

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TİTANYUMUN YÜKSEK SICAKLIKLARDA
İYONİTRÜRASYONDA SERTLEŞTİRİLİP
YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Emre KOYUNCU

Eylül, 2008

İZMİR

TİTANYUMUN YÜKSEK SICAKLIKLARDA İYONİTRÜRASYONDA SERTLEŞTİRİLİP YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi

Makina Mühendisliği Bölümü, Konstrüksiyon- İmalat Anabilim Dalı

Emre KOYUNCU

Eylül, 2008

İZMİR

YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

EMRE KOYUNCU, tarafından **PROF. DR. SÜLEYMAN KARADENİZ** yönetiminde hazırlanan **“TİTANYUMUN YÜKSEK SICAKLIKLARDA İYONİTRÜRASYONDA SERTLEŞTİRİLİP YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ”** başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

.....
Prof.Dr.Süleyman KARADENİZ

Yönetici

.....
.....
Jüri Üyesi

.....
.....
Jüri Üyesi

.....
Prof.Dr. Cahit HELVACI

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŞEKKÜR

Bu yüksek lisans çalışmasında çok değerli fikirleriyle bana yardımcı olan ve desteğini esirgemeyen saygıdeğer hocam sayın Prof.Dr. Süleyman KARADENİZ'e, çalışmamın çeşitli evrelerinde yardımlarını esirgemeyen sevgili araştırma görevlisi Fatih Kahraman'a, makine teknisyenlerimiz Faik SOYSAL ve Ahmet YİĞİT'e teşekkür ederim.

Emre KOYUNCU

TİTANYUMUN YÜKSEK SICAKLIKLARDA İYONİTRÜRASYONDA SERTLEŞTİRİLİP YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZ

Ti6Al4V alaşımının sahip olduğu özellikler nedeniyle son yıllarda pek çok alanda ve özellikle de protez malzemesi olması nedeniyle sağlık endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Titanyum ve titanyum alaşımlarının, zayıf yüzey sertliği ve aşınma direncinden dolayı makine mühendisliğindeki kullanımları düşüktür. Bu problemlerin termokimyasal işlemler gibi bazı yüzey mühendisliği teknolojileri kullanarak üstesinden gelinebilmektedir. Nitrürleme, termokimyasal işlemlerin en etkili olanlarından bir tanesidir, çünkü nitrürleme yüzey tabakasının kimyasını değiştirir.

Ti6Al4V titanyum alaşımının yüzeyinin sertleştirilmesinin amaçlandığı bu çalışmadaki plazma nitrürleme işlemi 80% N₂+20% H₂ gaz karışımında, 2, 4, 7, 10, 15 saatlik işlem sürelerinde ve 700, 800, 900 ve 1000 °C sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir. İyonitrürasyon işlemi sonucunda Ti6Al4V alaşımı numunelerinin X-Ray difraksiyon analizleri yapılmış ve yüzeyde gelişen tabakaların mikroyapıları, kalınlıkları, mikrosertlikleri ve aşınma davranışları incelenmiştir.

Optik incelemeler sonucunda Ti6Al4V alaşımı üzerinde bileşik ve difüzyon tabakası olarak adlandırılan iki tabaka saptanmıştır. Bileşik tabaka δ-TiN ve ε-Ti₂N nitrürlerini içerir ve XRD sonuçları bu oluşumları desteklemektedir. Bu çalışmada yapılan mikrosertlik ölçümlerinin sonuçlarına göre en fazla difüzyon tabakası sertliğinin 10 saat 1000 °C'de olduğu görülmüştür. Ayrıca mikroskop incelemelerinde difüzyon tabakası kalınlığı, artan işlem süresi ve sıcaklığı ile birlikte artmaktadır. Pim disk sisteminde yapılan aşınma testi sonucunda, plazma nitrürleme sıcaklık ve süresinin artmasının aşınma direncini artırdığı saptanmıştır.

Anahtar sözcükler : 1) Plazma Nitrürleme 2) Titanyum Nitrürleme 3)Yüzey İşlemleri

INVESTIGATION OF SURFACE PROPERTIES OF HIGH TEMPERATURE ION NITRIDED TITANIUM ALLOYS

ABSTRACT

Titanium and titanium alloys are very attractive materials because of their excellent properties like a good corrosion resistance and biocompatibility for many industries. But application of titanium and its alloys are very low in mechanical engineering applications because of poor surface hardness and wear resistance. These problems can be overcome using such surface engineering technologies as thermochemical treatments to obtain desirable properties. Thermochemical treatments such as nitriding are quite effective because they change the chemistry of the surface layers.

The surface hardening of Ti6Al4V alloy has been aimed in this investigation by plasma nitriding treatment which has been performed in 80% N₂-20% H₂ gaseous mixture, for treatment times of 2, 4, 7, 10 and 15 h at the temperatures of 700, 800, 900 and 1000 °C. The study presents the results of the examinations of microstructures, microhardnesses, thicknesses, X-Ray diffraction analyses, wear behaviours of surface layers formed on the Ti6Al4V alloy by plasma nitriding.

By optic inspection two layers were determined on the samples that called compound and diffusion layers. Compound layer contain δ -TiN and ϵ -Ti₂N nitrides, XRD results support in this formations. By microhardness investigations, the maximum surface hardness has been obtained in the plasma nitrided sample over a period of 10h at 1000 °C. By optical microscope investigations, the case depth were found to increase with increasing process temperature and time. The result of wear tests which was carried out using pin-on-disc machine is wear resistance of Ti6Al4V alloy increases as the time and temperature of plasma nitriding increase.

Keywords : 1) Plasma Nitriding, 2) Titanium Nitriding, 3) Surface Treatments

İÇİNDEKİLER

Sayfa

YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
ÖZ.....	iv
ABSTRACT	v

BÖLÜM BİR - GİRİŞ.....1

1.1 Giriş.....	1
1.2 Titanyum Nitrürlemenin Esasları İle İlgili Literatür Bilgileri.....	3

BÖLÜM İKİ - PLAZMA VE PLAZMA İLE YÜZEY SERTLEŞTİRME.....13

2.1 Plazma	13
2.1.1 Elektrik Boşalma Mekanizması.....	13
2.1.2 Parlak Boşalma (Glow Discharge)	14
2.1.3 Plazmanın Özellikleri	15
2.1.4 Plazma Çeşitleri	16
2.2 Plazma ile Yüzey Sertleştirme.....	17
2.2.1 Plazma ile Nitrasyon (İyonitrürasyon).....	18
2.2.1.1 İyonitrürasyon Mekanizması.....	18
2.2.1.2 İyonitrürasyon Düzenegi Ekipmanları.....	23
2.2.1.3 İyonitrürasyonun Avantajları	27
2.2.2 Plazma ile Karbürleme.....	28
2.2.3 Plazma ile Nitrokarbürleme	29
2.2.4 Plazma ile Borlama.....	30
2.2.5 İyon İmplantasyonu	31
2.2.6 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu	34

BÖLÜM ÜÇ - TİTANYUM VE ALAŞIMLARININ ÖZELLİKLERİ38

3.1 Giriş.....	38
3.2 Titanyumun Bulunuşu ve Üretimi	39
3.3 Titanyumun Genel Metal Karakteristiği	40
3.3.1 Ticari Saf Titanyum	41
3.3.2 Titanyum Alaşımlarının Sınıflandırılması	43
3.3.2.1 α -Titanyum Alaşımları.....	44
3.3.2.2 $\alpha+\beta$ Titanyum Alaşımları.....	45
3.3.2.3 β -Titanyum Alaşımları.....	48
3.4 Nitrürlemeden sonra Titanyum Alaşımlarının Uygulaması	50

BÖLÜM DÖRT - DENEYSEL ÇALIŞMALAR52

4.1 Çalışmada Kullanılan Malzemeler	52
4.2 Plazma Nitritleme İşlemi	52
4.3 Sertlik Ölçümü ve Optik Mikroskobu ile İnceleme.....	55
4.4 Aşınma Deneyi	56
4.5 X-Işınları Difraksiyon Analizi.....	57

BÖLÜM BEŞ - YAPILAN ÇALIŞMANIN DEĞERLENDİRİLMESİ58

5.1 Mikroyapının İncelenmesi.....	58
5.2 X- Işınları Difraksiyon Analizi.....	63
5.3 Mikrosertlik Ölçümleri	66
5.4 Aşınma Deneyi	76

BÖLÜM ALTI - SONUÇLAR86

6.1 Sonuçlar.....	86
-------------------	----

KAYNAKLAR.....88

BÖLÜM BİR

GİRİŞ

1.1 Giriş

Son 40 yıldan bu yana, titanyum ve alaşımlarının ticari ürünleri gittikçe artmaktadır. Bu malzemeler, çoğu endüstride kullanımını sağlayan çok çekici özelliklere sahip olmasına rağmen, zayıf tribolojik özelliklerinden dolayı makine mühendisliği uygulamalarında nadiren kullanılmaktadırlar (Zhecheva, Shaa, Malinovb ve Long, 2004).

Titanyum ve alaşımlarının iyi korozyon direnci ve iyi mekanik özelliklerinden (yüksek akma mukavemeti / yoğunluğa oranı gibi) dolayı endüstrinin, titanyum ve titanyum alaşımlarına ilgisi önemli ölçüde son yıllarda artmaktadır. Çelik ile karşılaştırıldığında bu malzemelerin yüksek maliyeti olmasına rağmen, özellikle ağır çalışma koşullarında ve yüksek güvenilirlik elde etmek için gerekli bir malzemedir. Örneğin titanyum ve alaşımları havacılıkta ve biyouyumlu malzeme yapımında kullanılmaktadır. Diğer taraftan titanyum alaşımlarının aşınma direnci çoğu uygulamalarda yetersizdir (Rossi, Fedrizzi, Bacci, Pradelli, 2003).

Titanyum ve alaşımlarının düşük aşınma direnci gibi problemlerinin termokimyasal işlemler, kaplamalar ve değişik ısı işlemler gibi bazı yüzey mühendisliği teknolojileri kullanılarak üstesinden gelinebilmektedir. Nitrürleme, oksitleme ve karbürleme gibi bazı termokimyasal işlemler bunların en etkili olanlarıdır, zira bunlar yüzey tabakasının kimyasını değiştirmektedirler (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Titanyum alaşımlarının tribolojik davranışını geliştirmek için yüzeye termokimyasal işlemler önerilmektedir. İyon nitrürleme, işlem koşullarının çok yönlülüğünden dolayı çok ilginç bir tekniktir. Parlak boşalma iyon nitrürleme işlemi, kısa işlem zamanı ile titanyum alaşımları üzerinde çok sert

nitrürlenmiş yüzey tabakaları elde etmek için kullanılan işlem olarak bilinmektedir (Rossi ve diğerleri, 2003).

İyon implantasyonu, katı metaller üzerine iyon bombardımanı yaparak, katı metal içine iyon enjekte etmektir. Burada plazma içine verilen azot molekülleri, plazma içinde önce disosye edilip atomlarına ve akabinde de oluşan atomlar iyonize edilir, bu iyonlar üzerlerine tatbik edilen elektrik alan kuvveti yardımıyla bunlar metal yüzeyine bombardıman edilir. Bu tür iyon implantasyonuna pratikte iyonitürasyon işlemi denilmektedir. İyonitürasyon ile hemen hemen tüm metallerin yüzeyleri sertleştirilebilmektedir ve bu sertleştirmeye bağlı olarak metallerin aşınma, yorulma ve korozyon dayanımları artırılmakta, yani ömürleri çok büyük ölçekte uzatılabilmektedir.

1960'lı yıllardan itibaren uygulama alanı bulan plazma nitrüleme, diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine göre nisbeten yeni bir yöntem olmakla birlikte, günümüzde pek çok alanda uygulanmaktadır. Bunun temel nedeni iyonitürasyonun diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine göre sağlamış olduğu üstünlüklerdir. Plazma nitrüleme yönteminin sağlamış olduğu önemli bir avantaj, nitrüleme sonrasında nitrürlenmiş yüzeyde sağlanan tribolojik özelliklerdeki iyileşmelerdir. Bu nedenle plazma nitrüleme yöntemiyle malzemelerin tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi önemli bir inceleme alanı olarak karşımıza çıkmaktadır.

Bu çalışmada, 700, 800, 900 ve 1000 °C işlem sıcaklıklarında ve 2, 4, 7, 10 ve 15 saat işlem sürelerinde plazma nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının X-Ray difraksiyon analizleri yapılmış ve yüzeyde oluşan tabakaların mikroyapıları, sertlikleri, kalınlıkları ve aşınma davranışları incelenmiştir. Ti6Al4V titanyum alaşımına plazma nitrüleme işlemi uygulanarak yüzeyde bileşik tabaka ve difüzyon tabakası oluşması sağlanmıştır. Yüzeyde oluşturulan bileşik tabaka istenilen tribolojik özelliklerin elde edilmesini sağlayan bir tabakadır. Bileşik tabakada sert nitrür fazları bulunmaktadır.

1.2 Titanyum Nitrürlemenin Esasları İle İlgili Literatür Bilgileri

Titanyum ve titanyum alaşımlarının çok cazip özelliklere sahip olması çoğu endüstride onların kullanılmasını olanaklı kılar. Onların bazı avantajları: mükemmel korozyon direnci, hafiflik ve güçlü yapıya izin veren düşük yoğunluğun verdiği yüksek kendine özgü mukavemet-ağırlık oranı; yüksek sıcaklık dayanım kabiliyeti ve bazı koşullar altında sıfır altı sıcaklık uygulamalarında çalışabilme özelliğidir (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Titanyum alaşımlarının kullanımı, onların iyi mekanik ve kimyasal özellikleri ve düşük yoğunluğuna rağmen, kötü aşınma direncinden dolayı sınırlıdır. Titanyum ve alaşımlarının kötü tribolojik özellikleri iki faktöre bağlanmaktadır. Bunlardan birincisi düşük işlem sertleşmesi ve plastik kesmeye karşı düşük direnç; Bundan dolayı, aşınma direnci zayıftır. İkinci ise sürtünme ile meydana gelen yüksek sıcaklıklar nedeniyle kuru kayma durumunda, oluşan yüzey oksitleri ile kötü aşınma direncine sahip olmasıdır. Bu oksit kolayca kırılma, dökülme olarak ortadan kalkmakta ve aşınmaya karşı yüzeyaltı tabakaları korumasız kalmaktadır (Molinari ve diğerleri, 1997).

Titanyum ve titanyum alaşımları yüksek sürtünme katsayısı, zayıf aşınma direnci gibi onların zayıf tribolojik özelliklerinden dolayı makine mühendisliği uygulamalarında kullanımları azdır. Zayıf aşınma direnci değişik yüzey işlemleri ve kaplamalar uygulanarak geliştirilebilir. Bu şekildeki işlemler için kullanılan dört mekanizma vardır: (i) Artık basma gerilmeleri oluşturmak; (ii) sürtünme katsayısını düşürmek; (iii) sertliği artırmak ve; (iv) yüzey pürüzlülüğünü azaltmak. Sürtünme problemi, titanyumun kristal yapısı ile ilgilidir ve bu problemi değişik termokimyasal işlemler gibi yüzey mühendislik teknolojileri kullanımıyla yüzeyin yapısını değiştirerek büyük ölçüde üstesinden gelinebilir. Bu uygulamalarda yüzeyde titanyum yoktur, ancak titanyumun sert bileşikleri vardır. Bu şekilde mekanik özellikleri geliştirmek için malzeme yüzeyine termokimyasal işlemler uygulanabilir (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Aşınmayla mücadele etmek ve sürtünme yapışmasını engellemek için titanyum alaşımlarının değişik başarı seviyeleri ile uygunalabilen yüzey mühendislik teknikleri farklı kategorilere bölünebilir. Titanyum ve titanyum alaşımlarına uygulanan yüzey mühendisliği üç geniş kategoriye ayrılır; yüzey kaplama, yüzey modifikasyonu ve dublex yüzey işlemleridir (Zhecheva ve diğerleri, 2004). Martinella plazma nitrürlemeden sonra Ti6Al4V alaşımının aşınma direncinde bir gelişim tespit etmiş ve bu konuda plazma nitrülenmenin, iyon implantasyonundan daha etkili olduğunu saptanmıştır. Burada nitrülenmiş numunelerin yüzey pürüzlülüğünün nitrürlemedeki sıcaklık ve zamanın artışı ile arttığı bulunmuştur (Martinella, Giovanardi, Chevallard ve Villani, 1985).

