertlik izlerinin SEM görüntülerini göstermektedir. 710 °C’ de 5 dk işlem görmüş numunede oksitlenme gözlemlenmiş ve 10 dk işlem görmüş numunede ise kaplama oluşumuna SEM mikroskop analizinde rastlanılmıştır. 5 dk. işlem gören numunelerde en yüksek sertlik (1024 HV) ve en yüksek kalınlık ($82,27 \pm 3,7 \mu\text{m}$) değerine en yüksek deney sıcaklığı olan 820°C’ de rastlanmıştır. 10 dk işlem görmüş numunelerde, en yüksek sertlik değerine (1051 HV) 785°C’ de rastlanmıştır ve kalınlık 5 dk numunelere göre artan sıcaklıklar karşısında artmış, en yüksek kalınlık değeri ($121,23 \pm 2,6 \mu\text{m}$) yine 820°C’ de elde edilmiştir. 30 dk. işlem görmüş numunelerde ise tüm deney sıcaklıklarında (bkz. Tablo 6.1.) kaplama gözlemlenmektedir. En yüksek kalınlık değeri ($344,96 \pm 23,2 \mu\text{m}$) 820°C’ de yani en yüksek deney sıcaklığında elde edilmiştir. En yüksek sertlik değeri (1085 HV) ise 30 dk. 785°C’ de elde edilen kaplamanın orta kısımlarında gözlemlenmiştir. Ancak bu kaplamanın kalınlığı 820°C’ de elde edilen kaplamadan daha düşüktür. 785°C’ de sertliğin artması ve kaplama kalınlığının düşük olmasının sebebi kaplama ortasına difüze olan karbonun daha içerilere difüzyonu 820°C’ den daha yavaş olmasıdır. Dolayısıyla ostenit fazı içerisinde karbon oranı kaplama ortalarında daha yüksek olduğundan dolayı en yüksek martenzit sertliği bu bölgede elde edilir. X-ışınları verilerinden de gözlemleneceği gibi 5 dk. işlem görmüş numunelerden 750°C’ de işlem görmüş numunede ostenit (YMK) pikinin şiddeti 785°C azalmakta ve 820°C’ de ise ostenit pik sayısı azalmaktadır bununla birlikte martenzit pik sayısı artmaktadır. Dolayısı ile ostenit pik şiddetinin azalması ve martenzit piklerinin artışı mevcut kaplamanın sertliğinde artışına yol açmaktadır (bkz. Şekil 7.1.). 10 dk. işlem görmüş

numunelerde ise 750°C’ de işlem görmüş numunede ferrit piki şiddeti diğer şartlara göre daha yüksektir dolayısı ile sertlik, daha yüksek sıcaklıklarda işlem gören numunelere göre daha düşüktür. Ancak artan sıcaklık ile mevcut kaplamaların X-ışınları verilerinde gözlemleneceği gibi martenzit ve ostenit fazlarına ait piklerde artmaktadır dolayısıyla martenzitten dolayı sertlikte yükselmelerle birlikte ostenitten kaynaklanan düşüşlerde mevcuttur (bkz. Şekil 7.2.). 30 dk. süre ile işlem görmüş numunede ise 710°C de FeC fazı tespit edilmektedir. Karbürün varlığının mevcut sıcaklıkta kaplama sertliğini artırdığı düşünülmektedir. 750°C’ de ise martenzit fazının etkisi ile sertliğin arttığı gözlemlenmektedir. Ancak 785°C’ de ise 750°C’ ye göre ostenit pik şiddetleri ve pik sayıları artmaktadır ve sertlik bu sıcaklıkta işlem görmüş numunede bir miktar düşmektedir. 820°C’ de işlem görmüş numunede ise ostenit pik şiddetleri azalmakta ancak martenzit pik sayısı artmaktadır fakat oksit oluşumu da gözlemlenmektedir ve sertlik düşüş göstermektedir (bkz. Şekil 7.3.).

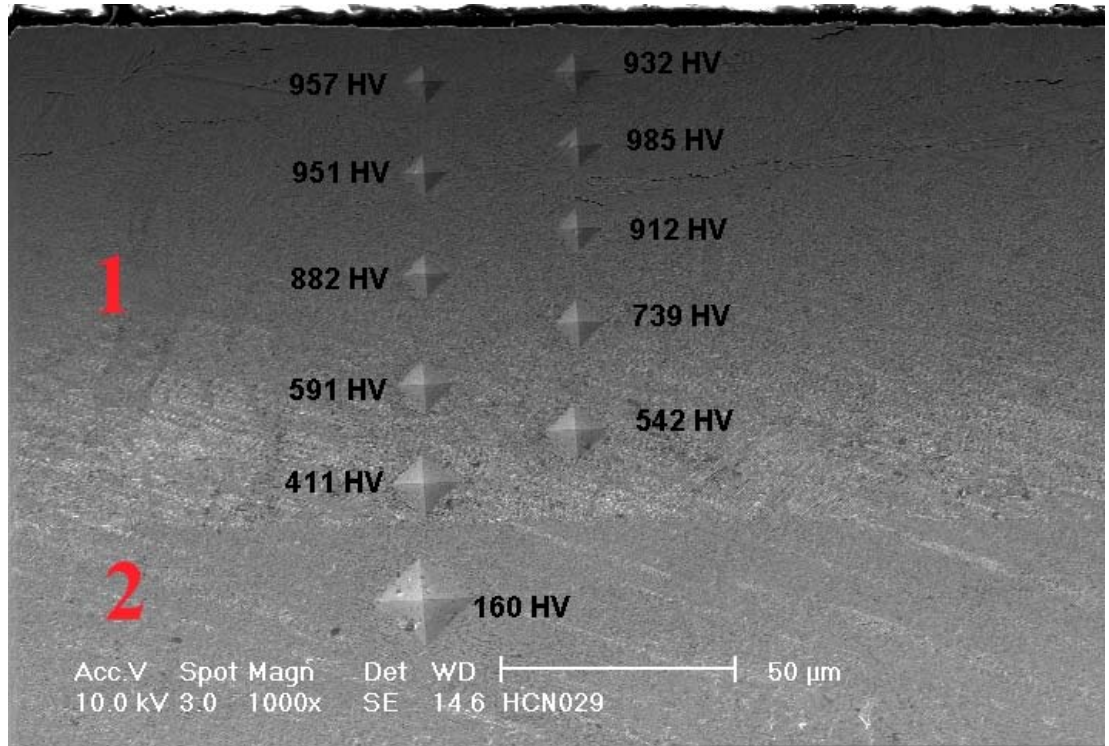
Kaplama sertliği, dış kısım sertliğinin orta kısımlara doğru artışı ve en yüksek sertlik değerlerine ulaştıktan sonra altlığa doğru düşüşü şeklindedir. Bunun temel sebebi olarak kaplamada mevcut fazların homojen olarak dağılmamış olması ön görülmektedir. Ancak bazı durumlarda kaplamanın dış kısmının en yüksek sertlik değerlerini aldığı ve altlığa doğru sürekli düşüş gösterdiği de gözlemlenmektedir (bkz. Şekil 7.8.(a)).



Şekil 7.7. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 5 dk. 820°C'de işlem gören numunenin sertlik değişimi.

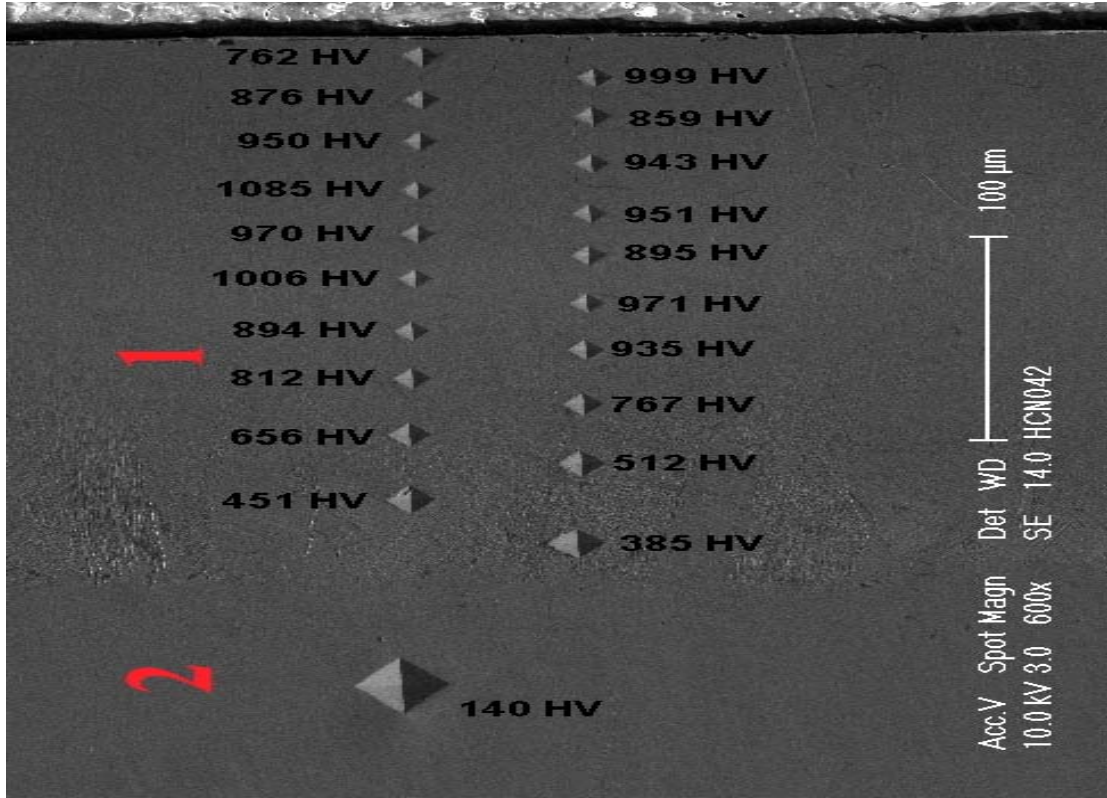


(a)

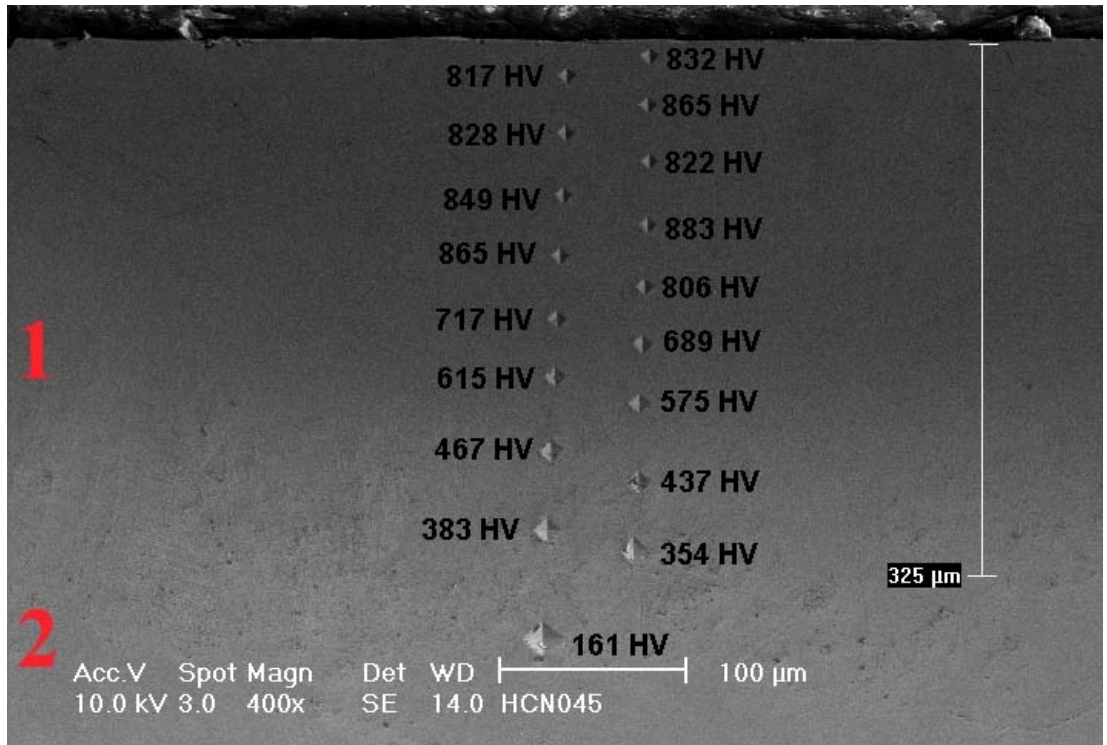


(b)

Şekil 7.8. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 10 dk işlem görmüş numunelerden (a) 785°C' de ve (b) 820°C' de işlem görmüş numunelerin sertlik değişimi.