Genelde bütün bilinen yüzey mühendisliği teknolojileri titanyum ve alaşımlarına uygulanabilir. Ancak burada bazı özellikleri göz önünde tutmak gereklidir. Birincisi ticari kullanışlı titanyum alaşımlarında yüzeyin kompozisyonunu değiştirmeksizin herhangi bir yüzey mühendisliği teknolojisi ile önemli bir sertleştirme elde edilemez. Burada ısı sertleştirme işlemlerinin çoğu etkisiz olmaktadır. İkincisi Titanyum ve titanyum alaşımları kimyasal olarak aktiftir ve kolaylıkla birçok arayer element ile reaksiyona girer (özellikle oksijenle); Böylece, bütün yüzey işlemlerinin vakum içerisinde yapılması veya asal gaz korumasında yapılması gerekir. Üçüncüsü titanyum alaşımları çoğu difüzyon esaslı yüzey işlemlerinde elementlerin hepsi ile değişik sıcaklıklarda reaksiyona girer. Titanyum ve titanyum alaşımlarının mekanik özelliklerini geliştirmede, değişik termokimyasal işlemler uygulanabilir (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Titanyum ve titanyum alaşımlarının üzerinde δ -TiN oluşturmak için fiziksel buhar biriktirme (PVD) gibi biriktirme prosesleri kullanıldığı gibi plazma nitrürleme gibi yüzey modifikasyonu içeren prosesler de kullanılmaktadır (Nolan, D., Huang., S. W., Leskovsek, V. & Braun, S., 2006). Titanyum alaşımlarının yüzeyinde oluşturulan δ -TiN tabakasını daha etkin hale getirmek için plazma nitrürleme + kimyasal buhar biriktirme (PACVD) ile δ -TiN tabakasının kalınlığını arttırmak mümkün olmaktadır (Bordji ve diğerleri, 1996).

Günümüzde termokimyasal metodların içinde, değişik elementlerin malzemenin yüzeyine difüzyonunu içeren yöntemler tercih edilmektedir. Böyle işlemlerle aşınma ve korozyon direnci artırılır, sürtünme katsayısı azaltılır ve kolaylıkla malzemenin yüzeyi sertleştirilebilir. Nitrürleme, karbürleme ve oksitleme işlemleri titanyum ve titanyum alaşımlarının yüzey özelliklerini geliştirmek için kullanılan en popüler termokimyasal işlemlerdir (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Aşınma direnci düşük olan titanyum alaşımlarının yüzeyinde termokimyasal işlemlerle sert bir tabaka oluşturulabilir. Titanyum alaşımlarının yüzey özelliklerini geliştirmek için kullanılan iyon implantasyonundaki esas düşünce, karbon veya azot iyonlarından herhangi birinin vasıtası ile yüzeyde karbür veya nitrür oluşmasını sağlamaktır. Bu elementlerden azot, sertleştirme ve mukavemetlendirme kabiliyeti en iyi olanıdır.

Plazma nitrürleme, nitrürlenmiş tabakaların derinliği ve bu tabakalardaki faz oluşumunun kontrolü gibi birçok avantajlara sahip olan termokimyasal işlemlerden biridir. Plazma nitrürleme, kısa işlem süresi gerektirir ve dolayısıyla oksitlenme gerçekleşmez. Değişik nitrürleme deneyleri 15 dakikadan 32 saate kadar işlem süreli, 400 °C'den 950 °C 'ye kadar değişik sıcaklıklarda yapılmıştır. Ti-10V-2Fe-3Al ve Ti-6Al-4V için 600'den 2000 HV'ye kadar mikrosertlik ve 50 µm kadar kalınlık değerlerinde bileşik tabaka elde edilmiştir. Bu tip işlemler özel araç ve yüksek iyon enerjisi gerektirmektedir. Plazma nitrürlemenin tek dezavantajı titanyum alaşımlarının yorulma mukavemetini düşürmesidir; Bununla birlikte; işlem sıcaklığının azaltılması ile bunun üstesinden gelinebileceği saptanmıştır (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

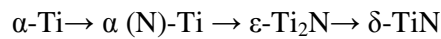
1100 °C işlem sıcaklığının üzerinde tetragonal kafes yapısında olan ϵ -Ti₂N tabakası stabil değildir. Böyle yüksek bir sıcaklıkta titanyum alaşımları nitrürlendiklerinde ϵ -Ti₂N tabakası oluşmaz (Molinari ve diğerleri, 1997). Titanyum nitrür tabakalar 700-1100 °C arasında azot difüzyonu sayesinde Ti-6Al-4V alaşımının nitrürlemesi ile elde edilir. Yüzeyde oluşturulan δ -TiN tabakası aşınma ve sürtünme özelliklerini

geliştirmede önerilir ve bundan aşınma davranışını geliştirmede yararlanılır. (Taktak ve Akbulut, 2006).

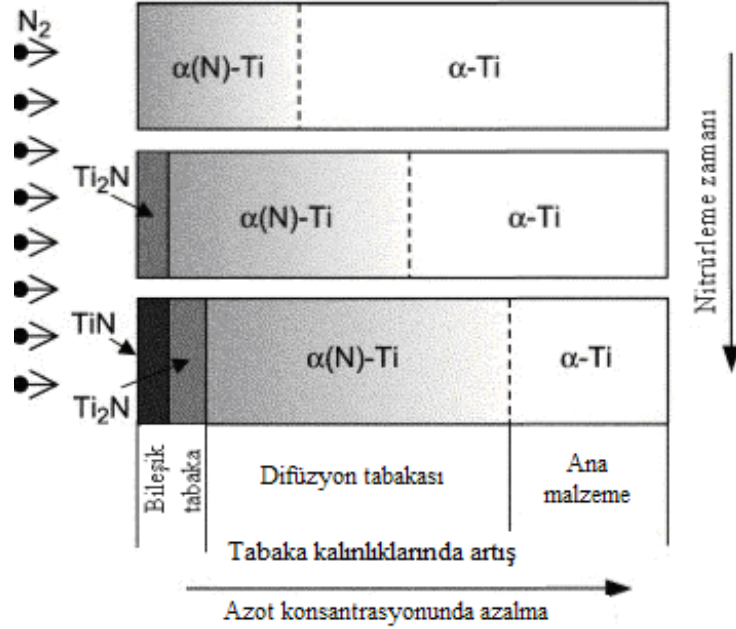
Nitrülenmemiş alaşımda yüzeydeki TiO_2 ile iyi korozyon direnci sağlanmakta, nitrülenmiş numunelerde ise, yüzey nitrürlerinin kimyasal ataletinden dolayı iyi korozyon davranışı sergilemektedirler (Rossi ve diğerleri, 2003). Demirdışı metallerin nitrülenmesinde karşımıza çıkan en önemli problemlerin başında bu metallerin genel olarak oksijene karşı afinitelerinin yüksek olmasından dolayı yüzeyinde oluşan oksit tabakasının, azotun difüzyonuna gösterdiği dirençtir.

Makine parçalarının aşınma direnci nitrürleme ile birçok çalışma şartlarında uygun sonuç verecek şekilde geliştirilmiş olup, burada aşınmaya karşı esas görevi sert nitrür tabakalarının sağladığı saptanmıştır.(Bacci ve diğerleri, 2000).

Titanyum alaşımlarında nitrür tabakalarının oluşumu karmaşık bir mekanizmaya sahiptir ve malzeme içinde ve gaz metal arası sınırdaki aynı zamanda gerçekleşen birkaç reaksiyonu içermektedir. Nitrürlemenin difüzyon işlemi kinetiği birkaç araştırmacı tarafından incelenmiştir. Titanyum içinde gaz nitrürleme sırasında nitrürlerin büyümesi ve oluşumu için basitleşmiş fiziksel bir model ortaya atılmıştır. Nitrürleme sırasında numune yüzeyinin faz geçişleri aşağıda yazıldığı gibidir.



Nitrürleme sırasında yüzey tabakalarının gelişimi Şekil 1.1’de şematik olarak görülmektedir. Yukarıda tanımlanan nitrür tabakaların oluşumu için fiziksel model, saf titanyum içinde azotun difüzyonunu varsayarak geliştirilmiştir ve Ti-N faz (Şekil 1.2) diyagramında difüzyon kuralları ile sonuç elde edilebilir (Zhecheva ve diğerleri, 2004).



Şekil 1.1 Titanyum nitrürleme süresince yüzey tabakalarının oluşumu ve büyüme kinetiğinin şematik gösterimi

Molinari ve arkadaşları 24 saatlik işlem süresinde 700, 800 ve 900 °C'de Ti-6Al-4V alaşımını plazma nitrürlemişlerdir. Nitrürleme sonucunda sırasıyla 1-2, 3-4 ve 5-7 µm'lik bileşik tabaka kalınlıkları elde etmişlerdir. Nitrürleme numuneleri farklı yük (50, 100, 200N) ve kayma hızlarında (0,3, 0,6, 0,8m/s) pim disk aşınma cihazıyla kuru kayma deneyleri yapmışlardır. Molinari, plazma nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımı üzerinde yapılan sürtünme grafiklerinde 2 veya 3 basamak gözlemiştir. Birinci basamakta aşınma sert nitrürlü tabakalar üzerinde devam etmekte, ikinci basamakta ise nitrürlü tabakaların aşınması ile ortaya çıkan difüzyon tabakası ve Ti6Al4V alaşımı üzerinde devam etmektedir. Ti6Al4V alaşımının aşınma direncinde plazma nitrürlemeden sonra artış olduğu saptanmıştır (Molinari ve diğerleri, 1997).

Patlatmalı şok işleminden sonra plazma nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının kuru aşınma davranışı bir pim disk aşınma cihazı kullanılarak incelenmiştir. Plazma nitrürleme 3, 6, 9 ve 12 saatlerde, üç farklı (700, 800 ve 900 °C) sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir. En küçük aşınma miktarının deneyler içerisinde 12 saat 900 °C'deki numunede olduğu saptanmıştır (Taktak ve Akbulut, 2006).

Molinari ve arkadaşları 800 °C gibi yüksek bir sıcaklıkta nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımında elde edilen bileşik tabakanın düşük yük ve düşük kayma hızlarında iyi bir aşınma davranışı gösterdiğini tespit etmişlerdir. Fakat bu numunelerde artan yük ve kayma hızlarında aşınma dirençlerinin düştüğünü ve bu artan yük ve kayma hızında daha yüksek aşınma direncini 900 °C'de nitrürlenmiş numunelerin gösterdiğini saptamışlardır. Bunun sebebini de yüksek yük ve yüksek aşınma hızlarında malzeme yüzeyindeki bileşik tabakanın aşınmasından sonra yüksek sıcaklıklarda nitrürlenmiş numunelerin difüzyon tabakaları daha kalın ve sertliği daha yüksek olduğu için daha yüksek aşınma direnci göstermesi olarak açıklamaktadırlar. Bu nedenle nitrürlenme işleminin mümkün olduğu kadar yüksek bir sıcaklıkta (örneğin 900 °C gibi) yapılması gereklidir. Nitrürlenme işlemi sonrası ancak bu durumda difüzyon tabakasının sertliği artmaktadır (Molinari ve diğerleri, 1997).

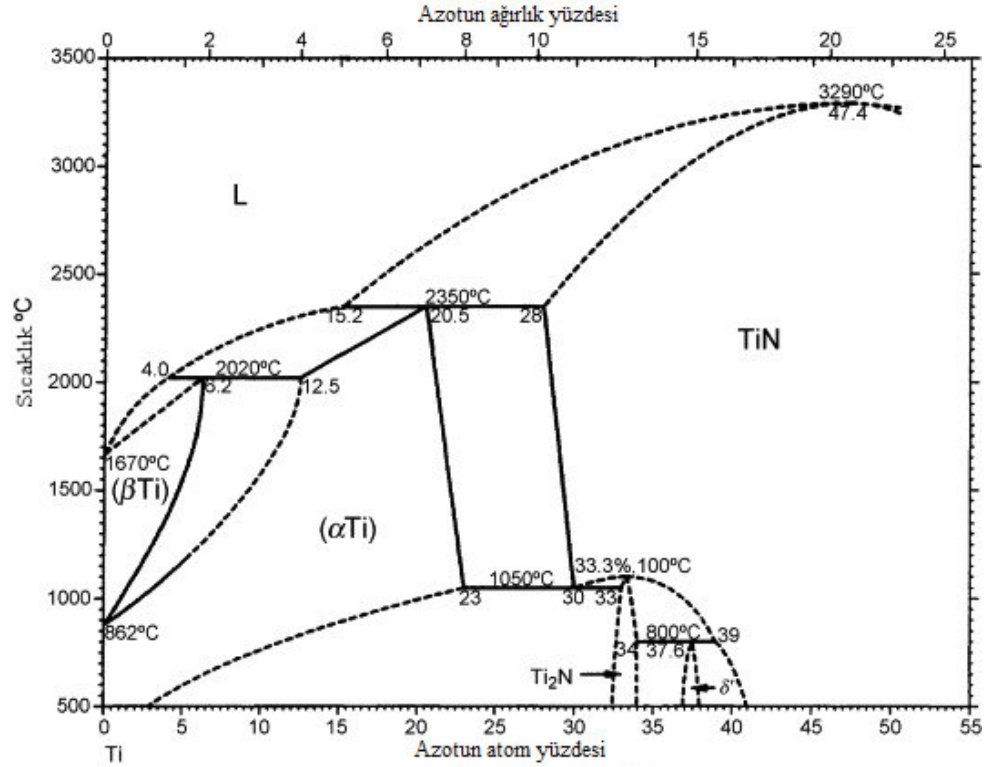
Titanyum ve titanyum alaşımlarının yüzey özellikleri malzemenin kimyasal kompozisyonuna ve nitrürlenme işlem parametrelerine güçlü şekilde bağlıdır. Nitrürlenmiş titanyum ve titanyum alaşımlarının karakteristikleri aşağıda özetlendiği gibidir.

- Malzemenin yüzeyi üzerinde δ -TiN ve ϵ -Ti₂N oluşumu
- Başlıca azotça zengin α -Ti katı çözeltisini içeren kalın difüzyon tabakası
- Malzemenin kimyasal kompozisyonuna ve işlem parametrelerine bağlı mikroyapısal değişimler
- Malzemenin kimyasal kompozisyonuna ve işlem parametrelerine bağlı yüzey sertliğinin yüksek değerleri; ve
- Nitrürlemeden önce ve sonra çok iyi korozyon direnci (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Titanyum nitrür yüksek sertlik, yüksek kimyasal ve fiziksel kararlılık, yüksek ergime noktası, iyi ısı ve elektriksel iletkenlik gibi onun benzersiz karakteristiği nedeniyle büyük teknolojik öneme sahiptir. Titanyum nitrür ayrıca yarı iletkenler için iyi bir iletken malzeme ve füzyon reaktörleri için umut verici olan bir malzemedir. Üstelik nitrürlenme titanyumu çok yönlü bir malzeme yapar. Titanyum ve onun alaşımları mükemmel mukavemet-ağırlık oranı, kırılma tokluğu, korozyon direnci ve

biyouyşabilirlięe sahiptir. Titanyum ve alaşımlarının nitr rlenmesi; aşınma karakterlerini,  atlak başlama, yorulma direnci ve malzemelerin bu sınıfı i in uygulama alanı geniřlemesi i in b y k bir potansiyele sahiptir. Bu uygulamalar tribolojik ve ortopedik alet, diřliler, valfler, pompalar ve iki y zeyin birbirine y k altında ve relatif hareketini i eren deęiřik m hendislik par alarını i erir. İlave olarak titanyum nitr r kaplanarak oluřturulan malzemeler kesme ve kalıp takımlarında kullanılır (Akbulut, Inal ve Zimmerly, 1999).