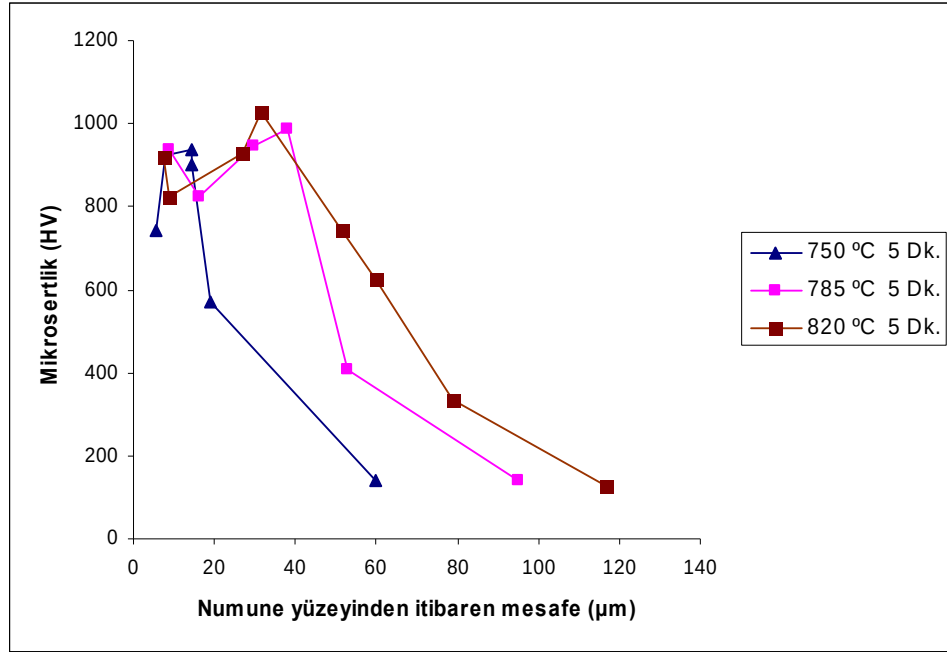
(a)



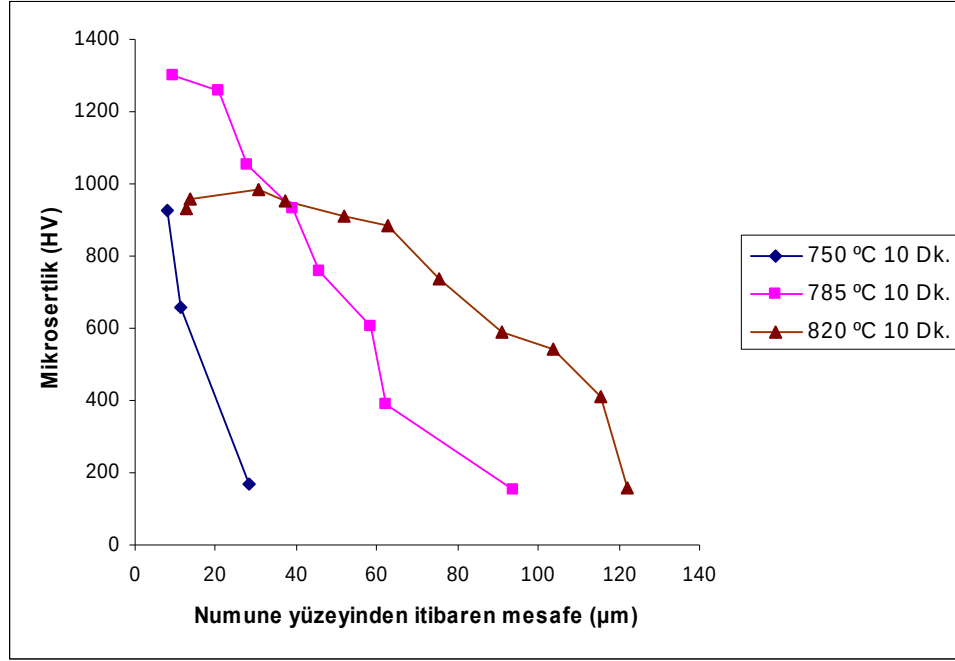
(b)

Şekil 7.9. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 30 dk işlem görmüş numunelerden (a) 785°C'de ve (b) 820°C'de işlem görmüş numunelerin sertlik değişimi.

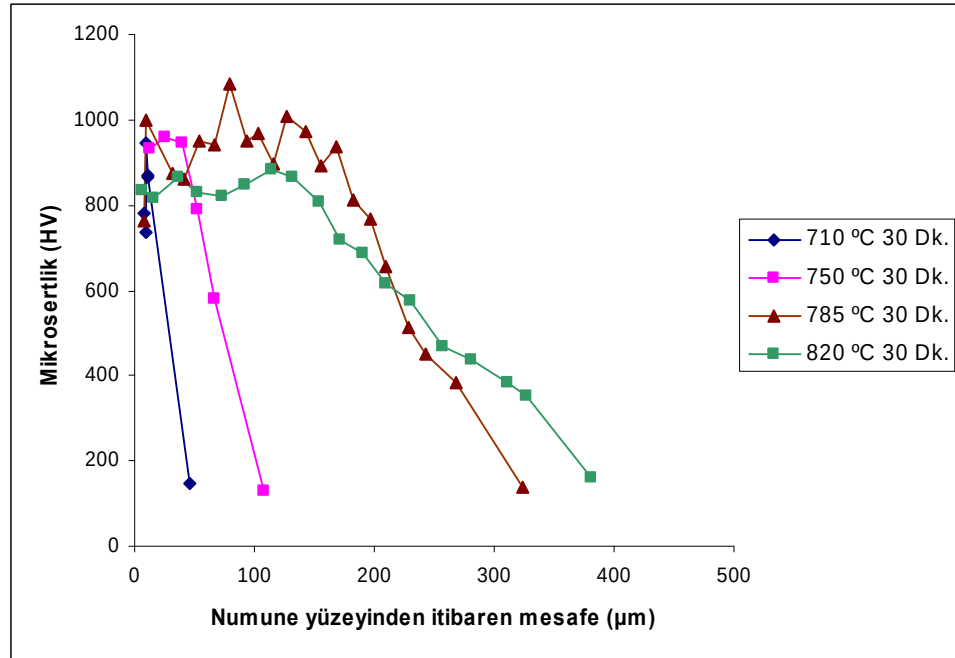
Şekil 7.10 ile 7.12. arasındaki şekiller ağırlıkça %10'luk çözelti ortamında plazma elektrolitik karbürlenmiş numunelerin yüzeyinden saf demire doğru sertlik değişimlerini göstermektedir. Karbürlenmiş numunelerin ortalama sertlikleri 898 HV ile 974 HV aralığında iken altlığın sertliği yaklaşık 190 HV dolaylarındadır. Karbürlenmiş yüzeyde sertlik artışının sebebi x-ışınları ile belirlenen martenzit fazının varlığıdır.



Şekil 7.10. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 5 dakika süreyle 750 °C, 785 °C, 820°C sıcaklıklarda karbürlenmiş numunelerin yüzeyinden altlığa doğru sertlik değişimini göstermektedir.

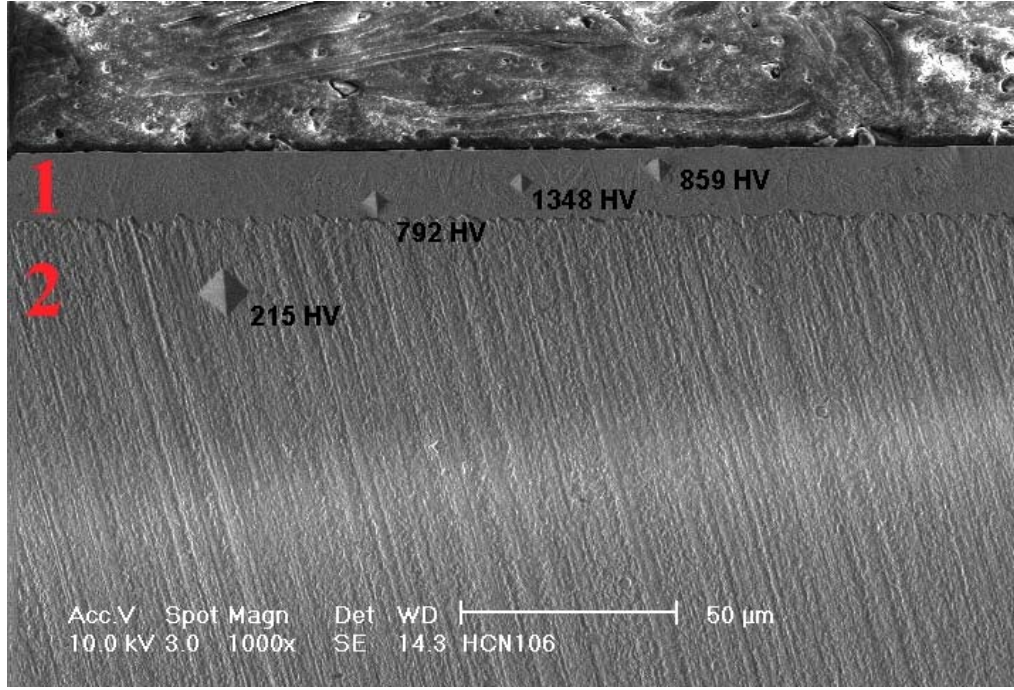


Şekil 7.11. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 10 dakika süreyle 750 °C, 785 °C, 820°C sıcaklıklarda karbürleşmiş numunelerin yüzeyinden altlığa doğru sertlik değişimini göstermektedir.

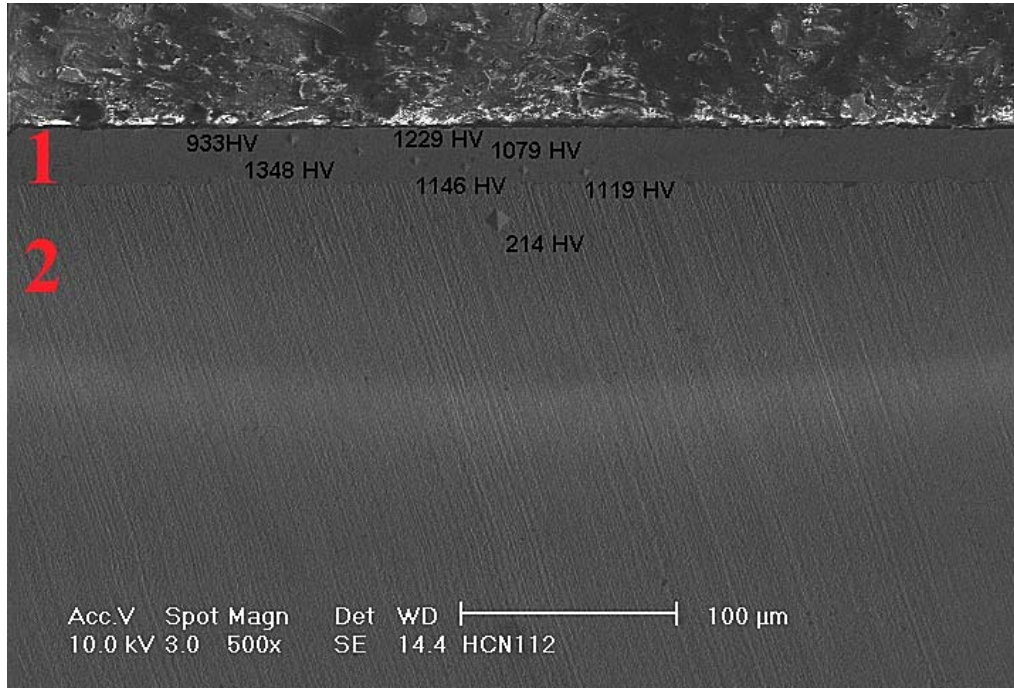


Şekil 7.12. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 30 dakika süreyle 710°C, 750 °C, 785 °C, 820°C sıcaklıklarda karbürleşmiş numunelerin yüzeyinden altlığa doğru sertlik değişimini.