Metin ve Inal'ın Ti-TiN sisteminde bařarılı Ti-N faz diyagramı  alıřmaları vardır. Titanyum d ř k sıcaklıkta (hcp) α -faz ve 883 $^{\circ}\text{C}$ 'de y ksek sıcaklıkta (bcc) β -faz arasında allotropik ge iř g sterir. Faz diyagramlarında titanyumca zengin kısım deęiřmeden kalırken, δ -TiN ve ϵ -Ti₂N fazlarının     nebilirlik ve kararlılık aralıkları deęiřir. Y ksek sıcaklıkta arayer azot kararlılıęı kısmını Ti-N faz diyagramı g sterir. α -fazı McDonald ve Wallwork ve Wriedt'e g re %22 sınır kompozisyona kadar uzanır. Toth, Etchessahar ve arkadaşlarına g re bu deęer %25'tir. ϵ -Ti₂N fazı Ti-N, faz diyagramında homojenlięi  ok dar bir aralıkta ve tetragonal bir yapıdadır. Etchessahar ve arkadaşları     n rl k alanını 700-900 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkları i in %33.6-32.9 olduęunu  ne s rm řlerdir. Etchessahar'e g re ϵ fazının kararlılıęı 1065 $^{\circ}\text{C}$ 'ye (peritektoid sıcaklık) kadar uzanır. Rennback ve arkadaşları, Bars ve arkadaşları ve McDonald ve Wallwork sırasıyla bu fazın kararlılıęının 1593, 1350-1450 ve 1100 $^{\circ}\text{C}$ y kseęe kadar olduęunu  ne s rmektedirler. K bik δ -TiN fazı azot i in geniř     n rl k daęılımı g sterir. δ -TiN'nin maksimum azot     n rl ę n n %51 olduęu kabul edilebilir. Uzun periyotlu sertleřtirmelerden sonra Ti₄N₃ ve tetragonal δ' fazları sırasıyla Lengauer ve Etamayer ve Etchessahar ve arkadaşları tarafından tespit edilmiřtir. Nitr rleme kinetięi ve dif zyon  alıřmaları i in kullanılan dif zyon  rneklerinde, bu fazlar deneylerin kısa zamanlarından dolayı g r lmemektedir (Taktak ve Akbulut, 2004).



Şekil 1.2 Ti-N faz diyagramı

Bileşik tabakanın sertlik değeri genelde titanyum nitrür içeren faz kompozisyonu yüzünden çok yüksektir ve sertlik, doymamış çekirdek içinde matrisin ana mikrosertliğine uzanan difüzyon bölgesi boyunca düşmektedir. Araştırmacılar tarafından plazma nitrürlemeden sonra Ti6Al4V, Ti10V2Fe3Al ve Ti8Al1Mo1V için 600'den 2000 HV'ye kadar mikrosertlikte, 50 μ m kalınlığında bileşik tabaka saptamışlardır. 1,5-14 saatte, 700-1000 $^{\circ}$ C sıcaklıklarda plazma nitrürlemede Ti-6Al-4V'nin mikrosertliği 1700 HV'ye kadar yükselebilmektedir. Plazma nitrürleme için sıcaklık ve zaman etkisinin üstünde nitrür tabakaların karakteristiğini belirlemede gaz kompozisyonun da önemli rolü vardır. Tablo 1.1 900 $^{\circ}$ C, 14 saat için titanyum ve Ti-6Al-4V'nin plazma nitrürlenmesinden sonra bileşik tabakaların kalınlığı ve yüzey sertliği üzerinde gaz kompozisyonunun etkisini göstermektedir. Gaz kompozisyonunun titanyumun yüzey özellikleri ile bağımlılığı incelenmiştir. Azot-hidrojen gaz karışımları kullanıldığında nitrürlenebilme kabiliyetinde artış saptanmıştır (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Tablo 1.1 900 °C’de 14 saat plazma nitrülenmiş numunelerin yüzey sertliği ve bileşik tabaka kalınlığı üzerine gaz kompozisyonunun etkisi

Gaz kompozisyonu (%)		Yüzey sertliği		Bileşik tabaka kalınlığı (μm)	
N	H	Titanyum	Ti-6Al-4V	Titanyum	Ti-6Al-4V
100	-	945	808	7-8	5
80	20	1003	830	7	5-6

Elektrokimyasal teknikleri kullanarak parlak boşalmada nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının korozyon davranışı incelenmiştir. 5 wt% HCl gibi çok korozif ortamda titanyum alaşımı aşırı şekilde korozyona uğramış, nitrülenmiş numuneler buna direnç göstermiştir. Bununla birlikte 700 °C’de nitrülenmiş numuneler, 900 °C’de nitrülenmiş numunelerden daha kötü korozyon davranışına sahiptir. Bu durum, muhtemelen düşük sıcaklıkta oluşturulan nitrülenmiş tabaka içinde var olan ϵ nitridin δ nitrürden daha düşük korozyon direnci yüzündendir ve bu sıcaklıkta elde edilmiş modifiye tabakanın sınırlı kalınlığından dolayıdır (Rossi ve diğerleri, 2003).

Parlak boşalmalı iyon nitrürleme, işlem koşullarının çok yönlülüğünden dolayı çok ilginç bir tekniktir. Parlak boşalma iyon nitrürleme işlemi kısa işlem zamanı, titanyum alaşımları üzerinde çok sert, nitrülenmiş yüzey tabakaları elde etmek için kullanılan işlem olarak iyi bilinir. Aslında alaşımın kimyasal kompozisyonu ve çalışma koşullarının bir fonksiyonu olarak, iyon nitrürleme işlemi esasen değişik oranlarda δ (TiN kübik nitrürden kaynaklanan, 2400HV maksimum sertlik ile) ve ϵ (Ti₂N ile tetragonal bir nitrür ve 1600 HV’nin maksimum sertlik) fazlarını içeren sürekli bir yüzey tabakası (bileşik tabaka) üretir, ve α fazın azot (arayer katı çözeltisi, hcp titanyum, 1323 K ‘de 23 wt % maksimum azot içeriği ile) kristal yapısı ile karakterize edilmiş iç difüzyon tabakası $\alpha+\beta$ metal matrisinde gömülmüştür (Rossi ve diğerleri, 2003).

900 °C’de 12 saat plazma nitrürleme ile yapılan çalışmalarda üst tabakaların δ -TiN ve ϵ -Ti₂N çökeltilerini içerdiği ve takiben azot stabilize edilmiş tek faz α katı çözeltisi içerdiği saptanmıştır. Bu bölgenin üstünde rekristalize olmuş α fazı net bir şekilde görülebilir. β fazının hacimsel bölümünün yükselmesi, azot içeriğini düşürür.

Son olarak $\alpha+\beta$ karışım dengesini içeren iş parçası çekirdeğini içermektedir. Muraleedharan ve Meletis 16 saat 480 °C 'da yoğunlaşmış plazma ile Ti6Al4V alaşımını nitrürlemişler ve 1500 HV civarında sertlik elde etmişlerdir. Muraleedharan ve Meletis bileşik tabaka saf titanyumda Ti-6Al-4V'dan her zaman daha kalındır, buna karşın difüzyon tabakası tam tersidir. Rie ve Lampe, Bariskina ve arkadaşlarının benzer incelemelerinde, Al ilavesinin titanyuma azot difüzyon oranını artırdığını saptamışlardır. Rie ve Lampe Al içeren titanyum alaşımlarında Ti_2AlN fazı, $\delta-TiN$ ve $\epsilon-Ti_2N$ tabakası altında oluştuğunu bulmuşlardır (Inal ve diğerleri, 1999).

Titanyumun iyonitrürasyon işlemi ile ilgili literatür bilgileri sonucunda %20 H_2 ve %80 N_2 gaz kompozisyonunda malzeme yüzeyinde elde edilen sertlik ve tabaka kalınlığının bir maksimum gösterdiği görülmektedir. Ayrıca titanyum alaşımlarının plazma nitrülenmesinde 2-15 saat işlem süresi ve 700-1000 °C sıcaklık işlem parametreleri seçilerek uygulama yapmanın mümkün olduğu saptanmıştır. Çalışmada titanyum alaşımlarının plazma nitrülenerek yüzeyde oluşturulan bileşik ve difüzyon tabakaları ile aşınma direnci ve yüzey sertliklerindeki artışlar saptanmaktadır.

BÖLÜM İKİ

PLAZMA VE PLAZMA İLE YÜZEY SERTLEŞTİRME

2.1 Plazma

Maddenin katı, sıvı, gaz ve plazma olmak üzere 4 hali vardır. Bu haller arasındaki asıl fark sahip oldukları enerjidir. Yani maddenin konumunun değiştirilmesi, maddeye verilecek veya maddeden alınacak enerji ile ilgilidir. Örneğin katı haldeki bir maddeye, enerji vererek sıvı, sıvı hale enerji vererek gaz ve gaz durumundaki maddeye de belirli bir enerji vererek plazma haline geçirmek mümkündür. Bu işlemin tersi yapılarak da yani verilen bu enerjileri geri alarakta maddeyi tekrar plazma halinden gaz, sıvı ve katı hale geçirmek mümkündür.

$\text{Katı} + E_{\text{erg}} \leftrightarrow \text{Sıvı (Ergitme)}$

$\text{Sıvı} + E_{\text{buh}} \leftrightarrow \text{Gaz (Buharlaştırma)}$

$\text{Gaz} + E_{\text{iyon}} \leftrightarrow \text{Plazma (İyonize Etme)}$

Plazma, içerisinde iyon, elektron, uyarılmış atom, foton ve nötral atom veya molekül içeren bir karışımdır. Bir atoma iyonizasyon enerjisinden daha büyük bir enerji verilirse atom iyonize olur. Bu işlem eğer gaz kütlesi için gerçekleştirilirse plazma elde edilmiş olur. Pratikte plazma, ısı enerjisi verilerek, ışınla veya elektriksel boşalma ile elde edilir. Plazma elde etme yöntemlerinin en önemlisi ve en yaygın olarak kullanılanı elektriki boşalmadır.

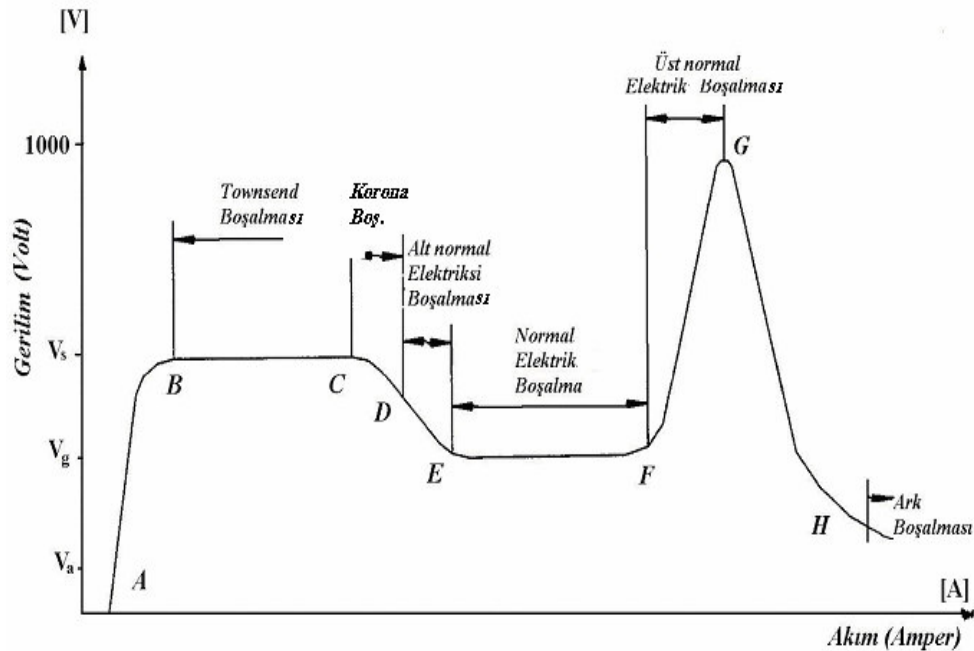
2.1.1 Elektrik Boşalma Mekanizması

Bir elektrik gerilim kaynağı gaz içinde bulunan iki iletken plaka arasına bağlanırsa, belirli şartlar gerçekleştirildiği takdirde, yani tatbik edilen gerilim plakalar arasındaki gazın delinme geriliminin üzerinde ise, bu iki plaka arasında bir elektrik boşalması olur ve bu iki iletken plaka arasında bir elektrik akımı akar. Burada akan akımın büyüklüğüne göre ortaya çıkan elektrik boşalması sistemleri sınıflandırılmıştır. Eğer

boşalmada akan akımın şiddeti 10 amperden büyük ise elde edilen sistem elektrik arkı adını alır. Normal halde gazlar yalıtkandır. Ancak gaz iyonize edilirse (plazma) iletken olur. Bir atomun iyonize olması demek, çekirdeğin etrafındaki elektronlardan en az birini kaybedip pozitif yüklü hale gelmesi demektir. Bunun için atoma dışardan o atomun iyonizasyon enerjisinden daha büyük bir enerji vermek gerekir.

2.1.2 Parlak Boşalma (Glow Discharge)

Yüzey mühendisliği uygulamalarında glow discharge (Parlak Boşalma) bir doğru akım kaynağından veya bir alternatif akım kaynağından oluşturulmaktadır. Yüzey sertleştirme işlemlerinde yalnız doğru akım parlak boşalması (glow discharge) yaygın olarak kullanılmaktadır.



Şekil 2.1 Doğru akımda elektrik boşalması çeşitleri ve bu boşalmalardaki gerilim-akım ilişkileri

Bir glow discharge plazması, iki elektrod arasına birkaç yüz voltluk potansiyel farkı uygulanmasıyla 10 mbar kadar düşük bir basınçta oluşturulabilir. İlave olunan gaz, meydana gelen elektrik alanı içerisinde iyonlaşır ve glow discharge ile birlikte bir parlama olayı görülür.

Bir iyonitrürleme sisteminde kullanılan doğru akım için akım ve gerilim arasındaki bağıntı Şekil 2.1’de gösterilmiştir. Bu, şekildeki eğrinin F-G arasındaki instabil plazma bölgesinde yapılır. Nüfuziyetin yüksek olması ve işlemin kısa sürede yapılabilmesi için eğrinin G noktasına yakın çalışmak gerekir. Ancak plazma bu nokta civarında instabil olduğundan sık sık ark teşekkül edebilir. Ark olayı malzemenin yüzeyini bozar. Bu nedenle ark olaylarını önlemek ve stabilitenin temin edilebilmesi amacıyla güç kaynağında çeşitli kontrol sistemleri kullanmak gereklidir. Bu kontrol sistemleri çıkış gerilimini, akımını, gerilim artış hızını, akım artış hızını ve sıcaklığı kontrol altında tutarlar. Bu ayar olanakları sayesinde nitrürlenmiş tabaka kalınlığı ve yapısı istenen en iyi sonucu verecek şekilde değiştirilebilir.