Şekil 7.13. ile 7.15 arasındaki resimler ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında karbürleşmiş saf demirin yüzeyden içeriye alınga doğru sertlik deneyinin SEM görüntülerini göstermektedir. 660 °C 5 dk. ve 10 dk. numunesinde martenzit fazı gözlemlenmesine rağmen kesit yüzeyden bakıldığında her hangi bir kaplama oluşumu gözlemlenmemiştir. 5 dk işlem görmüş diğer numunelerde ise en yüksek sertlik değerleri (1348 HV) X-ışınları verilerinden de gözlemleneceği gibi 705 °C'de martenzit fazının yanı sıra FeC fazının mevcudiyetinden ve 735 °C numunesinde martenzit piklerinden kaynaklanmaktadır (bkz. Şekil 7.4.). 780 °C' de 10 dk işlem görmüş numune ise 10 dk işlem gören numuneler arasında en yüksek sertlik değerine sahiptir bunun sebebi X-ışınları verilerinden gözlemleneceği üzere mevcut martenzitin dışında ayrıca Fe₃C fazının mevcudiyetidir (bkz. Şekil 7.5.) 30 dk işlem görmüş numunelerin tamamında kaplama oluşumu gözlemlenmektedir. 30 dk. sürede yapılan kaplamalar arasında en yüksek sertlik (1251 HV) 660 °C' işlem görmüş numunede en yüksek kalınlık değeri (115,157±5,7 µm) ise 780 °C' de işlem görmüş numunede gözlemlenmiştir. Sertliğin 660 °C' de yüksek olması difüze olan karbonun 780 °C' de difüze olan karbona oranla daha derinlere difüze olacak sıcaklığa sahip olamaması ve dolayısı ile yüzeyde ince ancak sert bir tabaka oluşumu gözlemlenir.

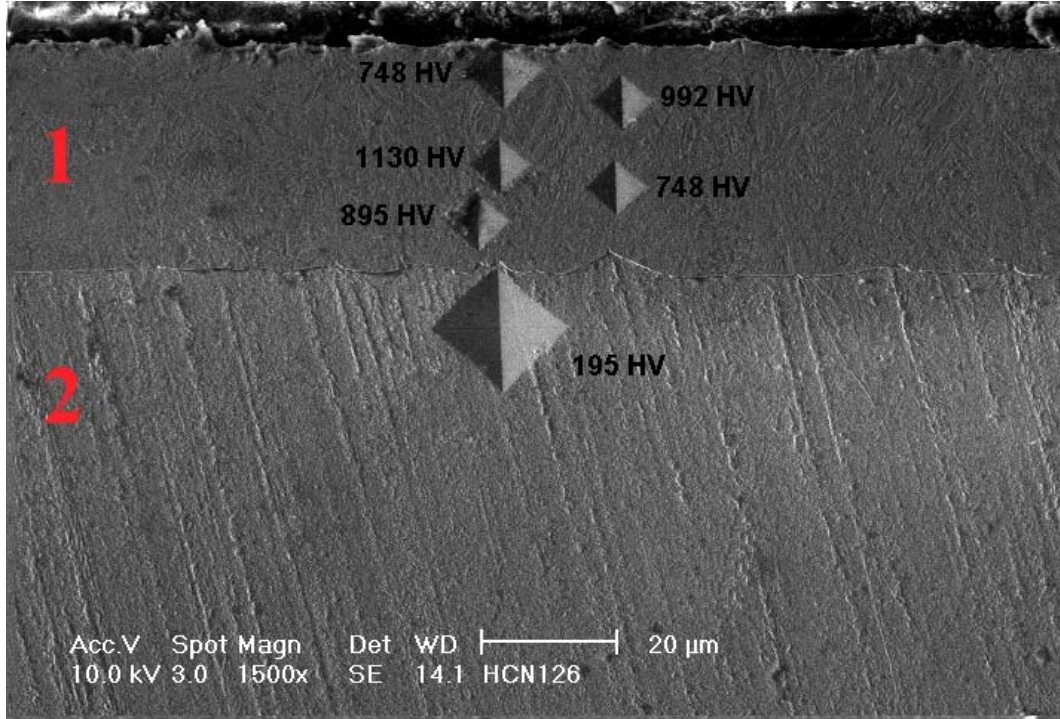


(a)

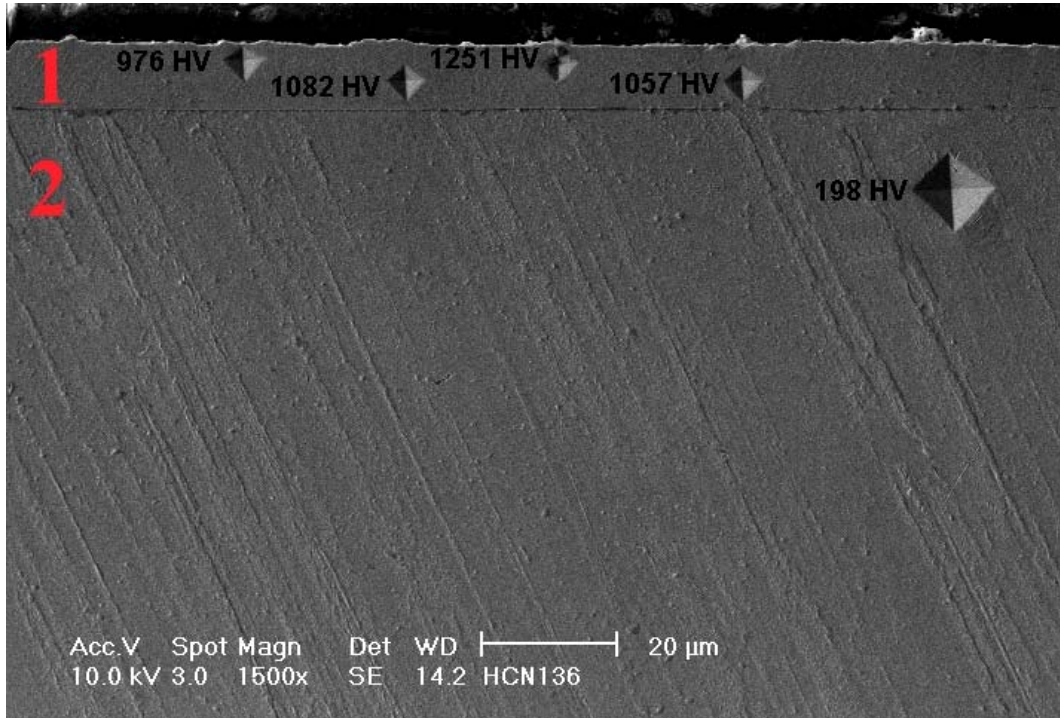


(b)

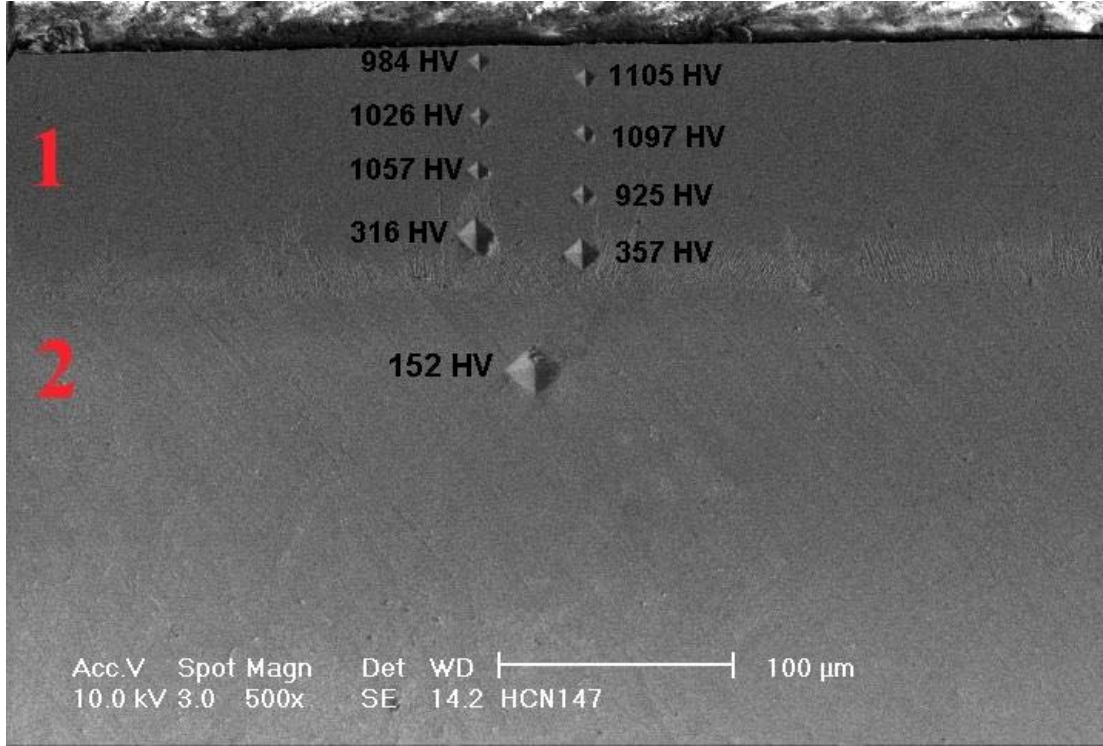
Şekil 7.13. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 5 dk. süreyle (a) 705 °C ve (b) 735 °C'de işlem görmüş numunelerin serlik değişimleri.



Şekil 7.14. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 10 dk. süreyle 705 °C' de işlem görmüş numunenin sertlik değişimi.

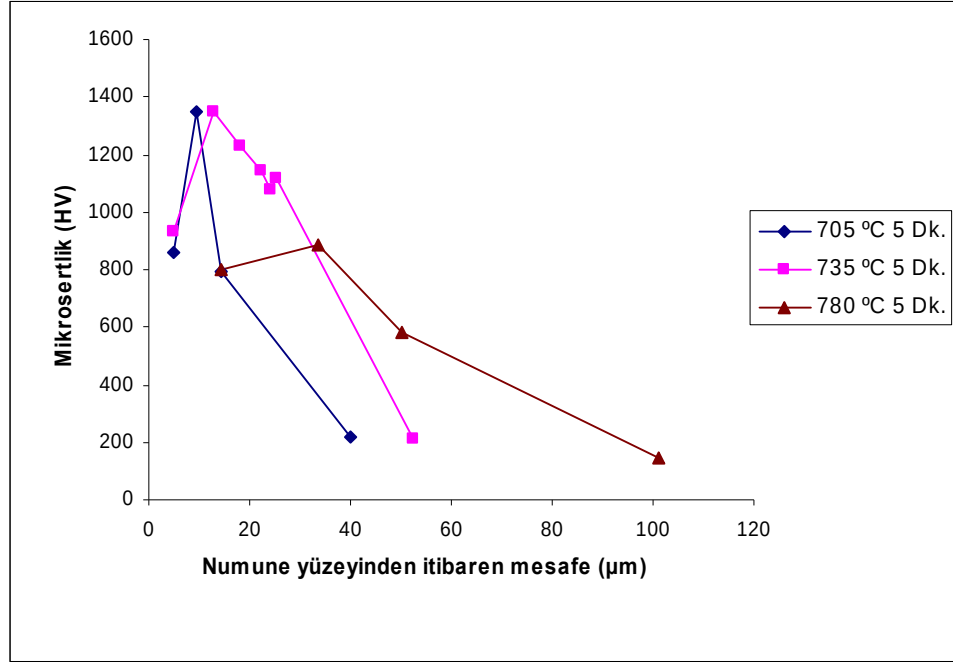


Şekil 7.15. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 30 dk. süreyle 660 °C'de işlem görmüş numunenin sertlik değişimi.

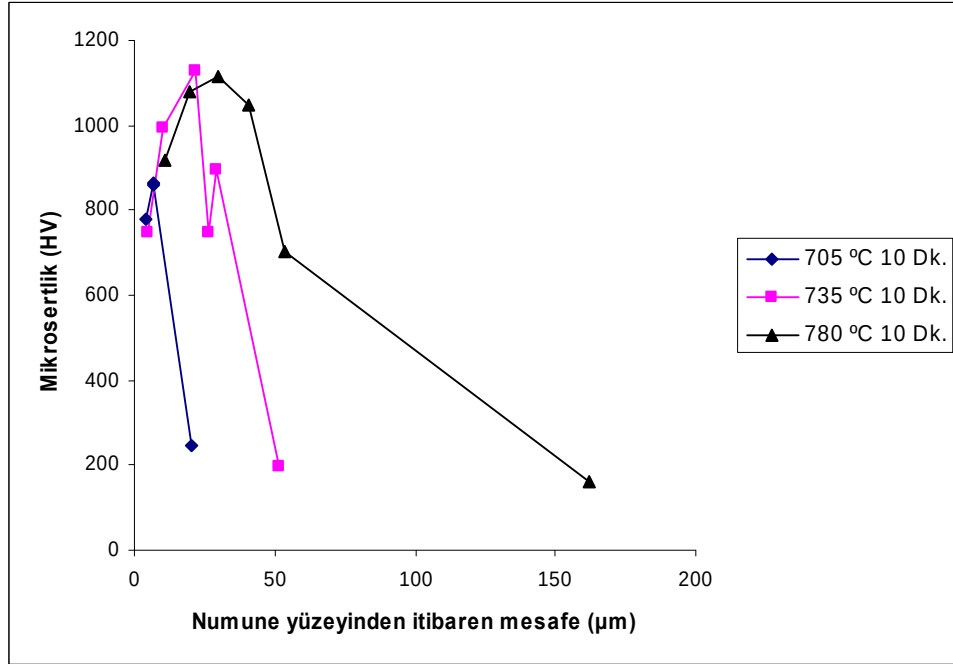


Şekil 7.16. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 30 dk. süreyle 780 °C'de işlem görmüş numunenin sertlik değişimi.

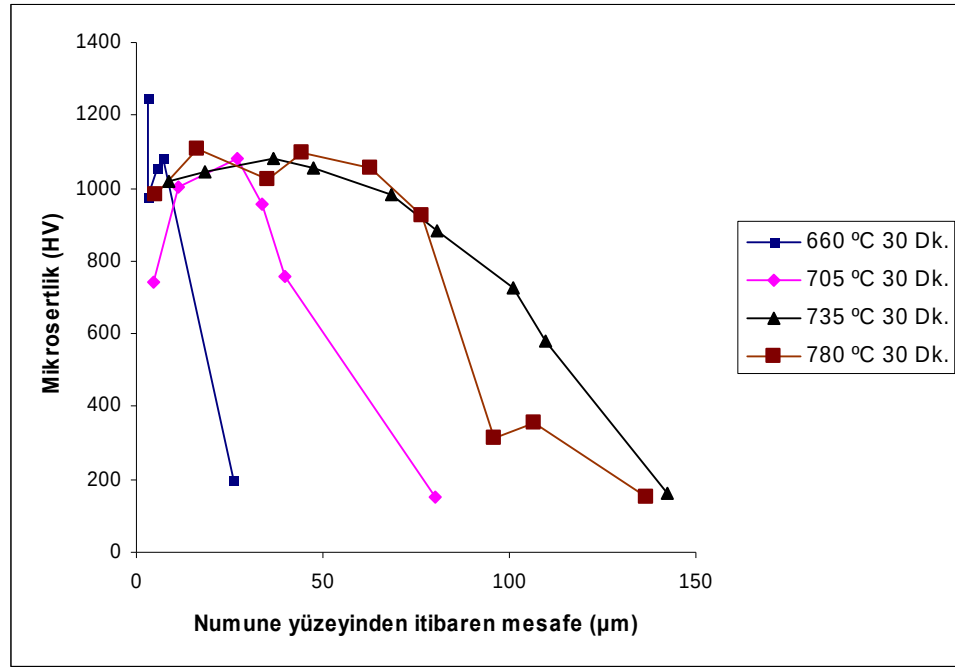
Şekil 7.17 ile 7.19. arasındaki şekiller ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında plazma elektrolitik karbürlenmiş numunelerin yüzeyinden saf demire doğru sertlik değişimlerini göstermektedir. Karbürlenmiş numunelerin sertliklerinin altlık numuneden çok daha yüksektir. Sertlik değerleri kaplama ortalarında en yüksek değerine ulaşmakta ve genel olarak kaplama yüzeyinden altlığa doğru düşüş göstermektedir. Karbürlenmiş yüzeyde sertlik artışının sebebi X-ışınları ile belirlenen martenzit ve Fe_3C fazlarıdır. Bu sonuç daha evvel Tarakçı ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmalarda buldukları sonuçlarla uyumludur [Tarakçı et al, 2005]. Yüzeyde sertliğin düşük olmasının sebebi ise karbon potansiyelinin artması ile (Mf) martenzit bitiş sıcaklığının düşmesi ve yüzeyde oluşan kalıntı ostenit oranının yüksek olmasından kaynaklanmaktadır (bkz. Şekil 2.6.).



Şekil 7.17. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 5 dakika süreyle 705°C, 735 °C, 780 °C sıcaklıklarda karbürlenmiş numunelerin yüzeyinden altlığa doğru sertlik değişimi.



Şekil 7.18. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 10 dakika süreyle 705°C, 735 °C, 780 °C sıcaklıklarda karbürlenmiş numunelerin yüzeyinden altlığa doğru sertlik değişimi.



Şekil 7.19. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 30 dakika süreyle 705°C, 705°C, 735 °C, 780 °C sıcaklıklarda karbürleşmiş numunelerin yüzeyinden altlığa doğru sertlik değişimi.

Ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında işlem görmüş numunelerde gözlemlenen sertlik değerleri (758 HV – 1142 HV) %10'luk ortamda işlem görmüş numunelerin sertlik değerlerinden (772 HV – 898 HV) daha yüksektir. Bunun başlıca sebebi daha öncede bahsedildiği gibi yapıda ostenit demiri içerisinde karbon oranının artması dolayısıyla martenzit sertliğinin karbon oranının artması ile artışı (bkz. Şekil 2.5.) ve %0,8 karbon oranının aşılması ile Fe_3C fazının gözlemlenmesidir.

Tablo 7.1. ve Tablo 7.2. elde edilen tabakaların süre ve sıcaklığa göre sertlik değişimini göstermektedir. Sertlik değerleri kaplama kesit yüzeyinden altlığa doğru alınarak ölçüm yapılmıştır. Ağırlıkça %10' luk etanolamin çözeltisinde 710 °C' de 5dk. ve 10 dk. süreyle işlem görmüş numunelerde kaplama oluşmamakta ancak 30 dk. numunesinde oluşan kaplamadan sertlik değeri alınabilmektedir. 750 °C' de ortalama kaplama sertliği sürenin artması ile önce düşmekte sonradan artmaktadır. 785 °C ve 820 °C' de ise ortalama kaplama sertliği sürenin artması ile önce artmakta sonra düşmektedir. Ağırlıkça %20' lik etanolamin çözeltisinde işlem görmüş numunelerden 660 °C' 5dk. ve 10 dk. numunelerinde kaplama oluşmamakta ancak 30 dk. numunesinde oluşan kaplamadan sertlik değeri alınabilmektedir. 705 °C ve

735 °C’de ortalama kaplama sertliđi sürenin artması ile önce azalmakta sonra artmaktadır. 780 °C’de ortalama kaplama sertliđi sürenin artması ile önce artmakta sonra azalmaktadır. Kaplamadan altlıđa doğru sertliđin düşüşü karbon konsantrasyonunun, difüzyonun etkisi ile altlıđa doğru düşmesinden kaynaklanmaktadır (bkz. Şekil 2.5).

Tablo 7.1. Ağırlıkça %10’luk çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürlenmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbürize tabakanın karbürizasyon sürelerine göre ortalama tabaka sertlikleri.

SICAKLIK	KAPLAMA SÜRESİ (Dakika)		
	5	10	30
710 °C	Kaplama Yok	Kaplama Yok	838 HV±82,5
750 °C	816 HV±157,3	791 HV±189,5	840 HV±161,2
785 °C	820 HV±237,7	898 HV±337,1	833 HV±193,3
820°C	772 HV±233,2	790 HV±206,2	694 HV±185,4

Tablo 7.2. Ağırlıkça %20’lik çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürlenmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbürize tabakanın karbürizasyon sürelerine göre ortalama tabaka sertlikleri.

SICAKLIK	KAPLAMA SÜRESİ (Dakika)		
	5	10	30
660 °C	Kaplama Yok	Kaplama Yok	1091 HV±115,6
705 °C	1000 HV±303,5	834 HV±49,7	909 HV±151,6
735 °C	1142 HV±140,1	902 HV±164	922 HV±181,3
780 °C	758 HV±157	974 HV±168	858 HV±327,6

7.3. Kaplama Kalınlıklarının İncelenmesi

Metalografik çalışmalar sonucunda tüm ortam koşulları, tüm zaman ve sıcaklıklarda elde edilen kaplamaların düzgün bir morfolojiye sahip oldukları gözlemlenmektedir.

Karbürlenen tabakanın kalınlığı karbürleme zamanına, karbürlenecek malzemenin kimyasal kompozisyonuna, proses sıcaklığına ve prosesin gaz, sıvı veya kutu ortamda yapılmasına bağlı olarak değişir [Tarakçı, et al, 2005]. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında işlem görmüş numunelerin karbürlenmiş tabakalarının proses zamanına bağlı olarak kalınlık değerleri Tablo 7.3. de ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında işlem görmüş numunelerin karbürlenmiş tabakalarının proses zamanına bağlı olarak kalınlık değerleri Tablo 7.4. de verilmiştir.

Tablo 7.3. Ağırlıkça %10'luk çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürlenmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbür tabakasının karbürizasyon sürelerine göre ortalama tabaka kalınlıkları.

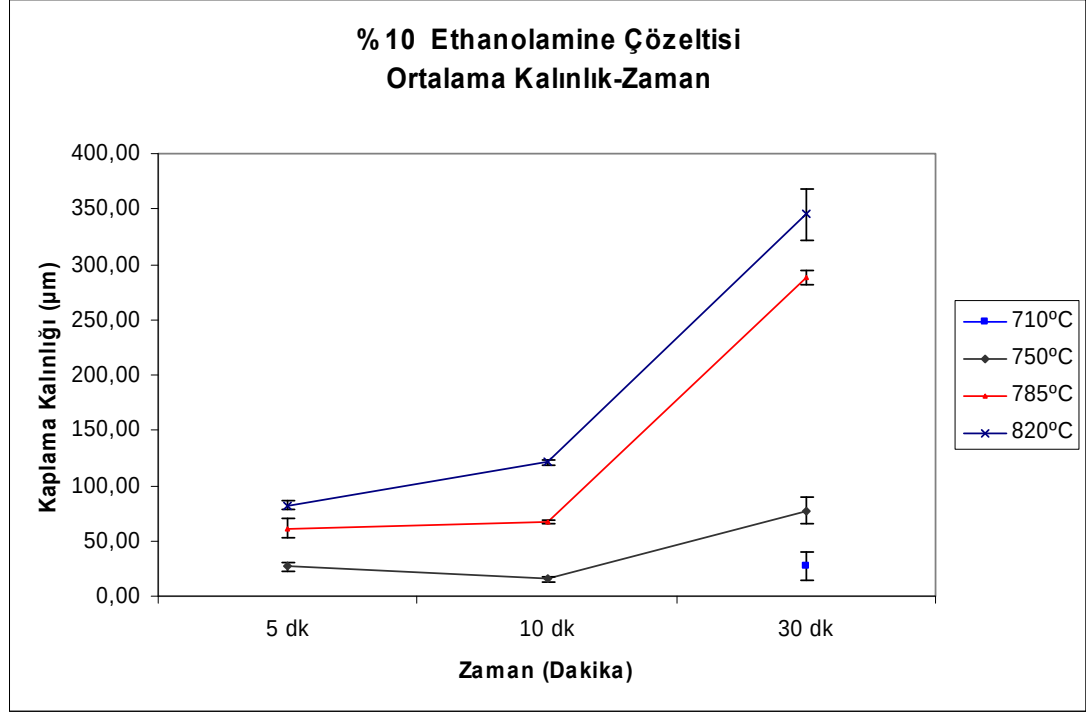
SICAKLIK	KAPLAMA SÜRESİ (Dakika)		
	5	10	30
710 °C	Kaplama Yok	Kaplama Yok	27,17 ± 13,2
750 °C	26,43 ± 3,3	15,44 ± 2,2	77,37 ± 11,6
785 °C	61,53 ± 8,8	67,73 ± 1,5	287,46 ± 6,3
820°C	82,27 ± 3,7	121,23 ± 2,6	344,96 ± 23,2

Tablo 7.4. Ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürlenmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbür tabakasının karbürizasyon sürelerine göre ortalama tabaka kalınlıkları.