2.1.3 Plazmanın Özellikleri

Plazmanın kendine has özellikleri vardır. Bu özellikler;

a) Plazma dış ortama karşı elektriki olarak nötrdür. Yani plazma içerisindeki pozitif yüklerin sayısı, negatif yüklerin sayısına eşittir.

b).Plazma içerisinde disosyasyon, iyonizasyon ve bu olayların tersi olan rekombinasyon olayları sürekli meydana gelir. Bu olaylar kendi aralarında plazma içerisinde bir dinamik denge halinde bulunurlar.

c) Plazma iyi bir elektrik ve ısı iletkenidir. Plazma içerisindeki parçacıklar (iyon ve elektronlar) bir enerji taşıyıcısıdır. Dolayısıyla elektrik ve ısı enerjisini de taşırlar. Plazma içerisindeki hızlarının yüksek oluşu nedeniyle özellikle elektronlar elektrik ve ısı iletiminde esas rolü oynarlar.

d) Plazma rotasyonsimetrik bir yapıya sahiptir. Buradaki silindirik simetrisini sağlayan katoddan çıkıp, anoda kadar kendini idame ettiren plazma akışıdır.

e) Plazma yüksek sıcaklık ve enerji yoğunluğuna sahiptir. Plazmanın sıcaklığı, enerji yoğunluğu, iyonizasyon derecesi (iyonize olmuş atom sayısının toplam atom sayısına oranı) ve plazma çıkış hızı (elektron hızı) plazma ekseninde maksimum olup, radyal yönde dışa doğru bu değerler hızla azalır.

f) Plazmaya elektrik ve manyetik alanla etki edilebilir. Elektrik ve manyetik alan içerisindeki bir yüklü parçacığa etkiyen kuvvet $F=q.E+q.(V \times B)$ olarak verilir. Burada $q.E$ elektrik alanının yüklü parçacığa etki ettirdiği kuvvet olup, bu kuvvetin oluşması yüklü parçacığın hareketli olmasını gerektirmeyip, bu kuvvet yüklü parçacıkların anod-katod doğrultusunda hareketini (enerjisini), dolayısıyla plazma akış hızını meydana getirir. $q(V \times B)$ ise, B indüksiyonuna sahip bir manyetik alan içerisindeki V hızına sahip bir q yüküne B magnetik alanından etkiyen kuvvet olup, bu Lorentz kuvveti olarak bilinir. Lorentz kuvveti daima hız yönüne diktir. Bu nedenle elektrik alanının aksine manyetik alan, yüklü parçacığın enerjisine tesir etmez. Sadece yüklü parçacığın hızının yönünü değiştirir. Hızın büyüklüğüne bir etkisi olmaz.

g) Plazmayı magnetik ve termik olarak sıkıştırmak, dolayısıyla enerji yoğunluğunu ve sıcaklığını sınırsız bir şekilde yükseltmek mümkündür.

2.1.4 Plazma Çeşitleri

En iyi sınıflandırma, plazma içindeki basınca göre yapılabilir. Buna göre plazma üç gruba ayrılır.

- a) Düşük basınç plazmaları $P < 1,3 \cdot 10^2$ Pa
- b) Orta basınç plazmaları $1,3 \cdot 10^2 < P < 1,33 \cdot 10^4$ Pa
- c) Yüksek basınç plazmaları $P > 1,33 \cdot 10^4$ Pa

Plazma içerisindeki yüksek basınç, yüksek elektrik alanı ve yüksek yüklü parçacık yoğunluğuna neden olur. Yüklü parçacık yoğunluğu, atomlarla elektronların elastik olmayan çarpışması neticesi ortaya çıkan iyonizasyon ihtimaline bağlıdır.

Basıncı 1 bar'dan küçük olan plazmaları, pozitif iyonlar, nötral atomlar ve elektronların oluşturduğu üç gazdan meydana gelmiş olarak düşünebiliriz. Bu durumda termik denge yoktur. Termik dengenin olması için elektronların sıcaklığı plazma sıcaklığına eşit olmalıdır. Yüksek basınç plazmalarında termik denge vardır.

Plazma endüstride;

- Plazma kaynağında,
- Ergitme ocaklarında,
- Plazma ile kesme ve işlemede,
- İyon implantasyon işleminde,
- Yüzey kaplamada,
- Isıl işlemede,
- Atom santrallerinde yüksek sıcaklık eldesinde,
- MHD generatörlerinde enerji eldesinde,
- Alaşım eldesinde,
- Direk redüksiyonda kullanılmaktadır (Karadeniz, 1984).

2.2 Plazma ile Yüzey Sertleştirme

Malzemelerin tribolojik özelliklerini iyileştirmek, yüzey sertliğini, aşınma direncini ve yorulma dayanımını artırmak amacıyla yapılan birçok yüzey işlem tekniği mevcuttur. Genel olarak termokimyasal işlemler katı, sıvı veya gaz ortamında gerçekleştirilir. Son yıllardaki uygulamalarda, bu işlemlerin çoğu için elektriki boşalma (glow discharge) ortamı kullanılmaya başlanılmıştır. Maddenin katı, sıvı, gaz ve plazma olmak üzere 4 hali vardır. Pratikte plazma, ısı enerjisi verilerek, ışınlı veya elektriksel boşalma ile elde edilir. Plazma elde etme yöntemlerinin en önemlisi ve en yaygın olarak kullanılanı elektriki boşalımadır.

Yüzey işlemlerinde plazma ortamının kullanılması yaygınlaşarak devam etmektedir. Bu yöntemin temelleri yaklaşık 70 yıl önce Bernhard Berghaus

tarafından atılmış ve günümüzde endüstri için vazgeçilmez bir unsur olmuştur. Plazma destekli yayınım işlemlerinde amaç, karbon veya azot gibi ara yer atomlarını parça yüzeyine göndermektir. Bu atomlar malzeme içerisinde bulunan alaşım elementleriyle birleşerek aşınma ve korozyona dayanıklı bir yapı oluşturur. (Çelik vd. 2002)

2.2.1 Plazma ile Nitrasyon (İyonitrürasyon)

Son yıllarda plazma ile nitrüleme yöntemi, bilinen nitrüleme yöntemlerine göre birçok avantaja sahip olması nedeniyle endüstrinin ilgisini çekmektedir. Yüzey sertliği ve sertleşme derinliği işlem zamanına, sıcaklığına, gaz karışımına ve malzemenin alaşım içeriğine bağlıdır. Gaz, tuz ve iyon (plazma) nitrürasyonu olmak üzere değişik nitrürasyon teknikleri vardır. Malzemelerin yüzeylerine azot verilerek uygulanan nitrürasyon işleminde uygulama süresinin çok uzun olması, bu sürenin kısaltılması yönünde araştırmacıları sürekli meşgul etmiştir.

Plazma ile nitrüleme işlemi, özellikle biomedikal uygulamalarda, motor pistonlarında, krank millerinde, valflerde, kam milinde, dişlilerde, matkap, zımba gibi kesici takımlarda, derin çekilebilen malzemelerde, dönme ve eğilmeye maruz kalan tüm makina parçalarında kullanılmaktadır. Bu işlemin ekonomik ve kolay uygulanabilmesi endüstride kullanım alanını artırmıştır.

2.2.1.1 İyonitrürasyon Mekanizması

İyon nitrüleme teknolojisi B.Berghaus tarafından 1932 yılında Almanya’da keşfedildi ve endüstriyel uygulaması Almanya ve İsviçre’de 1967 yılında başladı. Yöntemin farkına varılarak, değişik uygulamaları için geliştirme çalışmalarına başlandı ve Japonya’da 1973 yılında başarıya ulaşıldı.

İyonitrürasyon enerji ve kütle transfer mekanizması: İş parçası, güç kaynağının negatif (-) kutbuna, vakum kabıda pozitif (+) kutbuna bağlanmıştır. Yüksek voltajlı

elektrik enerjisi azot gazından azot iyonları elde etmek için kullanılır. Pozitif yüklü iyonlar, elektrik alanı ile hızlandırılırlar ve katod olan iş parçası üzerine çarptırılırlar. İyon bombardımanı, iş parçası yüzeyinde saçılma olarak bilinen, atomik seviyede bir temizleme yapar. Bu, iş parçasının yüzeyinin ısınmasına ve yüzeye azot yayınmasına neden olur. Bu işlem, azot ihtiva eden bir atmosferde, çok düşük bir basınç altındaki vakum kabı içerisinde yapılır. İşlem esnasındaki basınç 0.1-10 mbar arasındadır.

İyonitürasyon olayını en iyi açıklayan modellerin başında Edenhofer modeli gelmektedir. Bu modele göre anod-katod arasındaki gerilim düşümü dolayısıyla hızlanan yüklü parçacıklar çarpışma ile katod önünde gaz atomlarını iyonize ederler, ortaya çıkan iyonlar, pozitif yük taşıyıcısı halinde metal yüzeyine çarparlar. Anod katod arasında gerilim düşümü lineer olmayıp, düşümün hemen hemen tamamı katodun birkaç milimetre önünde gerçekleştiğinden bütün çarpışma ve iyonizasyonun tamamına yakını bu bölgede cereyan eder. Katod (iş parçası) üzerinde oluşan çizgi halindeki parlaklık iş parçasının kenarlarını takip ettiğinden bütün yüzey (delikli, düz karmaşık vs.) homojen iyon bombardımanına maruz kalır ve malzeme yüzeyinde homojen sertleşme derinliği elde edilir.

İyonitürasyonda işlem kabı içindeki basınç 0,1-1,0 Torr aralığında, anod-katod (iş parçası) arasına tatbik edilen doğru akımın gerilimi 100-1500 Volt aralığında, iş parçası üzerine gelen akım yoğunluğu da 100-1000 Am⁻² arasında değişmektedir. Kullanılan gaz N₂+H₂ karışımıdır. İşlemden anod-katod arasına tatbik edilen elektriki gerilim sayesinde anod-katod arasında bir parlak (ışıklı) boşalma olmakta ve bir plazma ortamı oluşmaktadır. Plazma içine giren N₂ ve H₂ molekülleri plazma içindeki hareketli parçacıklara (örneğin elektron ve iyonlara) çarparak disosye olup atomlarına ve akabinde de iyonize olup iyon ve elektronlarına ayrılmaktadırlar. Oluşan gaz iyonları (N⁺¹, H⁺¹) anod-katod arasına tatbik edilen gerilim (U) sonucu anod-katod arasında oluşan elektrik alanı $E=U/l$ (l = anod-katod arası uzaklık) etkisinde kalarak $F=q.E$ kuvveti ile katoda (iş parçasına) yönelip, sonuçta belirli bir hız ve kinetik enerji ile iş parçasına (katoda) çarpılmaktadırlar. Pozitif iyonlar negatif kutup olan iş parçasına çarparak parça yüzeyinden içeriye doğru difüze olurken, bir kısım enerji ısı enerjisine dönüşür ve iş parçasını ısıtır. Bu arada iyonların iş

parçasına çarpmasındaki enerjinin bir kısmı da iş parçasından parçacık (elektron, iyon, atom) kopartarak saçılma oluşturur. Burada işlem parametrelerinden biri olan malzeme sıcaklığı, anod-katod arasına tatbik edilen gerilimin değiştirilmesiyle ayarlanır. İşlem süresi şartlara bağlı olarak 10 dakika ile 20 saat arasında değişebilmektedir.

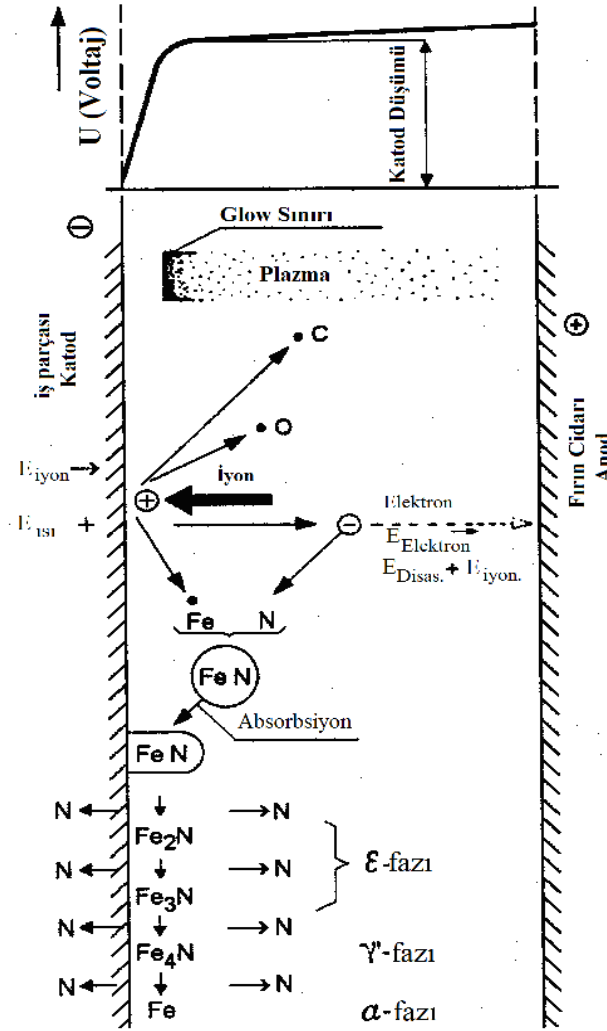
İyonlar yüzeye çarpınca şu olaylar meydana gelir;

a) Saçılma olayı: Yüzeye çarpan iyonlar yüzeyde yüksek sıcaklıklar oluşturarak buharlaşmaya yol açarlar. Bunun sonucunda iş parçası yüzeyindeki demir ve diğer alaşım elemanları atomları ve diğer metalik olmayan element atomları (C, O, N) ile elektronlar yüzeyden uzaklaştırılır. Malzeme yüzeyine saçılma işlemi uygulanarak yüzey sertleştirmeye elverişli temiz bir yüzey tabakasının elde edilmesi sağlanır.

b) Isınma: Yüzeye çarpan iyonlar iş parçasının içine doğru nüfuz ederken, kalan iyon enerjisi ısıya dönüşür. Bu ısı enerjisi parçanın istenilen sıcaklığa kadar ısınmasını sağlar.

c) Birikme: Yüzeye çarpan iyonların bir kısmı iş parçasına yayınırken, bir kısmı saçılma olayını sağlar. Saçılan demir atomları ile yüksek enerjili azot atomları yüzey civarında FeN şeklinde birleşip metal yüzeyinde birikebilirler. FeN sıcak metal yüzeyinde kararsızdır. Bundan dolayı kararlı diğer nitrürlere dönüşürler (Fe_2N , Fe_3N , Fe_4N). Dönüşme sırasında serbest kalan azot atomları metale difüze olur veya plazmaya döner.

Saçılma ve birikme önemli ölçüde kullanılan gaza bağlıdır. Ayrıca basıncı ve voltajı değiştirmek suretiyle bu iki olayın oluşumunu değiştirmek mümkündür. Örneğin gaz basıncının azaltılması (partiküler yoğunluğunun azaltılması) yüzeyden saçılan atomların serbest yol mesafesini arttırmakta, demir ile azotun birleşme olasılığını azaltmaktadır.



Şekil 2.2 İyonitürasyon işlemi mekanizması

İyon nitürasyonu açıklayan bir diğer model ise boş köşe+N iyonu çifti oluşumudur. Bu görüşe göre iyon bombardımanı metal yüzeyinde kristal hataları oluşturmakta ve N iyonları ile meydana gelen bu hatalarda boş köşeler birleşerek stabil boş köşe+N iyonu çiftleri ortaya çıkmaktadır. Metal içine yayılan bu çiftlerin difüzyonu yeralan difüzyonudur ve azot atomunun arayer difüzyonundan daha hızlı olarak gerçekleşir (Karadeniz, 1990).

Her iki görüşte açıklandığı gibi iyonitürasyon işlemi sonuç olarak bir difüzyon olayıdır. Nitür tabakasının mikroyapısı azot atomlarının difüzyon oranına bağlı olarak şekillenecektir. Difüzyon mekanizması aşağıdakilere bağlıdır;

1. Malzemenin bileşimi
2. Konsantrasyon gradyanı
3. Sıcaklık
4. Zaman

1- Malzemenin bileşimi: Alaşım elementlerinin nitrür tabakası oluşumunda önemli rolleri vardır. Nitrür tabakasının sertliği, kalınlığı ve mikroskobik yapısı büyük oranda malzemenin içerdği alaşım elementleri miktarına bağlıdır.

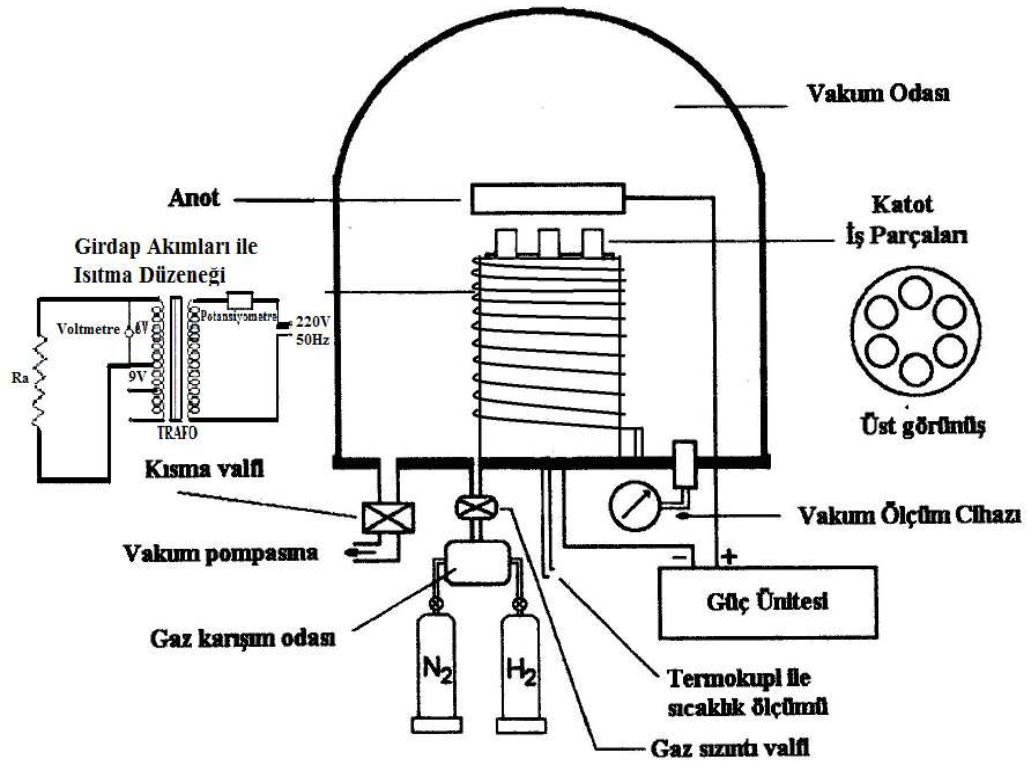
2- Konsantrasyon farkı: İyonitrürasyon işlemi sırasında ortama verilen gaz karışım oranları oluşan nitrür tabakasının yapısını etkilemektedir. İyonitrasyon işleminde kullanılan gaz karışımı genellikle H_2 ve N_2 gazlarının farklı oranlarda bileşiminden oluşmaktadır. Hidrojen atomunun iyonizasyon enerjisi 13,5 eV ve azot atomunun iyonizasyon enerjisi ise 14,54 eV değerindedir. Dolayısıyla hidrojen gazı, anot ile katod arasına uygulanan düşük gerilim değerlerinde (400-450 V) bile iyonize olacak ve oluşan hidrojen iyonları katoda çarparak hem saçılma olayını gerçekleştirecek hem de iş parçasının ısınmasını sağlayacaktır. Azot gazı ise iyonize olmak için sistemden daha büyük enerji alacaktır ve aldığı bu büyük enerjiyi katoda çarptığında verecek, dolayısıyla iş parçasının sıcaklığının artmasında daha etkili olacaktır.

3- Sıcaklık: Sıcaklığın difüzyonu artırıcı etkisi bilinmektedir. İyonitrasyon işleminde de sıcaklığın nitrür tabakasının sertliği, kalınlığı ve mikroskobik yapısına etkisi büyüktür. Sıcaklık artışı ile birlikte difüzyon hızı artmaktadır ve sıcaklık artışı ile birlikte beyaz tabakayı oluşturan fazlar da oluşmaya başlar. Dolayısıyla sıcaklık artışına bağımlı olarak difüzyon tabakası kalınlığı da artmaktadır. İyonitrürasyon işlemi yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilirse malzemeye bağlı olarak temperleme etkisiyle nitrür taneleri büyüyerek kaba taneli bir yapı olabilir ve sertliği düşebilir.

4- Zaman: İşlem süresi özellikle nitrür tabakası kalınlığında etkili olmaktadır. Artan işlem süresi ile birlikte azot atomlarının daha derinlere difüzyonu mümkün olmaktadır.

2.2.1.2 İyonitrürasyon Düzeneği Ekipmanları

İyonitrürasyon ünitesinin en önemli elemanları vakum pompası, iyonitrürasyon (işlem) odası, gaz tüpleri, dağıtım sistemi ve yüksek gerilim çıkışına sahip doğru akım kaynağıdır (Şekil 2.3). Bunların yanında iyonitrürasyonu yapılan parçanın sıcaklığını ölçen bir sıcaklık ölçer, işlem odasının basıncını ölçen bir basınç ölçer, gaz miktarını ayarlayan hassas iğne vanalar işlemdedir yardımcı elemanlardır.



Şekil 2.3 İyonitrürasyon ünitesi şeması

2.2.1.2.1 Vakum Pompası. İyonitrürasyon düzeneğinin temel elemanlarından birisi olan vakum pompası istenen vakumu kısa bir sürede sağlayacak şekilde seçilir.

2.2.1.2.2 Vakum Kabı. Vakum kabı, ierisine ilevi olan elemanları alabilecek minimum byklkte olmalıdır. Bunun nedeni, vakuma alınacak hacmin mmkn olduėunca kk tutulmasıdır. Vakum kabı, birbirleriyle sızdırmazlık elemanı ile irtibatlandırılmış biri sabit, diėeri hareketli (hareketli kısım fanustur) iki temel kısımdan ibarettir. Hareketli kısım ilem esnasındaki olayları izleyebilmek iin vakuma dayanıklı camdan olabileceėi gibi, zerine cam pencere takılmış metal bir silindir de olabilir. Bu durumda, fanus anod (+u) olarak kullanılabilir. Vakum kabının en nemli elemanı sabit kısım olan ve zerine baėlantıların yapıldıėı kısımdır. Bu sabit kısım tabla olarak adlandırılır. Tabla, paslanmayı nlemek aısından paslanmaz elikten imal edilebileceėi gibi karbonlu elikten de olabilir. Bir tabla zerinde řu elemanlar bulunmalıdır.

- Vakum giriři
- Elektriki baėlantılar
- Gaz giriřleri ve hava giriři
- Basın lme baėlantısı
- Sıcaklık lme baėlantısı

Sistemde istenilen vakum deėerine ulařılması ve ilemin hatasız gerekleřtirilebilmesi bu baėlantıların sızdırmaz olması ile mmkndr. Vakum giriři, pompa ile vakum kabını birleřtiren bir borudan ibarettir. Azot, hidrojen ve hava giriřleri tablaya tek bir baėlantı ile yapılmıř ve gaz karıřımı daha nceden saėlanarak vakuma verilmiřtir. Gaz giriřlerinin vakum giriřinden mmkn olduėunca uzak tutulması tavsiye edilir. Parlak bořalmanın iř parası ile anod olarak kullanılan ubuėun ucu arasında oluřmasını saėlamak iin anod ve katodun kap ierisindeki kısımlarının zeri seramik ile izole edilmelidir. Seramik malzeme sıcaktan etkilenmemektedir.

2.2.1.2.3 G Kaynaėı. İyonitrrasyon dzeneėinin saėlıklı alıřmasını saėlayan en nemli kısımlardan birisidir.

2.2.1.2.4 Gaz Tüpleri. İyonitrürasyonda kullanılan gazlar N_2+H_2 , N_2+H_2+Ar olabildiği gibi amaca göre bunlara hidrokarbon gazı ilave edilmiş karışımlarda kullanılabilir. Azot gazı nitrürlemeyi sağlarken hidrojen gazıda azottan daha düşük disasyasyon ve iyonizasyon enerjisine sahip olduğundan dolayı Parlak Boşalma olayını başlatabilmek açısından gereklidir. Hidrojen aynı zamanda metal yüzeyinde oluşan saçılmayı arttırarak, oluşan beyaz tabakanın azaltılmasını, hatta yok edilmesini sağlar. Tüpten sonra vakuma verilen gaz miktarını çok hassas ayarlayabilmek için iğneli vanalar kullanılır.

Tablo 2.1 Bazı gazlara ait disasyasyon ve iyonizasyon enerjileri

<i>Hidrojen</i>		<i>Azot</i>		<i>Argon</i>	
$H_2 \leftrightarrow 2H$	4.477 eV	$N_2 \leftrightarrow 2N$	9.764 eV	$Ar \leftrightarrow Ar^+ + e$	15.76 eV
$H \leftrightarrow H^+ + e$	13.595 eV	$N \leftrightarrow N^+ + e$	14.54 eV	$Ar^+ \leftrightarrow Ar^{++} + e$	27.64 eV
		$N^+ \leftrightarrow N^{++} + e$	29.6 eV		

2.2.1.2.5 Dışarıdan Isıtma Düzeneği. İyonitrürasyon yöntemiyle yüzey özelliklerinin geliştirilmesinde malzeme sıcaklığının arttırılması nitrür tabakası kalınlığının arttırılması için düşünülmüştür. Ancak yöntemin vakumlu ortamda gerçekleşmesi nedeniyle malzemenin geleneksel yöntemlerle dışarıdan ısıtılmasını imkansız hale getirmektedir. Çünkü geleneksel yöntemlerde ısı transferi taşınım, iletim veya ışınlama meydana gelir ve dolayısıyla vakumlu ortamda ısı transferi mümkün değildir. Oysa girdap akımlarında herhangi bir ısı transferi yoktur ve vakumlu ortam olması da herhangi bir engel teşkil etmemektedir. Bu yöntemde ısı üretimi direk olarak malzeme üzerinde gerçekleşmektedir. Bu nedenle plazma nitrürleme yönteminde dışardan ısıtma sistemi girdap akımlarından faydalanılarak yapılmıştır.

Girdap akımını kavrayabilmek için indüksiyon olayının bilinmesi gerekir. Bir elektrik iletkeni değişken bir magnetik alan etkisinde kalırsa o iletken içinde bir elektromotor kuvvet indüklenir ve eğer bu iletken bir kapalı elektrik devresi

oluşturuyorsa bu devreden bir elektrik akımı akar. İndüklenen bu elektromotor kuvvete indüksiyon elektromotor kuvveti, burada akan elektrik akımına indüksiyon akımı ve bu olaya da endüksiyon olayı adı verilir. İndüksiyon akımı kendisini oluşturan sebebi yokedecek yönde akar (Lenz kaidesi). İndüksiyon elektromotor kuvveti $\epsilon = -d\psi/dt$ ile verilir. Burada $d\psi/dt$ iletken etki eden magnetik akının zamana bağlı olarak değişimidir. İndüksiyon akımını değişken magnetik alan oluşturur. Ancak indüksiyon akımı elektrik akımıdır, onu oluşturan alan magnetik akıdır ve ikisi farklı büyüklüklerdir ve birbirlerine direk etki edemezler. Bu nedenle indüksiyon akımı kendi oluşturduğu magnetik alanla kendini oluşturan sebebi (değişken alan) yokedecek şekilde çalışır. Yani indüksiyon akımı öyle bir yönde akar ki, onun oluşturduğu magnetik alanın yönü, indüksiyon akımını oluşturan magnetik alan yönüne sürekli ters olsun.

Pratikte üç çeşit indüksiyon vardır. Bunlar; Self indüksiyon, Transformasyon indüksiyonu, ve Hareket indüksiyonu. Transformasyon indüksiyonu; Magnetik olarak birbirine bağlı (birinin içinden geçen magnetik alanın bir kısmı veya tamamı diğerinin içinden de geçiyorsa) iki bobinin birinden değişken bir elektrik akımı geçirilirse, bu bobinde değişken bir magnetik alan oluşur, bu alan ikinci bobinden de geçtiği için ikinci bobinin iletkenlerinde (sargılarında) indüksiyon elektromotor kuvveti indüklenir ve bu ikinci bobin bir kapalı elektirik devresi oluşturursa bu devreden bir indüksiyon akımı akar, buna transformasyon indüksiyonu adı verilir ve bu olay transformatörlerin prensibini oluşturur. Burada akan indüksiyon akımının oluşturduğu magnetik alan da, indüksiyon akımını oluşturan magnetik alana terstir.

Girdap akımı da bir indüksiyon akımıdır ve değişik şekillerde oluşturulabilir. Sabit bir iletken kütleden değişken bir magnetik alan geçerse, sabit iletken kütle içerisinde girdap akımı oluşur. Transformatörlerde olduğu gibi. Burada iletken kütle transformatörlerdeki sekonder yerine geçer. Girdap akımlar, pratikte iki şekilde uygulama alanı bulur. Birincisi girdap akımlarının aktığı iletken kütlelerde oluşturdukları, akımın karesiyle orantılı olan Joule kaybının ($E = I^2 \cdot R \cdot t$) ortaya çıkardığı enerjiden yararlanma. İndüksiyon ocakları, indüksiyon bobinleri bunun uygulamasıdır. İkincisi ise girdap akımlarından haberci olarak yararlanmaktır.

Burada da girdap akımları aktıktarı kütle içinden haber getirirler. Girdap akımları ile malzeme muayenesi bunun uygulamasıdır.

Dışardan ısıtma düzeneğinde bulunan trafo, primere uygulanan şebeke gerilim değerini düşürerek aynı frekansta sekondere aktarmada kullanılmıştır. Ra direncine sahip bobin seramik bir borunun üzerine tel sarılarak oluşturulmuştur. Böylece seramik boru içerisinde bulunan malzeme içerisinde oluşturulan girdap akımları ile numuneler ısıtılmaktadır. Dışardan ısıtma düzeneği için 250 watt kademeli trafo, 1,2 ohm direnç, seramik silindir, gerilim ayarlayıcı potansiyometre, 1350 °C'ye kadar dayanıklı yanmaz kablo ve gerilim ölçümü için voltmetre kullanılmıştır. 9V gerilim sisteme uygulandığında 25 dakika sonunda ulaşılabilecek maksimum sıcaklık 150 °C'dir.

2.2.1.3 İyonitrürasyonun Avantajları

Son yıllarda dünyada endüstriyel olarak kullanımı yaygınlaşan ve ülkemizde de yeni yeni uygulama alanı bulan nitrürleme sistemleri endüstriyel açıdan birçok avantaja sahiptir. Bu avantajları özetleyecek olursak,

1) İyon nitrürleme termokimyasal bir yöntemdir, plazma içinde zehirli olmayan maddeler kullanılır, böylece işletme ortamı çok temizdir ve çevre kirliliği yaratacak etmenlere sahip değildir.

2) Geleneksel metodlarla karşılaştırıldığında, iyonize olan gazın saçılma davranışından yararlanıldığından işlem zamanı daha kısadır. İşlem zamanı iyon nitrürlemede 15-20 dk'dan 48 saate kadar değişirken, gaz nitrürleme de 80 ila 100 saat arasında değişmektedir

3) Parlak boşalma ile iş parçası direkt ısıtıldığından, iş parçasını ısıtmak ve sıcaklığını korumak için ilave ekipmanlara gereksinim yoktur. Elektrikli ısıtıcıların kullanımı ile kıyaslandığında ekipmanın enerji tüketiminin yarısı korunmaktadır.