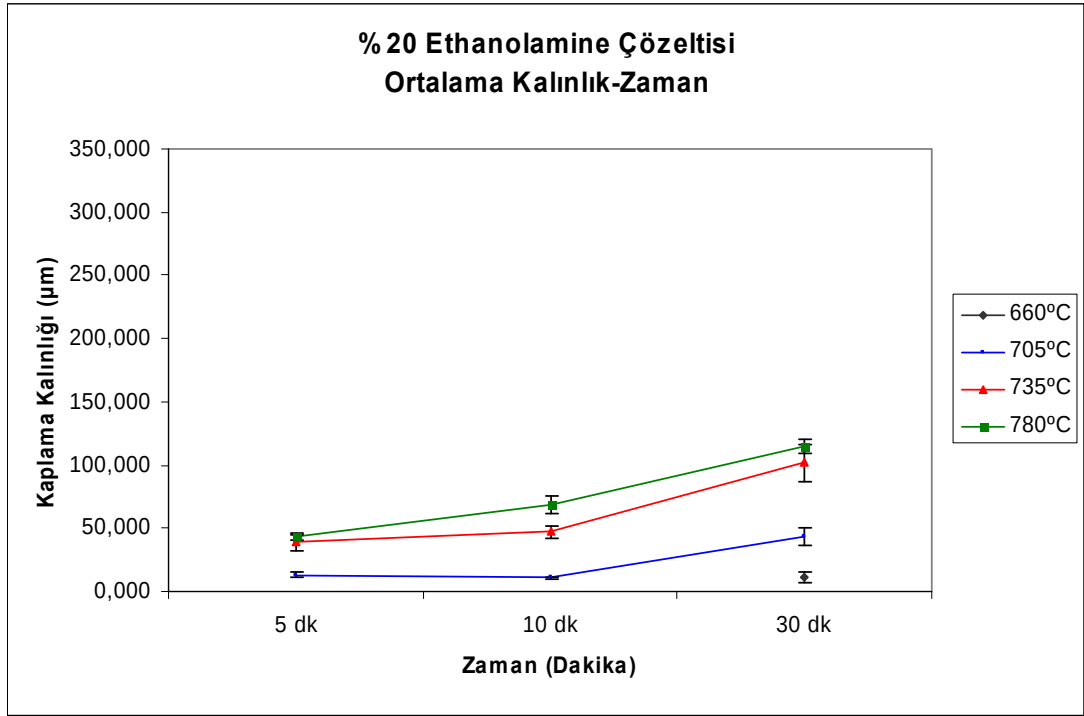
SICAKLIK	KAPLAMA SÜRESİ (Dakika)		
	5	10	30
660 °C	Kaplama Yok	Kaplama Yok	11,078 ± 3,7
705 °C	12,899 ± 2,2	10,684 ± 1,2	43,253 ± 6,9
735 °C	39,304 ± 7,2	47,115 ± 5,0	101,615 ± 15,1
780 °C	42,9 ± 2,3	68,474 ± 6,6	115,157 ± 5,7

Şekil 7.20. Ağırlıkça %10' luk ve Şekil 7.21. ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında karbürlenmiş numunelerin değişen süre ve sıcaklıklar ile ortalama tabaka

kalınlıklarını vermektedir. Karbür tabakasının kalınlığına sıcaklık ve sürenin etkisi karbürizasyon kinetiğinden farklı bir şekilde sürenin artışı ile hızlı bir şekilde artmaktadır.



Şekil 7.20. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında karbürlenmiş numunelerin değişen süre ve sıcaklıklar ile ortalama tabaka kalınlıkları.



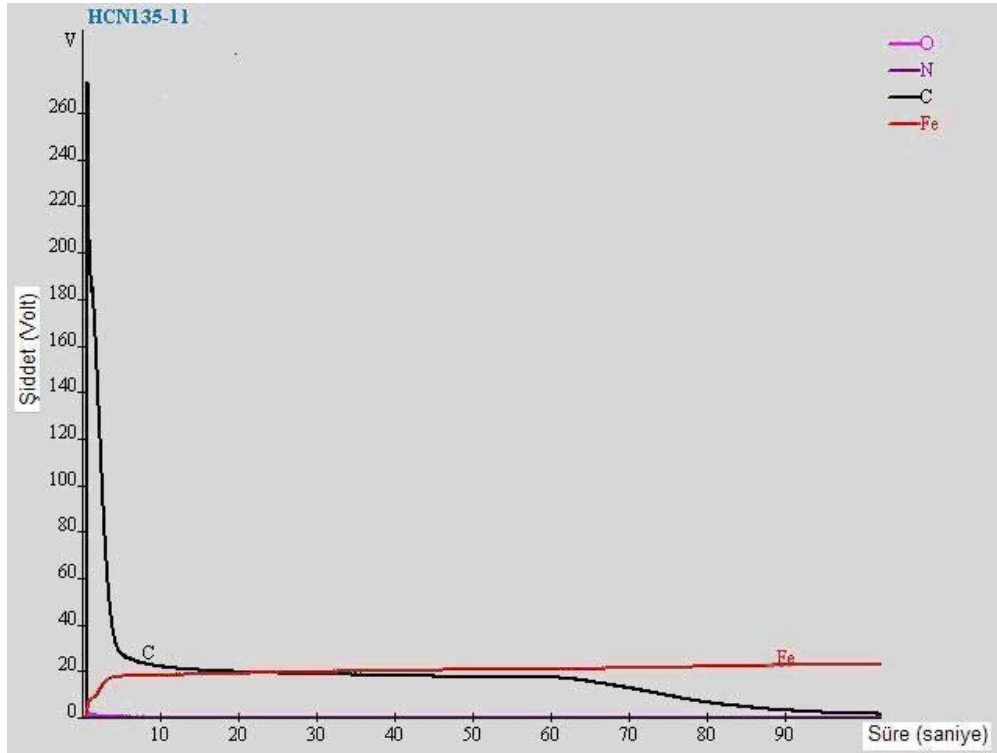
Şekil 7.21. Ağırlıkça %20’lik çözelti ortamında karbürlenmiş numunelerin değişen süre ve sıcaklıklar ile ortalama tabaka kalınlıkları.

7.4. Karbürlenen Malzemenin Yüzey Kompozisyonu ve Kompozisyonun Yüzeyden İçeriye Doğru Değişimi

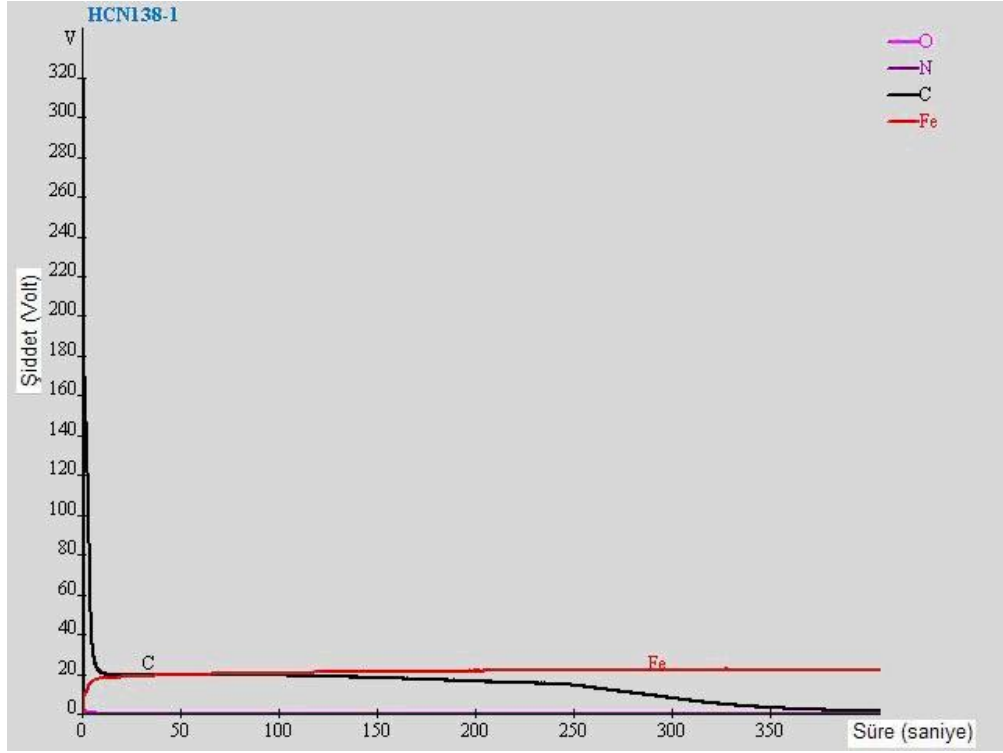
Bu çalışmada öncelikle karbonun tabaka derinliğinin analizinin yanı sıra deney sisteminde etanolamin ve amonyum klorid gibi C/N biçiminde bileşikler oluşturan elektrolit kullanılmasına rağmen, hem karbon hem de azotun yayılım durumu incelendi ve azotun yayılım durumunun olmadığı gözlemlendi. Bu durum Radio Frequency Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy (RF GD-OES) elementsel analizi ile Şekil 7.22. de gösterilerek ispatlandı. Şekil 7.22.’de karbon ve diğer elementlerin göreceli konsantrasyon profilleri gösterilmiştir. Kaplanan tabaka içerisindeki ana elementler karbon ve demir, ikincil elementler oksijen ve azottur. Ancak ikincil elementlerin seviyeleri oldukça düşüktür. Karbon konsantrasyonu zaman veya mesafe ile yüzeyden içeriye doğru azalmakta, demir profili ise artmaktadır. Bu sonuç beklendiği üzere mikro sertlik testi ile doğrulanmıştır. Karbon konsantrasyonu yüzeyde yüksek olmalı ve mesafe ile azalmalıdır. Azotun şiddeti

karbon ile karşılaştırıldığında oldukça düşüktür. Sonuç olarak bu çalışmanın saf demirin karbürizasyonu prosesi olduğu doğrulanır.

Şekil 7.22. (a) ile (b) birbirilerine göre kıyaslandığında artan işlem sıcaklığının karbon difüzyon derinliğini nasıl artırdığı açık bir şekilde gösterilmektedir. Ayrıca tüm şartlarda karbon konsantrasyonunun içeriye doğru azaldığı gözlemlenmekte ve “süre” ekseninin mevcut kaplamanın derinliği hakkında bize bilgi verdiği gözlemlenmektedir. 30 dk süre ile 660 °C’ de işlem görmüş numunenin kaplama kalınlığı $(11,078 \pm 3,7)$ 30 dk. süre ile 705 °C ’de işlem görmüş numunede $(43,253 \pm 6,9)$ yaklaşık olarak dört katına ulaşmıştır. Bu numunelerin kimyasal analizi ve karbon derinliği mukayese edildiğinde, karbona ait “süre” değerinin bitiş değerinin kaplama kalınlığı ile doğru orantılı olarak, yaklaşık olarak dört katına çıktığı ve karbonun nüfuz derinliğini gösterdiği tespit edilmiştir. Bu ilişki hemen hemen tüm şartlarda bu şekildedir.



(a)



(b)

Şekil 7.22. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında (a)30 dk. süre ile 660 °C' de, (b)30 dk. süre ile 705 °C 'de karbürlenmiş saf demirin yüzeyden altlığa doğru kimyasal analizi.

7.5. Yüzey Pürüzlülüğü Deneyleri

Saf demir numunelerin yüzeyi elektrolitik plazma karbürleme işleminden önce sırasıyla 80 ve 240 no'lu zımparalar ile parlatıldı ve etil alkol ile temizlendi. Saf demirin pürüzlülük ölçümleri bu işlemlerden geçmiş numune yüzeyinden ölçüldü.

Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında, değişen sıcaklıklarda işlem görmüş numunelerin ve saf demirin pürüzlülük değerleri Tablo 7.5. de gösterilmektedir. 710 °C'de 30 dk. süre ile işlem görmüş numunenin pürüzlülük değeri mevcut çözelti şartlarında elde edilen numuneler arasından en yüksek pürüzlülük değeridir. Mevcut numuneler genel olarak saf demirden yüksek pürüzlülük değerine sahiptirler. Pürüzlülük 1668,9 -20450,6 (Ra) aralığında değişim göstermektedir.

Tablo 7.5. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürleşmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbürize tabakanın karbürizasyon sürelerine göre değişen yüzey pürüzlülükleri.

SICAKLIK	KAPLAMA SÜRESİ (Dakika)			Saf Demir
	5	10	30	
710 °C	Kaplama Yok	Kaplama Yok	20450,6 Ra	1787,7 Ra
750 °C	5791,9 Ra	1668,9 Ra	9273,3 Ra	
785 °C	8512,6 Ra	3353,3 Ra	9413 Ra	
820 °C	3773,3 Ra	7214,7 Ra	18236,9 Ra	

Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında, değişen sıcaklıklarda işlem görmüş numunelerin ve saf demirin pürüzlülük değerleri Tablo 7.6. de gösterilmektedir. 780 °C'de 10 dk. süre ile işlem görmüş numunenin pürüzlülük değeri mevcut çözelti şartlarında elde edilen numuneler arasından en yüksek pürüzlülük değeridir. Mevcut numuneler saf demirden yüksek pürüzlülük değerine sahiptirler. Pürüzlülük 2003,6 - 4725,7 (Ra) aralığında değişim göstermektedir.

Tablo 7.6. Ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında farklı sıcaklıklarda plazma elektrolitik karbürleşmiş saf demir numuneler yüzeyinde oluşan karbürize tabakanın karbürizasyon sürelerine göre değişen yüzey pürüzlülükleri.

SICAKLIK	KAPLAMA SÜRESİ (Dakika)			Saf Demir
	5	10	30	
660 °C	Kaplama Yok	Kaplama Yok	2764,9 Ra	1787,7 Ra
705 °C	2649,1 Ra	3498,8 Ra	2003,6 Ra	
735 °C	4454,8 Ra	2106,7 Ra	3821,4 Ra	
780 °C	2349,9 Ra	4725,7 Ra	4311,9 Ra	

Yüzey pürüzlülüğünün saf demirden yüksek olması, kaplama oluşumunda meydana gelen elektriksel boşalmalar veya deşarj olayından kaynaklanmaktadır.

Daha evvel elik yzeyine yapılan yzey karbrizasyon, nitrokarbrizasyon ve borlama alıřmalarında yzey sertlięinin artıřının srtnme katsayısını azalttıęı ve ayrıca srtnme katsayısının yzey przllęnn yanı sıra uygulanan yke baęlı olarak da deęiřtięi tespit edilmiřtir [B. Seluk et al., 2002]. Dięer bir alıřmada yumuřak altlıkların yzeyine yapılan sert kaplamaların srtnme katsayısı ve ařınmayı azalttıęı tespit edilmiřtir [Holmberg et. al, 1999].

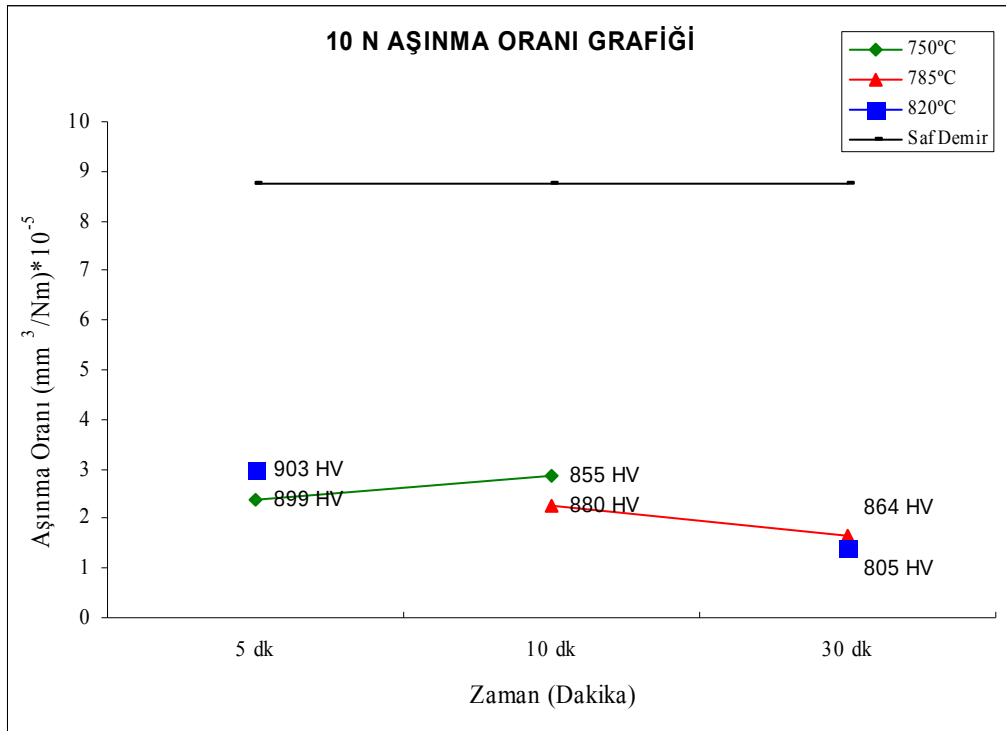
Yzey zelliklerinden, przllk srtnme kuvvetlerini doęrudan etkilemektedir. Przllęn artması srtnme kuvvetlerinin artmasına sebep olmaktadır. Srtnme kuvvetleri sadece przllęe baęlı deęil yzey sertlięine de baęlıdır [B. Seluk et al., 1999].

7.6. Ařınma Deneyleri

Deęiřik iřlem sıcaklık ve srelerinde karbrize edilmiř numunelerin ve saf demirin 10N yk altında ařınma oranları tespit edildi. Elde edilen ařınma oranı verilerinin sertlik ve kaplamada mevcut fazlar ile iliřkisini kurabilmek amacı ile ařınma derinlikleri ve numune yzey ortalama sertlikleri de lld. llen ařınma derinliklerinin 2 m ile 10 m aralıęında deęiřmesinden dolayı kaplamanın yzeyinden yaklaşık 10 m altından sertlikler alınarak ařınma oranı ile iliřkilendirilmiřtir.

řekil 7.23. bize aęırlıka %10'luk zelti ortamında iřlem grmř bazı numunelerin 10 N yk altında ařınma oranı verilerini gstermektedir. Grldę gibi tm řartlarda yzeyde mevcut sert tabakadan dolayı ařınma oranları saf demirden dřktr. 750 C' de 5 dk ve 10 dk sre ile iřlem grmř numunelerin yzey sertlik deęerleri birbirine ok yakındır fakat 10 dk numunesinin ařınma oranı bir miktar yksektir. Bunun nedeni X-ıřınları verilerine bakıldığında 5 dk (bkz. řekil 7.1.) iřlem grmř numunede 10 dk iřlem grmř numuneye gre (bkz. řekil 7.2.) ostenit pik sayısının daha fazla olması ile mevcut ostenit oranının yksek olup ařınma oranını dřrdę sonucunu doęurmasıdır nk sneklilik kazandıran fazlar ařınma oranını dřrmektedir [G.W. Stachowiak and A.W. Batchelor, 1999]. 785 C' de 10 dk ve 30 dk sre ile iřlem grmř numunelerin yzey sertlik deęerleri

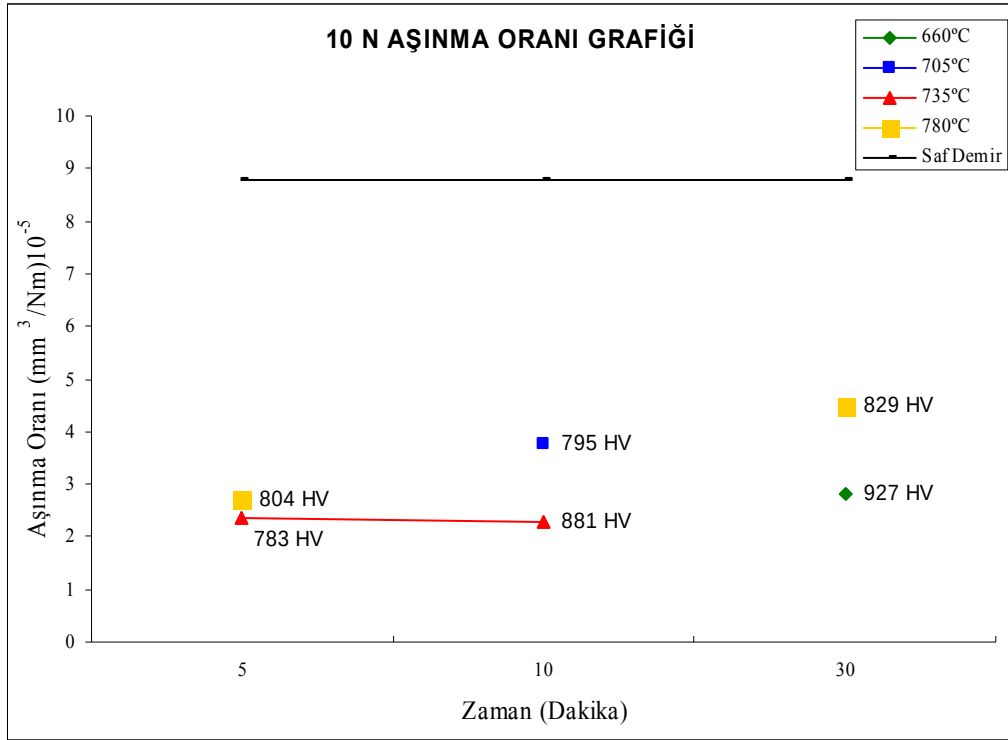
birbirine oldukça yakın değerler almakta olmasına rağmen 30 dk süre ile işlem görmüş numunenin aşınma oranı daha düşüktür. Bunun nedeni X-ışınları verileri karşılaştırıldığında 30 dk numunesinde ostenit piklerinin (bkz. Şekil 7.3.) 10 dk numunesine göre sayıca ve şiddet olarak yüksek oluşudur. 820 °C’ de 5 dk süre ile işlem görmüş numunenin yüzey sertliğinin 30 dk süre ile işlem gören numuneye göre yüksek olmasına rağmen aşınma oranı daha yüksektir. Bunun nedeni X-ışınları verileri karşılaştırıldığında 30 dk numunesinde ostenit piklerinin sayısının yüksek oluşudur.



Şekil 7.23. Ağırlıkça %10'luk çözelti ortamında değişik işlem sıcaklık ve sürelerinde karbürize edilmiş numunelerin ve saf demirin 10N yük altında aşınma oranı değişimleri.

Şekil 7.24. bize ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında işlem görmüş bazı numunelerin 10 N yük altında aşınma oranı verilerini göstermektedir. Görüldüğü gibi tüm şartlarda yüzeyde mevcut sert tabakadan dolayı aşınma oranları saf demirden düşüktür. 5 dk süre ile işlem görmüş numunelerden 735 °C’ de işlem görmüş numunenin yüzey sertlik değeri ve aşınma oranı 780 °C’ de işlem görmüş numuneye göre daha düşüktür. X-ışınları verilerine bakıldığında ostenit fazına ait piklerin 735 °C’ de işlem görmüş numunede biraz daha şiddetli olduğu gözlemlenmektedir ve

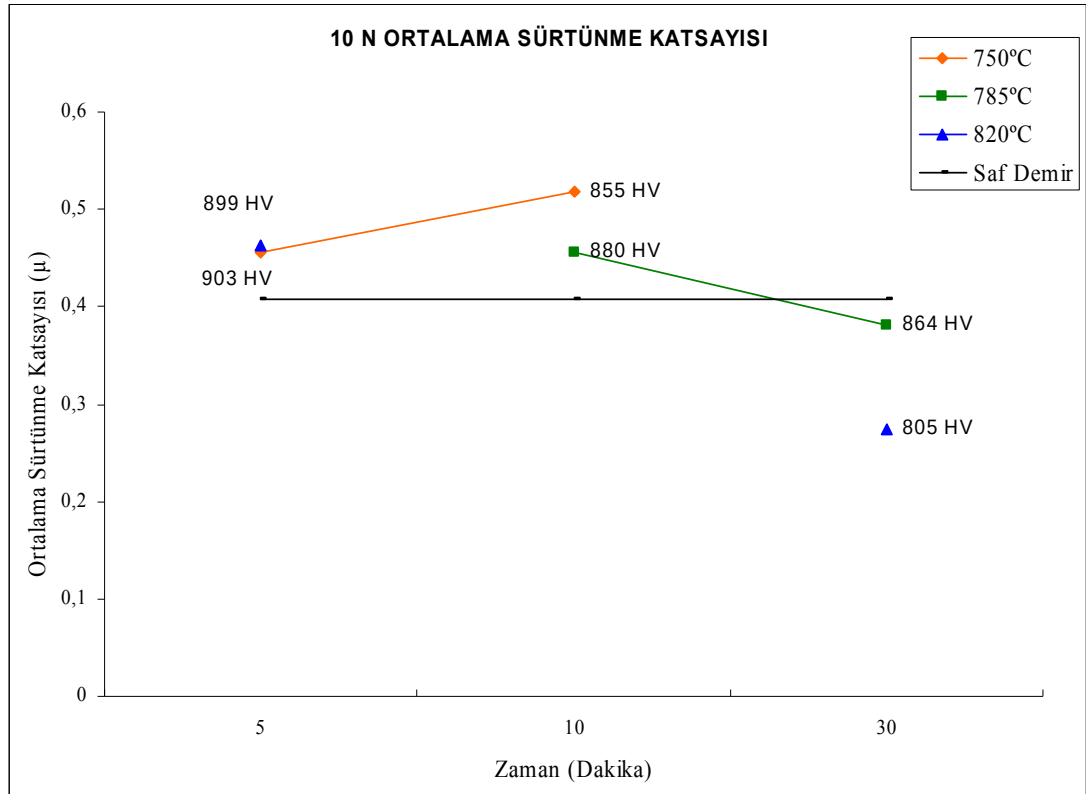
dolayısı ile aşınma oranı da bir miktar düşüş göstermektedir (bkz. Şekil 7.4.). 10 dk süre ile işlem görmüş numunelerden 735 °C’ de işlem görmüş numunenin yüzey sertlik değeri 705 °C’ de işlem görmüş numuneye göre daha yüksektir ancak aşınma oranı daha düşüktür. X-ışınları verilerine bakıldığında 735 °C’ de Fe₃C fazının mevcudiyeti ve ostenit fazına ait piklerin sayısının 705 °C’ de işlem görmüş numuneye göre daha yüksek olması ile aşınma oranı düşmektedir (bkz. Şekil 7.5.). 30 dk süre ile işlem görmüş numunelerden 660 °C numunesinin yüzey sertlik değeri 780 °C numunesine göre yüksek olup aşınma oranı daha düşüktür. X-ışınları verileri incelendiğinde 660 °C numunesinin ostenit fazına ait pikler daha şiddetli olduğu gözlemlenmektedir (bkz. Şekil 7.6.).