4) İşlem düşük gaz basınçlarında gerçekleştirildiğinden gaz sarfiyatı düşük olmaktadır. Gaz tüketiminin düşük olması nedeniyle işletme maliyeti oldukça düşüktür.

5) Malzemeye bağlı olarak nitrürleme sıcaklığını (380 °C den 860 °C ye kadar) ayarlamak mümkündür. Normal yüzey sertleştirme işlemlerine göre daha düşük sıcaklıklarda işlem yapılabilmektedir.

6) İşlem vakum bir ortam içerisinde yapıldığından, yüzeyde oksitlenme olmaz ve yüzey pürüzlülüğü çok azdır. Böylece nitrürleme sonrası ilave bir işlem gerektirmez. Ayrıca boyutsal şekil değişimi hemen hemen hiç yoktur ve metalurjik fazın oluşumuna daha fazla kontrol olanağı sağlar.

7) Gaz oranının ayarlanması ile beyaz tabakanın kompozisyonunu ayarlamak mümkündür. Böylece uygulama için uygun mekanik karakteristikler elde edilebilir.

8) Değişik şekillere sahip parçalar nitrürleme işlemine uygun olup, bu parçaların her yerinde homojen nitrür tabakası elde etmek mümkündür.

9) Yüzey sertleştirme işlemi istenmeyen yerleri maskeleme kolaylığı vardır.

10) Otomasyona uygundur.

İyonitrürasyon yöntemi diğer nitrürleme yöntemlerine göre hemen hemen her konuda üstünlük sağlamaktadır. Ancak sistemin kurulması aşamasında bazı maddi zorluklarla karşılaşılmasına rağmen işletmede ekonomiklik açısından hiçbir problem yaratmamaktadır.

2.2.2 Plazma ile Karbürleme

Karbürleme işlemi, düşük karbonlu çeliklerin 850-925 °C sıcaklıklar arasında yüzeylerine karbon emdirilmesi esasına dayanır. Plazma ile karbürleme işlemi

konusunda, ilk çalışma 1934 yılında Egan tarafından yapılmış ve patenti alınmıştır. Günümüzde endüstriyel amaçla kurulmuş birçok plazma ile karbürleme sistemi mevcuttur.

Plazma ile karbürleme işlemi, plazma ile nitrürleme işlemi ile hemen hemen aynıdır. Sadece kullanılan gaz ve gerilim değeri farklıdır. Bu işlemde doğru akım kullanılmaktadır. Gaz basıncı 1-20 torr olup, anot ve katot arasına genellikle 1000 voltluk bir gerilim uygulanarak plazma oluşturulur. Karbürleme gazı ise genellikle hidrokarbondur. Karbürleme işlemi ostenitik termokimyasal işlem olarak sınıflandırılabilir. Çünkü işlem tamamen ostenitik şartlarda meydana gelmektedir. Bu işlem 850-1050°C arasındaki sıcaklıklarda yapılmaktadır. Bu işlem sonrası malzemenin ısı çarpılması hemen hemen yoktur, çünkü soğuma vakum ortamında olmaktadır. Plazma ile karbürleme, işlem süresinin kısa olması, az distorsiyon ve yapının kontrol edilebilmesi gibi avantajlarından dolayı endüstride çok geniş uygulama alanı bulmuştur.

2.2.3 Plazma ile Nitrokarbürleme

Malzeme yüzeyine belirli sıcaklık aralığında azot ve karbon atomlarının difüzyonunu içerir. İşlem sonucu yüzeyde beyaz tabaka ve onun altında difüzyon tabakası diye adlandırılan yapılar oluşur. Nitrokarbürleme işlemleri ilk kez 1950'lerde ortaya çıkmış ve o zamandan beri, mühendislik çeliklerinin aşınma, yorulma ve korozyon mukavemetini iyileştirmekte kullanılan termokimyasal bir işlemdir. Oldukça kalın azot difüzyon bölgesi üzerine 10-20 µm kalınlıkta hekzagonal sıkı paket (hcp) karbonitrür (ϵ -Fe₂₋₃(N, C)) beyaz tabakası üretmek için parça yüzeyine azot ve karbon atomlarının eş zamanlı difüzyonu gerekir (Karakan ve diğerleri, 2004).

Plazma nitrokarbürleme işlemi, demir esaslı malzemelerin yüzeyine azot ve karbonun yayınmasını içeren termokimyasal işlemdir. Yüzeyde δ -demir nitrür ile birlikte ϵ -nitrür tabakası, onun altında da difüzyon tabakası oluşur. Bu işlemde kullanılan gazlar azot-hidrojen-metan veya azot-hidrojen-karbondioksit'tir. Bu

işlemin amacı, düşük karbonlu ve düşük alaşımlı çeliklerin yüzeyinde ϵ -nitrit tabakası oluşturularak korozyon ve aşınma dayanımını artırmaktır. Bu işlem çoğunlukla sade karbonlu çelikler ve düşük alaşımlı çelikler gibi piyasada daha ucuz olan malzemelerin yüzeyini iyileştirmekte kullanılır. İşlem değişkenleri ile ilişkili olarak yorulma ve akma mukavemeti ve belirli hallerde korozyon direnci artırılır. Aşınma ve korozyon direncindeki artış, yüzeyde oluşan tek fazlı beyaz tabaka (ϵ -nitrit) sayesinde gerçekleşir.

Nitrokarbürleme, katı, sıvı, gaz ve plazma şartlarında gerçekleştirilebilir. Günümüzde bu işlem hem sıvı hem de gaz atmosferinde çok sık olarak yapılmaktadır. Plazma nitrokarbürleme işlemi 450-580 °C sıcaklıklar arasında, demir esaslı malzemelerin yüzeyine azot ve karbonun yayınmasını sağlayan termokimyasal bir işlemdir. Plazma nitrokarbürleme işlemleri, silah endüstrisi, tekstil makinaları dişlileri, krank şaftları gibi birçok makine parçasında aşınmayı azaltmada tercih edilmektedir. Bu yöntem, çelikler, dökme demirler, sinterlenerek üretilen mühendislik alaşımları başta olmak üzere geniş bir kullanım alanına sahiptir.

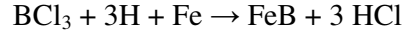
2.2.4 Plazma ile Borlama

Borlama, bor elementinin yüksek sıcaklıkta metal yüzeyine yayılması ile yüzeyde borür tabakası elde etme işlemidir. Demir borürler ısı ve elektrik iletkenliği gibi özelliklerinden başka yüksek sertlik gibi tipik seramik özellikleri de gösteren bileşiklerdir. Tane sınırları, dislokasyonlar, atom boşlukları gibi mikro hatalar ile yüzey pürüzlülükleri ve çizikler gibi yüzeyin daha reaktif olduğu yerler borür tabakası oluşumunun başlangıç noktalarıdır. Bu noktalarda Fe_2B çekirdekleri oluşur ve gelişir (Bayça ve Şahin. 2004)

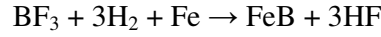
Borlama işlemi katı, sıvı, gaz ve plazma ortamlarında yapılmaktadır. Plazma borlama BCl_3 , BF_3 , B_2H_6 ve TEB (trietyl boran) gibi bor bileşikleri ve redüktan olarak hidrojen gazı kullanılarak, 800 - 1100°C sıcaklıkta, yaklaşık 10^{-2} Pa gibi düşük bir basınçta oluşturulmuş bir plazma içerisinde yapılan borlamadır. Klasik borlama yöntemleri olan tuz borlama ve gaz borlama gibi işlemlerin çevreye kirlenici

etkisi nedeniyle son yıllarda plazma borlama işlemi daha yoğun olarak çalışılmaktadır.

Plazma borlama reaksiyonları şunlardır.



Bor florür (BF_3) ile borlama reaksiyonu



Plazma borlamanın avantajları yüksek enerji etkinliği, minimum çarpılma, düşük işlem sıcaklığıdır. Plazma borlamanın dezavantajı BCl_3 ve B_2H_6 gazları kullanılmasıdır. Bu gazlar, pahalı, zehirli, patlayıcıdır ve korozyona neden olmaktadır.

Borlama etkin bir yüzey sertleştirme işlemidir. Metallerin borlanması sonucu yüzeyde borür tabakası oluşur. Çelikler için Fe_2B ve FeB yapısında oluşan borür tabakası; 2000 HV civarındaki sertlik ve çok yüksek aşınma direncine sahip olması ve bu özelliklerini yüksek sıcaklıklarda koruyabilmesi gibi nedenlerden dolayı gelişen endüstride önem kazanan bir yüzey sertleştirme işlemidir. Ana metal ile karşılaştırıldığında borlanmış yüzeylerde önemli bir miktarda sertlik artışı sağlanır. Ayrıca borlanmış yüzeylerde sürtünme katsayısı da önemli miktarda azalmaktadır. Makina parçalarındaki aşınma kayıplarının azaltılması çalışmalarında borlama işlemi alternatif bir yöntemdir. Özellikle darbesiz aşınmaların olduğu nozullar, otomotiv endüstrisi ve ekstruder vidası gibi makina parçalarında borlama ile yüzeylerin sertleştirilmesi aşınma miktarını önemli ölçüde azaltmaktadır.

2.2.5 İyon implantasyonu

İyon implantasyonu ilk olarak 1906'da Rutherford tarafından çift yüklü pozitif helyum iyonlarının alüminyum folyoya bombardıman edilmesiyle ortaya çıkarılmıştır. Ancak ilk ticari iyon implantasyonu uygulaması, yarı iletken endüstrisinde 1970'li yıllarda gerçekleşmiştir. Bu tarihten sonra, iyon implantasyonu yarı iletken endüstrisinde iyon implantasyonu uygulaması transistörlerin, metal oksit yarı iletkenlerin, diyotların ve kapasitörlerin imalinden bugünün mikroprosesör

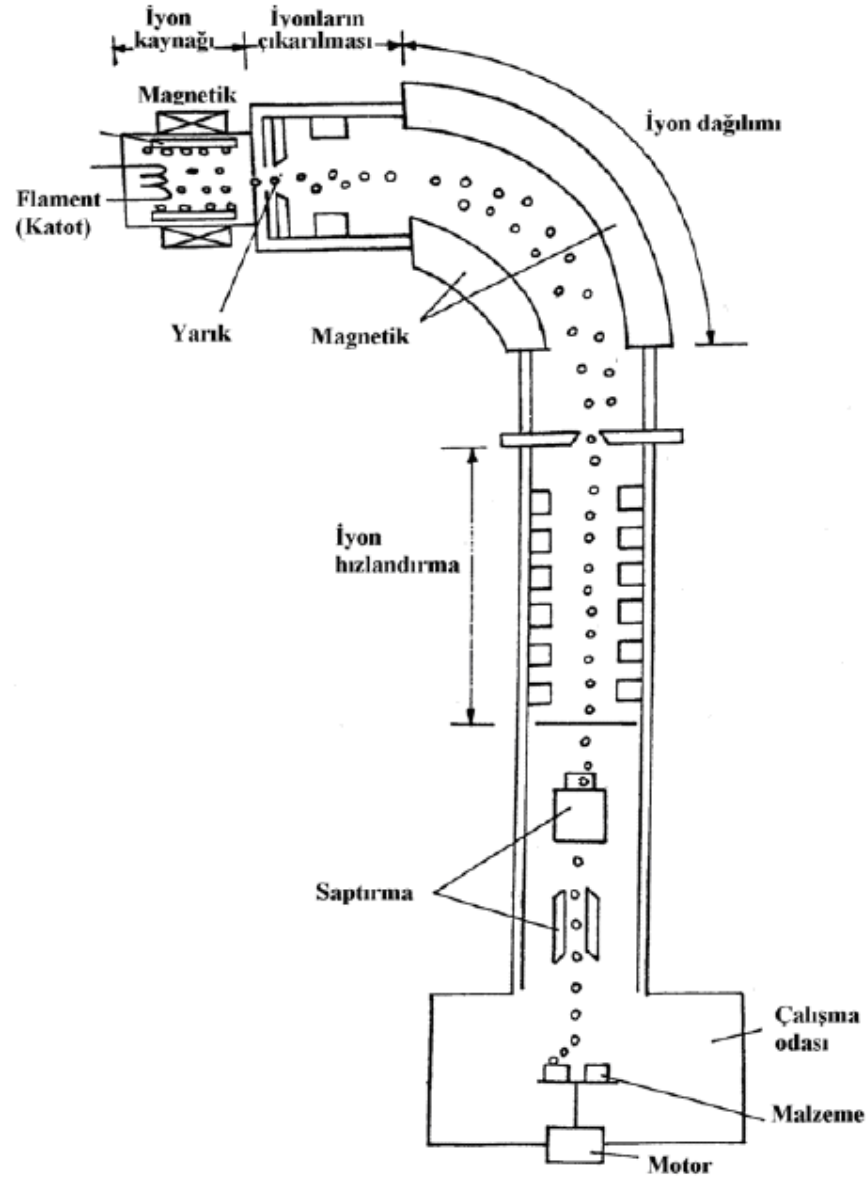
cihazlarının üretimine kadar yaygın şekilde uygulanmaktadır. Günümüzde, iyon implantasyonu malzemelerin mekanik ve kimyasal özelliklerinin iyileştirilmesinde güçlü bir metot olarak tanımlanmaktadır.

İyon implantasyonu yüksek vakum içerisindeki (10^{-3} - 10^{-4} Pa veya 10^{-5} - 10^{-6} Torr) enerjetik iyonların bir ışın yoluyla katı içine doğru gömülmesi ve böylece katının yüzeye yakın fiziksel ve kimyasal özelliklerinin modifiye edilmesi prosesidir. İyonlar malzemede yavaşladıkça, iyon enerjisine, iyonun gelme açısına ve alttabaka bileşimine bağlı olarak, birkaç nanometre'den birkaç mikrometre'ye kadar değişen aralıktaki derinliklerde dağılırlar. İyonun tipine, kütesine, enerjisine, dozuna ve alttabakanın bileşimine, kimyasal, elektriksel, ısı, mikroyapısal ve kristalografik özelliklerine bağlı olarak yakın-yüzey bölgelerinin özellikleri değiştirilebilir. Malzemenin elektriksel, optik, mekanik özellikleri, yarı-iletkenlik davranışı, korozyon ve aşınma direnci bu yöntemle modifiye edilebilmektedir (Saklakoğlu ve diğerleri, 2004).

İyon implantasyonunda N, C, B gibi hareketli implante elementleri kayma gerilmeleri etkisiyle dislokasyonlar etrafındaki arayere göç ederler. Dislokasyonların hareketi empirüteler tarafından engellenir ve metaller sertleşir. Aşınma ilerledikçe, dislokasyonlar daha derine iner ve beraberinde implante elementlerini taşırlar. Böylece, yeni sert yüzeyler oluşur. İyon implantasyonu, yakın-yüzey bölgesini sertleştirirken, bunun altında kalan alt tabakanın da tokluğunu arttırdığından mekanik özelliklerde büyük bir artış sağlamaktadır.

İyon implantasyonu bir elementin, diğer bir malzemenin yüzey bölgelerinin içine sokulması olup, malzemenin en dış tabakalarının bileşimi ve özelliklerini değiştirmek amacıyla uygulanan bir yöntemdir. Yüzey bölgelerine zorla girişi sağlanan yani gömülen iyonlar 0.01-0.5 μm derinlere kadar dağılarak bu bölgenin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin değiştirirler. İmplantasyon sonucunda yaklaşık 50-100 μm 'e kadar olan yakın-yüzey bölgesinin modifikasyonu gerçekleşir. Boşluklar, arayer ve yer alan atomları gibi kristal kafes düzensizliklerinin oluşumu, dislokasyon yoğunluğunun artışı, ikinci faz oluşumu, yapısal faz dönüşümlerinin meydana

gelmesi gibi mekanizmalarla malzemenin elektriksel, optik, mekanik özellikleri, yarı-iletkenlik davranışı değiştirilmekte, korozyon ve aşınma direnci artırılmaktadır (Saklakoğlu ve diğerleri, 2004).