Şekil 7.24. Ağırlıkça %20’lik çözelti ortamında değişik işlem sıcaklık ve sürelerinde karbürize edilmiş numunelerin ve saf demirin 10N yük altında aşınma oranı değişimleri.

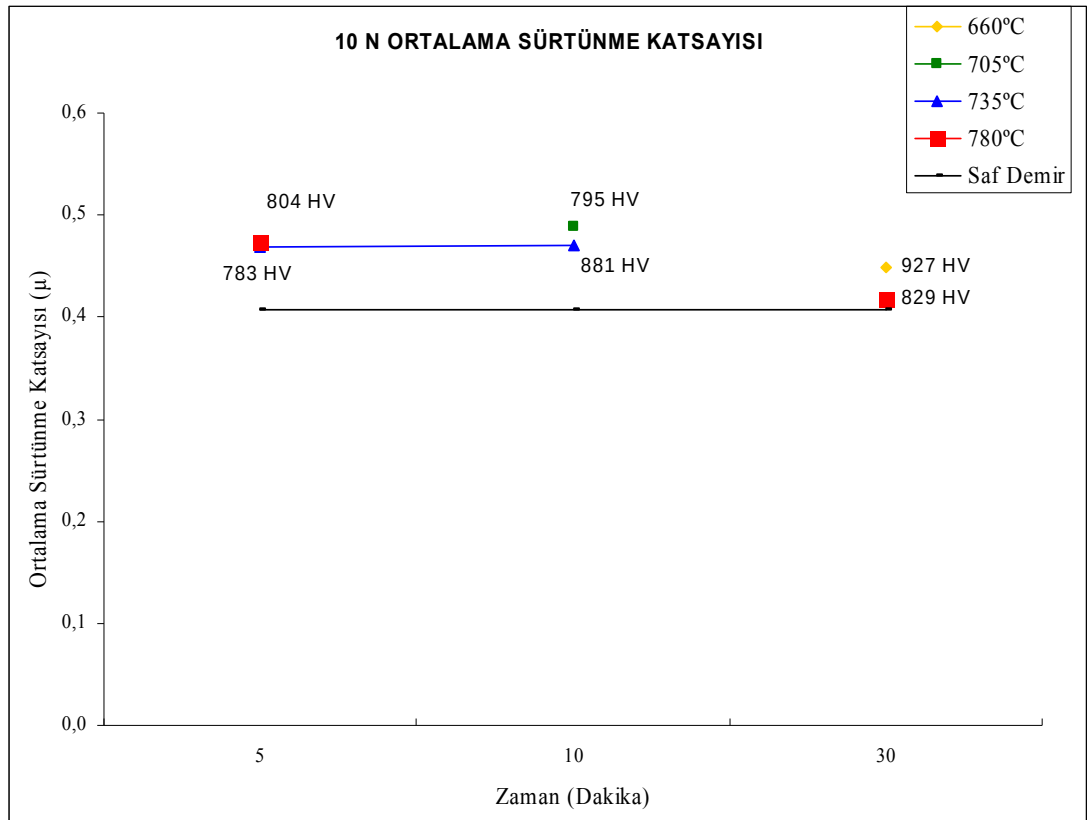
İki çözeltinin aşınma oranı mukayese edildiğinde % 10 etanolamin çözeltisi ortamında elde edilmiş numunelerin aşınma oranlarının saf demir aşınma oranından ($8,8 \cdot 10^{-5}$) daha düşük değerler aldığı ve değişim aralığının ($1,66 \cdot 10^{-5} - 2,99 \cdot 10^{-5}$) % 20 etanolamin çözeltisi ortamında elde edilmiş numunelerin aşınma oranlarından ($2,3 \cdot 10^{-5} - 4,5 \cdot 10^{-5}$) daha dar olduğu gözlemlenmektedir.

Şekil 7.25. de ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında değişik sıcaklık ve işlem sürelerinde kaplama işlemine tabi tutulmuş numunelerin ortalama sürtünme katsayısı değişimleri gösterilmektedir. 750 °C' de işlem görmüş numunelerin aşınma davranışı ile ortalama sürtünme katsayısı değişimi benzer davranışı sergilemektedirler yani 10 dk numunesinin sürtünme katsayısı ve aşınma oranı 5 dk numunesinden daha yüksektir. 785 C' de işlem görmüş numunelerin aşınma davranışı ile ortalama sürtünme katsayısı değişimi benzer davranışı sergilemektedirler yani 30 dk işlem görmüş numunenin ortalama sürtünme katsayısı ve aşınma oranı 10 dk numunesinden daha düşüktür. 820 °C' de işlem görmüş numunelerde de aynı durum söz konusudur, aşınma oranı ile ortalama sürtünme katsayısı değişimi benzer davranış göstermektedir. Yani 30 dk numunesinin sürtünme katsayısı da aşınma oranında olduğu gibi 5 dk numunesinden düşüktür.



Şekil 7.25. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında değişik işlem sıcaklık ve sürelerinde karbürize edilmiş numunelerin ve saf demirin 10N yük altında ortalama sürtünme katsayısı değişimleri.

Şekil 7.26. de ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında değişik sıcaklık ve işlem sürelerinde kaplama işlemine tabi tutulmuş numunelerin ortalama sürtünme katsayısı değişimleri gösterilmektedir. 5 dk süre ile 780 °C ve 735 °C' de işlem görmüş numunelerin ortalama sürtünme katsayıları ile aşınma oranları ilişkisi benzer davranış göstermektedir yani 780 °C' de işlem görmüş numunenin pürüzlülük değeri ve aşınma oranı 735 °C' de işlem görmüş numuneden daha yüksektir. 10 dk süre ile 705 °C ve 735 °C' de işlem görmüş numunelerin ortalama sürtünme katsayıları ile aşınma oranları ilişkisi benzer davranış göstermektedir yani 705 °C' de işlem görmüş numunenin pürüzlülük değeri ve aşınma oranı 735 °C' de işlem görmüş numuneden daha yüksektir. 30 dk süre ile 660 °C' de işlem görmüş numunenin aşınma oranı ve pürüzlülüğü 780 °C' de işlem görmüş numuneye göre daha düşük olmasına rağmen ortalama sürtünme katsayısı daha yüksektir.



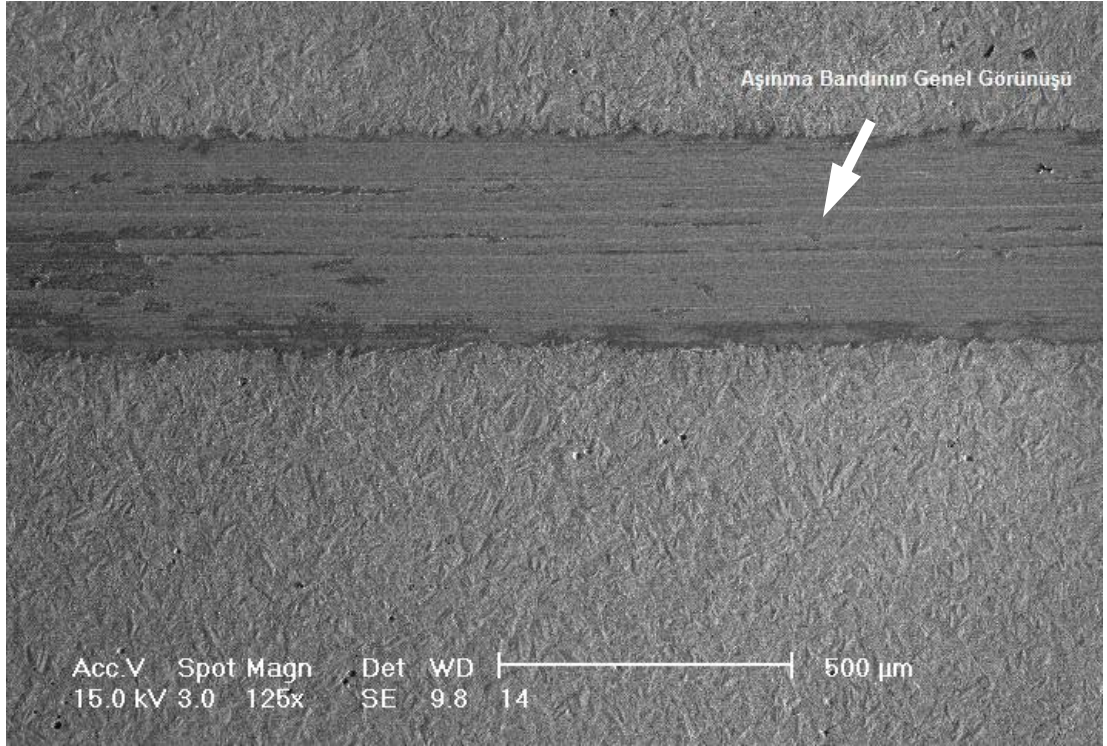
Şekil 7.26. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında değişik işlem sıcaklık ve sürelerinde karbürize edilmiş numunelerin ve saf demirin 10N yük altında ortalama sürtünme katsayısı değişimleri.

İki çözelti şartı karşılaştırıldığında %10 etanolamin içeren çözelti şartlarında işlem görmüş numunelerin ortalama sürtünme katsayısı değerleri (0,274-0,518), %20 etanolamin içeren çözelti şartlarında işlem görmüş numunelerin ortalama sürtünme katsayısı değerlerine (0,417-0,488) göre, daha geniş bir aralıkta değişmekte ve genellikle her iki çözelti şartında elde edilen numunelerinde ortalama sürtünme katsayıları saf demirin ortalama sürtünme katsayısı değerinden (0,408) daha yüksek değerlerde olduğu gözlemlenmektedir.

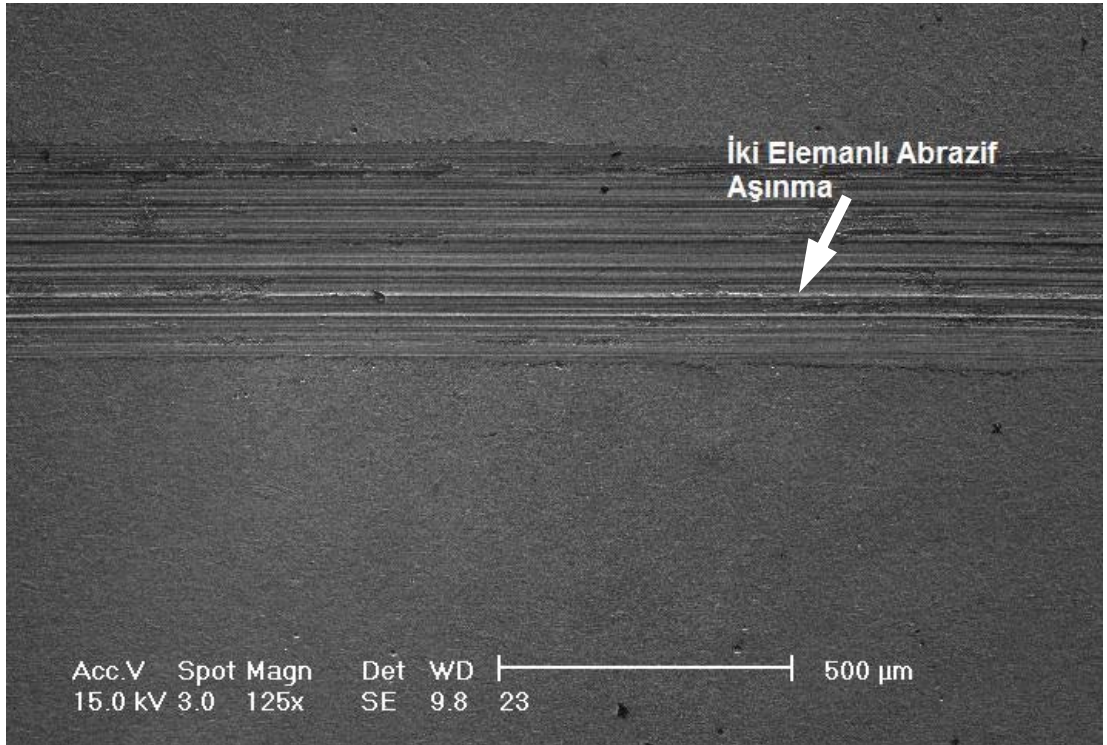
Aşınma deneyine tabi tutulan numunelerin aşınma mekanizmalarını incelemek amacı ile taramalı elektron mikroskobu ile incelemeler yapıldı.