Şekil 2.4 İyon implantasyonu ünitesinin şematik şekli

İyon implantasyonunda flamanın (katod) ısıtılması suretiyle çıkarılan elektronlar ortamdaki gaz atomlarını iyonize ederler. Pozitif yüklü iyonlar magnetik alan tarafından yönetilen bir yarıktan geçirilir. Mıknatısa verilen akım, delikten hangi

enerji seviyesinde iyonların geçeceğini belirler. Böylece aynı enerji seviyesine sahip iyonlar gönderilmiş olur. Dağılmış olan iyonlar magnetik alan ile yönlendirilerek iyon hızlandırma ünitesine gönderilir. İyon hızlandırma ünitesinde yüksek enerji ile ivmelendirilen iyonlar saptırma bölümünde malzemenin durumuna bağlı olarak istenen bölgeye yönlendirilir (Şekil 2.4). Bu işlemin en önemli özelliği ışının çok dar bir alana etkileyebilmesidir.

Ortopedik alandaki Ti esaslı total (bütün) eklem yenilemelerinde iyon implantasyonunun aşınmayı etkili bir şekilde azalttığı değişik araştırmacılar tarafından saptanmıştır. Büyük miktarlarda Ti esaslı ortopedik dizler, kalçalar, bilek, omuz, el ve ayak parmakları günümüzde iyon implantasyonu işlemiyle üretilmektedir.

2.2.6 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu

Plazma daldırma iyon implantasyonu (PIII veya PI^3) yöntemi, yüksek enerjiye sahip iyonların yüzeye bombardımanı ile iyi bir yüzey modifikasyonu sağlar. PIII yüksek enerjili iyon destekli birikimde de (deposition) kullanılmaktadır. PI^3 tekniği üzerine çalışmalar ilk olarak metal yüzeylerin paslanma ve aşınmaya karşı dayanıklılıklarının artması ve ileticilerin elektriksel iletkenliklerinin artırılması ile başlamıştır. PIII yönteminin en önemli avantajı karmaşık geometrili parçaların yüzeylerinin iyileştirilebilmesidir. PI^3 , iyon implantasyon ile plazma nitrürleme yöntemlerinin karma bir tekniği olarak ortaya çıkmıştır. PI^3 tekniği, iyon implantasyonu yönteminin çok sığ işlem tabakası oluşturması, karmaşık parçalarda işlemin uygulanmasının zorluğu gibi dezavantajları ortadan kaldırmak aynı zamanda plazma nitrürlemeden daha düşük sıcaklıklarda uygulanabilen bir yöntem geliştirme çalışmaları sonucu ortaya çıkmıştır.

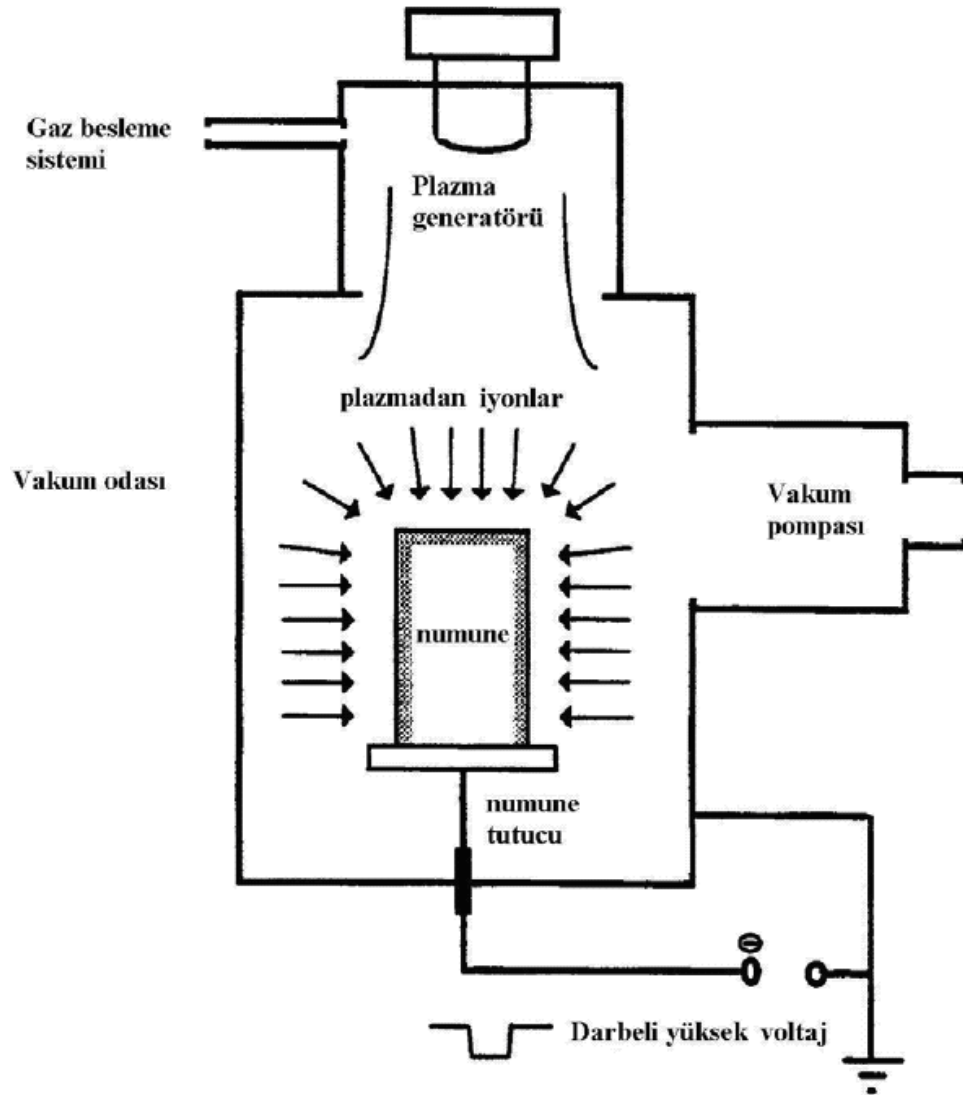
Plazma daldırma iyon implantasyonu, iyon implantasyonu teknolojisinden farklı bir sistemdir. PI^3 yöntemi, iyon implantasyonu yönteminde bulunan görüş hattı kısıtlamasını da giderir. PI^3 tekniğinde, yüzeyi implantasyon olan iş parçası plazma

ortamına daldırılır. Parçaya darbeler(puls) halinde uygulanan yüksek eksi voltaj artı yüklü iyonları hızla kendisine çektiğinden implantasyon gerçekleştirilir.

PI³ yöntemi, plazma nitrülemeye göre daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Bu ise ana malzemenin yapısını değiştirmeden ve hemen hemen hiç çarpılma gerçekleşmeden işlemin tamamlanması anlamına gelir. Yani, son işlem olarak uygulanabilir. PI³ yönteminde genellikle saf azot kullanılır ve işlem plazma nitrülemekten yaklaşık 3 kat daha düşük basınçta gerçekleştirilir. İyonlar yüksek voltaj darbeleri ve düşük basınç ortamında iş parçası yüzeyine hızla çarparak yüzeyden içeriye girerler

PI³ yöntemi, ticari alanda varlığını sürdürebilir uygulamaların başında gelen bir yöntemdir. PI³ sistemiyle özellikle mekanik uygulamalarda geniş ölçekli boyutlarda ve karmaşık yapılarda yüksek verim elde edilebilmektedir. Yani büyük, ağır, geniş ve karmaşık iş parçalarının yüzey özelliklerinin iyileştirilmesinde PI³ yöntemi iyon implantasyonu yöntemine nazaran daha avantajlıdır. Aynı zamanda mikro elektronik uygulamalarda da isteğe göre düşük iyon bombardıman enerjileri ile yüksek verim elde edilebilmektedir.

Bu yöntemin ana avantajlarından biri iyon implantasyonla oluşturulan aşınmaya dirençli dengesiz bir tabakanın altında difüzyon tabakasının meydana gelmesidir. Bu, implantasyon elementlerinin iş parçasının 100 mikron hatta daha fazla derinliklere kadar nüfuz etmesi anlamına gelmektedir. İşlem plazma ortamında gerçekleştirildiğinden, implantasyon elementlerinin geriye difüzyonu da önlenmektedir (Saklakoğlu ve diğerleri, 2004).



Şekil 2.5 Plazma daldırma iyon implantasyonu ünitesi şematik şekli

Bir PI^3 sistemi, vakum odası, gaz besleme cihazı ve vakum pompalama sistemi, plazma üretici, elektriki izoleli numune tutucu ve yüksek voltajlı darbe (şok gönderme) generatöründen oluşur. $PIII$ işleminde, iş parçası plazmaya daldırılır ve plazma potansiyeline göre daha yüksek negatif voltaj uygulanmaktadır. Uygulanan yüksek negatif voltaj elektronları iş parçasından uzaklaştırırken, pozitif iyonları plazma üreticisinden iş parçasına doğru yönlendirir, bu sayede iş parçası etrafında plazma kılıfı oluşturularak implantasyon gerçekleştirilir. Zaman geçtikçe iyonlar implantasyon edilir ve plazma kılıfı homojenliğini yitirir. Plazmanın yeniden homojen hale gelmesi, gerilimin kesilip tekrar yüklenmesi (puls edilmesi) ile

mümkündür ve PIII işlemi bu şekilde devam eder. Şekil 2.5'de plazma daldırma iyon implantasyonu şematik olarak gösterilmiştir. Voltajın puls şeklinde uygulanmasının temel sebebi, yüzeydeki ark oluşumunun önlenmesidir. Bu nedenle puls süresi, ark oluşumu için gerekenden kısa olmalıdır. Diğer bir sebep ise plazmanın yeniden toparlanmasına izin vermek yani iş parçası etrafındaki plazma kılıfını taze iyonlarla doldurarak, işlemin sürekliliğini sağlamaktır (Ensinger, 1998).

BÖLÜM ÜÇ

TİTANYUM VE ALAŞIMLARININ

ÖZELLİKLERİ

3.1 Giriş

Titanyum 200 yıldır bilinen bir elementtir. Ancak sadece son 40 yıldır stratejik önem kazanmıştır. Alaşımlama gelişimi hızlıca devam etmiştir. Alüminyum ilavesinin yararlı etkisi fark edililerek, titanyum alüminyum alaşımları çok geçmeden ticari olarak kullanılmıştır. 1950'lerin başında birlikte geliştirilen iki alaşım Ti6Al4V ve Ti5Al2Sn halen geniş bir şekilde kullanılmaktadır (ASM, 1990).

Titanyum evrende geniş ölçüde yayılmıştır. Yer kabuğunun içinde onun konsantrasyonu yaklaşık %6 olması onu alüminyum, demir, magnezyumdan sonra en çok bulunan dördüncü metal yapar. Yer kabuğunda kromdan 20 kat daha, nikelden 30 kat daha, bakırdan 60 kat daha, tungstenden 100 kat daha ve molibdenden 600 kat daha fazla miktardadır (ASM, 1990).

Amerika Titanyum Metal Şirketi(TMCA) ilk ticari ürünleri 1950'lerde üretti. Bundan sonra titanyumun ticari ürünlerinin üretimi ortalama yıllık yaklaşık %8 oranında büyümüştür. Titanyumun diğer metalik malzemelerle karşılaştırıldığında onun mükemmel özelliklerinden dolayı ticari önemi bugünde de geçerlidir. Çok genel titanyum alaşımları bugün de kullanılıyor, Ti-6Al-4V, 300 °C maksimum çalışma sıcaklığı ile 1950'lerin ortalarında tanınmıştır. Bugün kullanılabilen titanyum alaşımlarının en yüksek sıcaklığı 600 °C'nin altına uzanır. İmplantasyon, kaplama işlemleri veya termokimyasal işlemler aracılığıyla titanyum alaşımları için maksimum çalışma sıcaklığı yükseltilebilir (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Titanyum ve alaşımlarının maliyeti yaygın olarak kullanılan metallere göre daha fazladır, çünkü bunların cevherlerinden elde edilmeleri zordur ve üretimlerinde çok gelişmiş ergitme ve üretim teknikleri kullanmak gereklidir. Titanyum alaşım

üretiminin yüksek maliyeti, prensip olarak bu metalin yüksek reaktifliği ve oksijen, azot, hidrojen ve karbon için duyarlılığının bir sonucudur. Titanyum alaşımlarının yüksek mekanik dayanımın ağırlığa oranı ve yüksek sıcaklık özellikleri uçak endüstrisinde çok büyük öneme sahiptir. Titanyumun mükemmel korozyon direnci bu metali kimya ve yiyecek endüstrilerinde kullanışlı hale getirir. Titanyum ve alaşımları için yeni kullanımlar sürekli araştırılmakta ve keşfedilmektedir (Smith, W. F., çev., 1993).

3.2 Titanyumun Bulunuşu ve Üretimi

Titanyum metali yaklaşık %97-%98 titanyum dioksitten (TiO_2) meydana gelen rutil cevherinden elde edilir. Rutil'de titanyum oksit ilk olarak kimyasal yolla saf titanyum tetraklorür (TiCl_4) dönüştürülür. Saf titanyum cevherinin tabiatla bulunuşu çok nadirdir. Titanyum cevherleri ilmenit (demirtitanat FeTiO_3) ve rutil olarak bulunur (titandioksit TiO_2). Bunlar farklı titanyum oranlarında birçok ülkede bulunur. Cevher, klor gazı ile temas ettirilerek çözündürülür ve titanyumtetraklorür bileşiği oluşturulur. Bu bileşik destilasyon yolu ile bütün diğer malzemelerden temizlenir.

Titanyum ısıtılmış halde iken, gazları bünyesine kolayca aldığından ve ergime sıcaklığı çok yüksek olduğu için işlenmesi çok zor ve masraflıdır. Titanyumklorür sıvı magnezyum ile (sodyumda kullanılabilir) argon gazı atmosferi altında redüklenir. İlk kademede titanyum sünger denilen iri parçalı gözenekli bir metal meydana gelir. Daha sonra vakum destilasyonu ile bu metalin içerisindeki magnezyum kalıntıları temizlenir. Masif titanyum halinde ergitme işlemi ise sodyum-potasyum soğutmalı bakır manto ile kaplanmış bir vakum elektrik ark fırınında yapılır. Titanyum süngerinden yapılmış elektrot ergir ve damlamaya başlayarak masif bloklar meydana getirir. Vakum uygulaması gazların ek bir reaksiyona girmemesi içindir. Bu yöntem Kroll usulü olarak bilinmektedir (Anık ve diğerleri, 1993).

Bazı titanyum alaşımlar (özellikle düşük arayer alfa alaşımlar) sıfır altı sıcaklık uygulamalarında kullanılır, zira bu alfa alaşımlar düktil–gevrek geçişi sıcaklığında yapı geçişi sergilemez. Titanyum esaslı malzemelerin diğer önemli karakteristiği, sıcaklık belli bir değeri aştığı zaman alfa (α) (hekzagonal sıkı-paket) yapıdan bir beta (β) (hacim merkezli kübik) yapıya kristal yapının tersinir dönüşür olmasıdır(veya allotropik). Alaşım içeriğinin tipine ve miktarına bağlı olan bu allotropik davranış bakır ve alüminyum gibi çoğu diğer demir dışı alaşımlardan daha çok çeşitli mukavemetlenme ve mikroyapıda karmaşık değişiklikler gerçekleştirir. Mikroyapıdaki ve özellikteki bu farklılık sadece alaşım ilavesine bağlı değildir ayrıca termomekaniksel işlemlere bağlıdır (ASM, 1990).