Aşağıdaki gösterilen aşınma türlerinden,

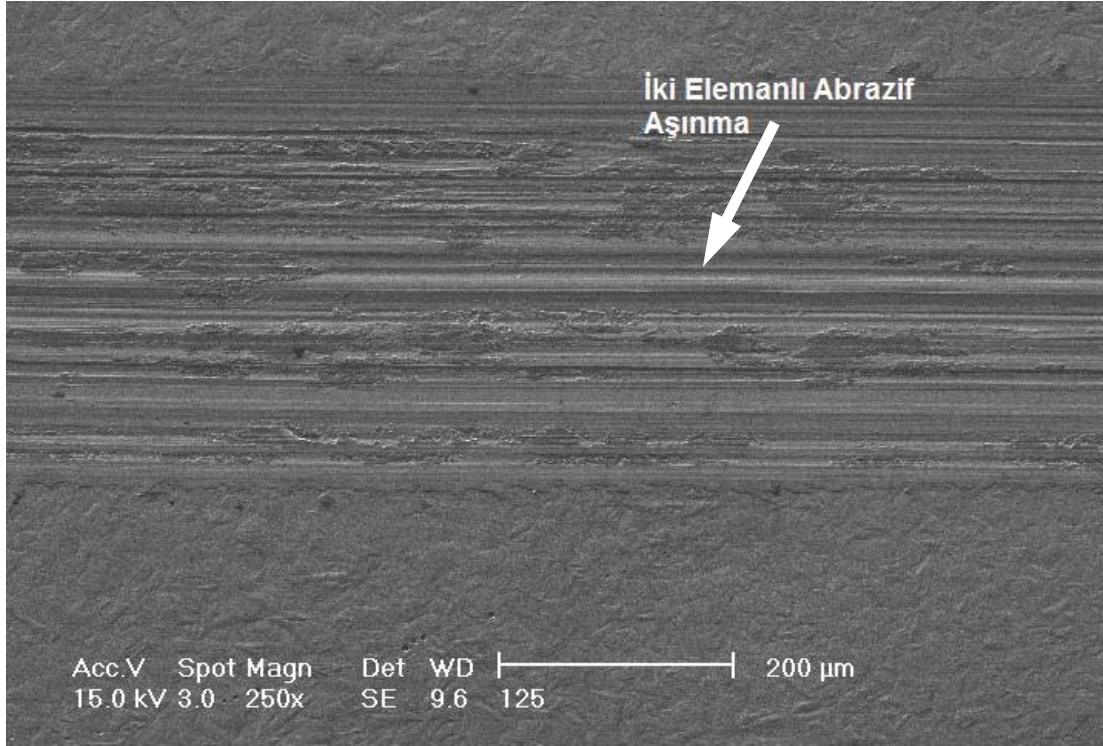
- İki elemanlı abrazif aşınma çizik şeklinde,
- Üç elemanlı abrazif aşınma kopan partiküllerin yüzeyi aşındırması şeklinde,
- Adhezif aşınma ise parça kopması şeklinde, üç tip aşınma şekli araştırıldı [Bozkurt, 2006]. Ancak sadece çizikler şeklinde iki elemanlı abrazif aşınma şekilleri gözlemlendi.



Şekil 7.27. Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 5 dk. süre ile 820 °C'de işlem gören numunenin 10N yük altında aşınma bandını göstermektedir.



Şekil 7.28. Ağırlıkça %10'luk çözelti ortamında 10 dk, süre ile 785 °C ' de işlem gören numunenin 10N yük altında aşınma şekli.



Şekil 7.29. Ağırlıkça %20' lik çözelti ortamında 10 dk, 705 °C ' de işlem gören numunenin 10N yük altında aşınma şekli.

8. SONUÇLAR

Ağırlıkça %10' luk çözelti ortamında 710 °C, 750 °C, 785 °C, 820°C sıcaklıklarda ve ağırlıkça %20'lik çözelti ortamında 660 °C, 705 °C, 735 °C, 780 °C sıcaklıklarda 5, 10 ve 30 dk. sürelerde saf demir yüzeyine plazma elektrolitik yüzey karbürizasyon işlemi gerçekleştirildi. Karbürize edilmiş numunelerin mikrosertlik, mikroyapı, yüzey ve aşınma özellikleri incelendi ve aşağıdaki sonuçlar elde edildi.

1. Saf demir üzerinde oluşan karbürlenmiş tabaka saf demire göre daha pürüzlü ve yoğun bir morfolojiye sahiptir.
2. Mikroyapı çalışmaları ve sertlik ölçümleri iki farklı bölge göstermektedir: (1) yoğun, pürüzlü ve sert bir yüzey tabakası; (2) ana metal saf demir.
3. Altlığın üzerindeki karbürlenmiş tabakanın sertliği yaklaşık 898 HV ile 974 HV iken altlığın sertliği yaklaşık 190 HV dolaylarındadır.
4. Saf demir üzerinde oluşan baskın fazların martenzit, Fe_3C , ostenit fazları karışımı olduğu XRD ile doğrulanmıştır.
5. Karbürleme süresine bağlı olarak, altlık saf demir yüzeyinde oluşan karbürlenmiş tabakanın derinliği 10 μm ile 344 μm arasında değişmektedir.
6. Elementel analiz, karbürleme prosesinde karbon atomunun saf demir içerisine yayılan baskın element olduğunu kanıtlamıştır.
7. Aşınma dayanımında genelde pürüzlülük ve sürtünme katsayısından ziyade mevcut faz (martenzit, Fe_3C , ostenit) ve sertliğin etkili olduğu ispatlanmıştır.
8. Aşınma oranının saf demire göre daha düşük olduğu tespit edilmiştir.
9. Pürüzlülük değerlerinin saf demire göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.
10. Ortalama sürtünme katsayısı değerlerinin saf demire göre genelde daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

KAYNAKÇA

1. Prof. Sidney H. Avner, Introduction To Physical Metallurgy (1983) 225
2. K.E. Thelning, Çelik ve Isıl İşlemi (1984) 2-26
3. Wolfgang Weissbach, Malzeme Bilimi ve Muayenesi (1984) 43-45
4. Donald R. Askeland, Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri Cilt I (1998) 249-298
5. Prof. M. Ali Topbaş, Çelik ve Isıl İşlem El Kitabı (1998) 25-84
6. ASM Handbook Vol. 4, Heat Treating (1991) 17,607
7. M. Tarakci, K. Korkmaz, Y. Gencer, M. Usta, Plasma electrolytic surface carburizing and hardening of pure iron, Surface & Coatings Technology 199 (2005) 205– 212
8. A. Halim Demirci, Mühendislik malzemeleri (2004) 81
9. G.E. Totten, C.E. Bates and N.A. Clinton, Handbook of Quenchants and Quenching Technology (1993) 18
10. Michael F. Ashby, David R. H. Jones, Engineering Materials 2 (1998) 119
11. A.L. Yerokhin , X. Nie, A. Leyland , A. Matthews , S.J. Dowey, Plasma electrolysis for surface engineering, Surface and Coatings Technology 122 (1999) 73–93

12. S.F. Luk , T.P. Leung , W.S. Miu , I. Pashby , A study of the effect of average preset voltage on hardness during electrolytic surface-hardening in aqueous solution, *Journal of Materials Processing Technology* 91 (1999) 245–249
13. De-Jiu Shen , Yu-Lin Wang , Philip Nash, Guang-Zhong Xing, A novel method of surface modification for steel by plasma electrolysis carbonitriding, *Materials Science and Engineering A* 458 (2007) 240–243
14. X. Nie, C. Tsotsos, A. Wilson, A.L. Yerokhin, A. Leyland, A. Matthews, Characteristics of a plasma electrolytic nitrocarburising treatment for stainless steels, *Surface and Coatings Technology* 139(2001) 135-142
15. Xin-Mei Li, Yong Han, Yin-Suo Li, Synthesis of nanocrystallineTi (C_xN_{1-x}) thick films on titanium by plasma electrolytic carbonitriding, *Surface & Coatings Technology* 201 (2007) 5326–5329
16. A.L. Yerokhin, A. Leyland, C. Tsotsos, A.D. Wilson, X. Nie, A. Matthews, Duplex surface treatments combining plasma electrolytic nitrocarburising and plasma-immersion ion-assisted deposition, *Surface and Coatings Technology* 142-144 (2001) 1129-1136
17. C. Tsotsos, A.L. Yerokhin, A.D. Wilson, A. Leyland, A. Matthews, Tribological evaluation of AISI 304 stainless steel duplex treated by plasma electrolytic nitrocarburising and diamond-like carbon coating, *Wear* 253 (2002) 986–993
18. S. V. Ivanov, N. S. Salmanov, and M. N. Salmanov, Borosulfocarbonitriding of Cutting Tools in Electrolyte Plasma, Vol. 44, Nos. 9 – 10, 2002
19. R.C. Barik, J.A. Wharton, R.J.K. Wood, K.R. Stokes, R.L. Jones, Corrosion, erosion and erosion–corrosion performance of plasma electrolytic oxidation (PEO) deposited Al₂O₃ coatings, *Surface & Coatings Technology* 199 (2005) 158– 167

20. E.V. Parfenov, A.L. Yerokhin, A. Matthews, Frequency Response Studies for the Plasma Electrolytic Oxidation Process, Surface & Coatings Technology (2007)
21. B. Lonyuk, I. Apachitei, J. Duszczuk, The effect of oxide coatings on fatigue properties of 7475-T6 aluminium alloy, Surface & Coatings Technology xx (2006) xxx–xxx
22. Wei-Chao Gu, Guo-Hua Lv, Huan Chen, Guang-Liang Chen, Wen-Ran Feng, Si-Ze Yang, PEO protective coatings on inner surface of tubes, Surface & Coatings Technology 201 (2007) 6619–6622
23. Zhenqiang Wua, Yuan Xia, Guang Lia, Fangtao Xu, Structure and mechanical properties of ceramic coatings fabricated by plasma electrolytic oxidation on aluminized steel, (2007)
24. Ping Huang , Fei Wang, Kewei Xu , Yong Han, Mechanical properties of titania prepared by plasma electrolytic oxidation at different voltages, Surface & Coatings Technology 201 (2007) 5168–5171
25. Chu-Tsun Wu, Fu-Hsing Lu, Corrosion resistance of BaTiO₃ films prepared by plasma electrolytic oxidation, Surface and Coatings Technology 166 (2002) 31–36
26. Jun Liang , Litian Hu, Jingcheng Hao, Preparation and characterization of oxide films containing crystalline TiO₂ on magnesium alloy by plasma electrolytic oxidation , Electrochimica Acta 52 (2007) 4836–4840
27. Y. Ma, X. Nie , D.O. Northwood, H. Hu, Systematic study of the electrolytic plasma oxidation process on a Mg alloy for corrosion protection , Thin Solid Films 494 (2006) 296 – 301

28. E.I. Meletis, X. Nie, F.L. Wang, J.C. Jiang, Electrolytic plasma processing for cleaning and metal-coating of steel surfaces, *Surface and Coatings Technology* 150 (2002) 246–256
29. Eş M., Dişli çark malzemelerinin aşınma karakteristiklerinin incelenmesi , Yüksek Lisans tezi (2004)
30. Amritendu R., Aqueous electrolyte plasma nitriding of austenitic stainless steel, Master Thesis (2006)
31. B. Selçuk, R. Ipek, M.B. Karamis, V. Kuzucu, An investigation on surface properties of treated low carbon and alloyed steels (boriding and carburizing), *Journal of Materials Processing Technology* 103 (2002) 310-317
32. K. Holmberg, H. Ronkainen, A. Matthews, Tribology of thin coatings, *Ceramics International* 26 (2000) 787-795
33. B. Selçuk, R. Ipek, M.B. Karamis, A study on friction and wear behaviour of carburized, carbonitrided and borided AISI 1020 and 5115 steels, *Journal of Materials Processing Technology* 141 (2003) 189–196
34. G.W. Stachowiak and A.W. Batchelor, *Engineering Tribology* (1999) 502
35. T. Bozkurt, TiN, TiAlN ve AlTiN kaplamaların aşınma performanslarının incelenmesi ve farklı altlık malzemede TiN kaplamanın etkisinin araştırılması (2006)

ÖZGEÇMİŞ

Hüseyin BAŞARAN 26 Ekim 1983 Bismil doğumludur. Eğitim hayatına 1989 da Saffet Simavi İlköğretim okulu'nda başlamıştır. 3 yıllık lise öğrenimi 2001'de Kartal Süleyman Demirel Lisesi' nde son bulmuştur ve 2005 yılında da Fırat Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği'nden mezun olmuştur. 2005 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü'nde Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünde yüksek lisans eğitimine başlayıp, halen bu bölümde eğitimine devam etmektedir