3.3 Titanyumun Genel Metal Karakteristiği

Metalin yüksek korozyon direnci ve yüksek kendine özgü mukavemeti titanyum endüstrisinin hızlı büyümesini sağlamaktadır. Çelik yoğunluğunun %55'ine sahip titanyum alaşımları, düşük sıcaklıklardan çok yüksek sıcaklıklara kadar çalışabilen uzay araçlarında, jet motor parçalarında ve uçak gövdelerinde genişçe kullanılmaktadır. Titanyumun korozyon direnci kararlı bir oluşum olan koruyucu oksit tabaka ile ilgilidir. Bu pasif davranış kimyasal işlem gereçlerinden cerrahi implantlara ve protez aletlerin uygulama alanında metali kullanışlı yapmaktadır (ASM, 1990).

Oksijene olan afinitesinin yüksek olmasından dolayı ergitme ve döküm prosesleri vakum altında yapılmalıdır. Koruyucu TiO_2 filmi korozyona karşı çok iyi direnç sağlar ve $535^\circ C$ 'nin altındaki sıcaklıklarda görülür. $535^\circ C$ 'nin üstündeki sıcaklıklarda oksit filmi parçalanır ve karbon, oksijen, azot ve hidrojen gibi küçük atomlar titanyumu gevrekleştirir. Titanyum alaşımlarının çok iyi korozyon direnci; çok kararlı, sürekli ve koruyucu oksit filmlerinin metal yüzeyinde oluşumundan dolayıdır. Çünkü titanyum son derece reaktiftir ve oksijene karşı son derece yüksek afiniteye sahiptir. Bu yüzey oksit filmleri hava veya nem ile metal yüzeyi korunmasız bırakıldığında doğal olarak oluşur.

3.3.1 Ticari Saf Titanyum

% 98,635'den % 99,5 aralığında titanyum içeriğine sahip saf titanyum işlenmiş ürünleri aslında korozyon direnci için kullanılmaktadır. Alaşımlanmamış titanyumda esas elementler demir ve arayer elementleri karbon, oksijen, azot ve hidrojenidir (ASM, 1990).

Titanyum 4.54 gr/cm^3 yoğunluğa sahip nispeten hafif bir metaldir. Bu yoğunluk alüminyum (2.71 gr/cm^3) ve demirin (7.87 gr/cm^3) arasında ortadadır. Titanyum demirden (1536°C) daha yüksek bir ergime noktasına (1668°C) ve demir ve alüminyum için değerler arasında orta bir elastikiyet modülüne sahiptir. Titanyumun yoğunluk, ergime noktası ve elastikiyet modülü Tablo 3.1'de Alüminyum ve Demir'le karşılaştırılmıştır (Smith, W. F., çev., 1993).

Tablo 3.1 Titanyumun, alüminyum ve demire kıyasla bazı fiziksel özellikleri

	<i>Titanyum</i>	<i>Alüminyum</i>	<i>Demir</i>
Yoğunluk (gr/cm^3)	4,54	2,7	7.87
Elastikiyet modülü (N/mm^2)	100000	70000	180000
Ergime noktası ($^\circ\text{C}$)	1668	660	1536
Oda sıcaklığında kristal yapı	HSP	YMK	HMK

Ticari saf titanyumun prensip sınıflarının kimyasal kompozisyonları ve uygulamaları Tablo 3.2'de verilmiştir. Ticari saf titanyumun mekanik dayanımı azdır ancak titanyum alaşımlarından daha ucuz ve korozyona karşı dirençlidir. Dayanım öncelikle aranan özellik olmadığından kullanılır. Ticari saf titanyum pek çok kimyasal ortamlara karşı mükemmel dirence sahiptir. Nitrik asit, nemli klor, klor çözeltileri, klorlanmış organize bileşikler ve inorganik klor çözeltileri ve özellikle sıcak klor çözeltilerine karşı dirençlidir. Titanyum kullanımında artışın görüldüğü yer petrol proses endüstrisi ve özellikle ısı değiştiricilerdir. Titanyum rafineelerde kullanılır, çünkü sülfidler, kloritler ve petrol rafine etmede karşılaşılan pek çok diğer kimyasallara karşı dirençlidir. Oksijen alaşımsız titanyumun dayanımını kontrol eden esas element olduğu için arayer elementleri oksijen, azot ve karbonun

mukavemetlenmeye etkisi oksijen eşdeğerliği olarak ifade edilir. Alaşımsız titanyumun için ortalama mekanik özellikler Tablo 3.3' de verilmiştir.

Tablo 3.2 Ticari saf titanyumların kimyasal kompozisyonları ve tipik uygulamalar

<i>%Ti</i>	<i>% C</i>	<i>% Fe</i>	<i>%N</i>	<i>%O</i>	<i>% H</i>	<i>Tipik uygulamalar</i>
99,5	0,08	0.20	0.03	0.18	0.015	Uçak iskeletleri, kimyasallar, deniz suyu arıtma ve liman parçaları, plaka tip ısı değiştiriciler, soğuk bükme veya preslenmiş parçalar, platine edilmiş anotlar; yüksek şekillendirebilirlik gerektiren parçalar.
99,2	0,08	0.25	0.03	0.20	0.015	Uçak iskeletleri, uçak motorları, kimyasal, liman parçaları; ısı değiştiriciler, kondansatör ve buhar boruları; şekillendirilebilirlik gerektiren parçalar.
99,2	0,08	25	0.05	0.30	0.015	Kimyasal, liman, uçak iskeleti ve şekillendirilebilirlik, dayanım, kaynaklanabilirlik, ve korozyon direnci gerektiren uçak motor parçaları.
99	0,08	0.50	0.50	0.40	0.015	Kimyasal, liman, uçak iskeleti ve uçak motor parçaları, cerrahi parçalar, yüksek hız fanları, gaz kompresörler; iyi şekillendirilebilirlik, korozyon direnci ve yüksek dayanım gerektiren parçalar.

Tablo 3.3 Ticari saf titanyumun mekanik özellikleri

<i>Yoğunluk (kg/m³)</i>	<i>Elastik modülü (GPa)</i>	<i>Poisson oranı</i>	<i>Ergime sıcaklığı (°C)</i>	<i>Çekme mukavemeti (MPa)</i>	<i>Akma mukavemeti (Mpa)</i>	<i>% Uzama</i>	<i>Termal genleşme katsayısı (*10⁻⁶/K)</i>
4510	100-120	0.33	1668	234	138	54	8-10

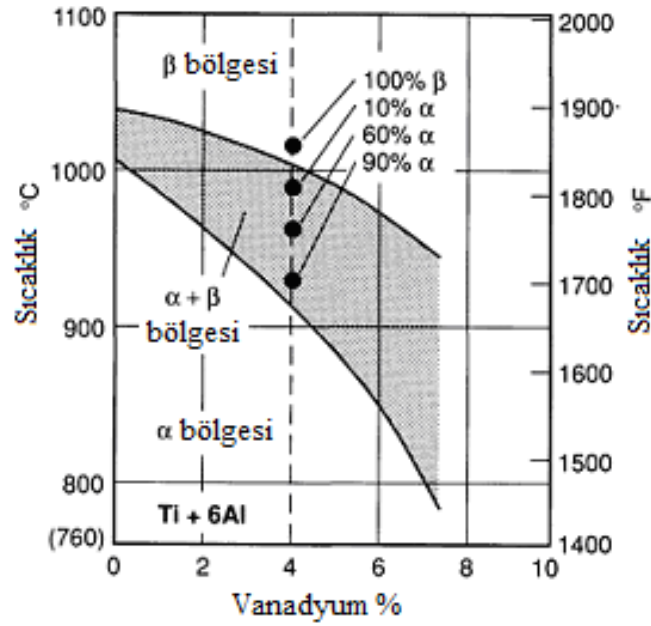
Arayer elementleri saf titanyumun dayanımını artırmasına karşın darbe deneyiyle ölçüldüğü gibi tokluğa zararlı etkileri vardır. Bu nedenle belirli uygulamalar için yüksek tokluk istendiğinde alaşım ekstra düşük arayerlerle üretilecektir. Bu alaşımlar ticari olarak ekstra düşük alaşımlar (ELI) olarak tanımlanır.

3.3.2 Titanyum Alaşımlarının Sınıflandırılması

Titanyumda iki kristalogrofik yapı vardır. Oda sıcaklığında alaşımsız (ticari olarak saf) titanyum hekzagonal sıkı paket (hcp) kristal yapısından α faz olarak söz edilir. 883 °C (1621 °F)'de bu beta (β) fazı olarak bilinen hacim merkezli kübik yapıya (bcc) dönüşür. Bu fazlar ayrıca titanyumun ürünlerini kategorize etmek için elverişli bir yol sağlamaktadır. Mevcut fazlarla ilgili titanyum alaşımları α alaşımı, β alaşımı ve $\alpha+\beta$ alaşımları olarak sınıflanabilir (ASM, 1990).

Alfa alaşımlar aslında bütünüyle alfa yapısına sahiptir. Beta alaşımlar beta dönüşüm sıcaklığı üzeri bir sıcaklıktan havada soğutulmasından sonra çoğunlukla bütünüyle beta mikroyapısına sahiptir. Alfa+beta alaşımlar oda sıcaklığında alfa ve beta fazlarının bir karışımını içermektedir(ASM, 1990).

Titanyum alaşımları içinde, alaşım elementlerinin başlıca etkisi alfanın betaya dönüşüm sıcaklıkları üzerine etkisidir. Bazı elementler alfanın betaya dönüşüm sıcaklığının yükselmesi ile alfa kristal yapısını stabilize eder, bazıları ise alfa-beta dönüşüm sıcaklığını düşürülmesi ile beta kristal yapısını stabilize eder. Alaşım elementlerinin ilavesi ayrıca dönüşüm dengesi için tek sıcaklığı iki sıcaklığa böler, alfa dönüşüm, alfa fazının betaya dönüşmeye başladığının üstü ve beta dönüşüm, alaşımın hepsinin beta olduğu sıcaklığın üst değerleridir (Şekil 3.1). Bu sıcaklıklar arasında, alfa ve beta ikiside mevcuttur. Dönüşüm sıcaklığı, alaşımlanma seviyesi ve farklı alaşım ilaveleriyle değişmektedir (ASM, 1990).



Şekil 3.1 Ti6Al4V titanyum alaşımda alfa fazının beta fazına dönüşüm sıcaklıkları

3.3.2.1 α -Titanyum Alaşımları

α -titanyum alaşımları, Al ve Sn gibi elementleri içerir. Bu α -stabilize elementleri faz dönüşüm sıcaklığını değiştirmektedir. Alfa alaşımlar genel olarak β alaşımlarına göre yüksek sürünme direncine sahiptir ve yüksek sıcaklık uygulamaları için tercih edilmektedir. Alfa alaşımlar tatmin edici mukavemet, sertlik ve kaynak edilebilirliği ile tanınırlar ama β alaşımlarına göre zayıf işlenebilirliğe sahiptir. β alaşımlarından farkı, α alaşımlar ısıtıl işlemlerle mukavemetlendirilemezler (ASM, 1990).

α ve yakın α alaşımlarına genellikle ısıtıl işlem uygulanamaz ve kaynaklanamaz alaşımlardır. Bu alaşımlar orta dayanıma, iyi darbe tokluğuna ve yüksek sıcaklıklarda iyi sürünme direncine sahiptirler. Bugün ticari kullanımda tüm α titanyum alaşımlarından sadece bir tane önemli olan vardır. Bu alaşım Ti%5Al%2,5Sn'ye sahiptir (Tablo 3.4). Alüminyum ve kalay titanyumda α fazını kararlı hale getirdiği için bu alaşım bir tüm α alaşımıdır (Smith, W. F., çev., 1993).

Tablo 3.4 α titanyum alaşımlarının kimyasal kompozisyonları ve tipik uygulamaları

<i>α Alaşımlar</i>	<i>Şartlar</i>	<i>Tipik uygulamalar</i>
% 5 Al, %2,5Sn	Tavlanmış	Uçak motor kompresör kanat ve kanat levha metal ve dövme için kaynaklanabilir alaşım, buhar türbin kanatları; 600'den 1100°F'da iyi oksitlenme direnci ve dayanım, yüksek sıcaklıklarda iyi kararlılık.
%5Al, %2,5 Sn (düşük O ₂)	Tavlanmış	-423°F'da çalışan yüksek basınçta soğuk kaplar için özel sınıflar.

Ti5Al2,5Sn alaşımının alaşımsız titanyuma göre daha küçük korozyon direnci vardır ama mukavemeti yüksektir. Genel olarak alfa alaşımları tamamen düktildir ve ELI sınıflamalar sıfır altı sıcaklarda sertliğini ve düktilitesini kaybetmemektedir. Alfa alaşımlar alfa yapısının kararlı bir faz olmasından dolayı ısıtılma işlemle mukavemetlendirilemez. Alfa alaşımların başlıca mikroyapısal çeşitliliği tane boyutudur. α alaşımlarda başlıca alaşımlama elementi alüminyumdur, ama bazı alfa alaşımlar ve çoğu ticari alaşımsız titanyum, beta stabilize elementlerinin küçük miktarını içermektedir. Beta stabilizörlerinin küçük ilavesini içeren (Örneğin Ti8Al1Mo1V veya Ti6Al2Nb1Ta0,8Mo) alfa alaşımları, bazen süper-alfa veya yakın-alfa alaşımlar gibi sınıflandırılırlar (ASM, 1990).

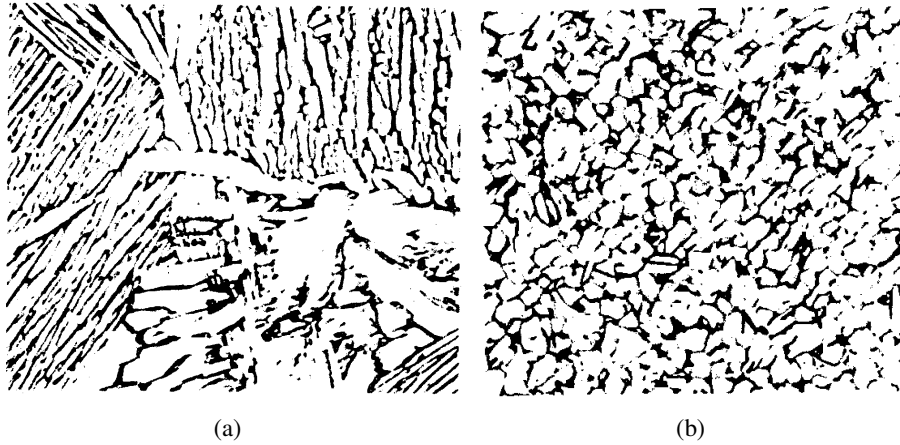
3.3.2.2 $\alpha+\beta$ Titanyum Alaşımları

$\alpha+\beta$ titanyum alaşımları, oda sıcaklığında %10 ve %50 arasında β fazı içeren, α ve β fazlarının karışımıyla desteklenen kompozisyona sahiptirler. En genel $\alpha+\beta$ alaşımı Ti6Al4V'dır. Bu özel alaşımı oluşturmak oldukça zor olmasına rağmen (hatta tavlama koşulunda dahi), $\alpha+\beta$ alaşımları genel olarak iyi işlenebilmektedirler. Bu alaşımın özellikleri mevcut β faz tipi ve miktarını ayarlamak için kullanılan ısıtılma işlemle kontrol edilebilir. 480 °C'den 650 °C'ye yaşlandırmayla izlenen çözelti işlemi, α' 'yı çökeltir, dönüşmüş β fazı veya kalan matris içinde β ve α' 'nın karışımı olarak sonuçlanır (ASM, 1990).

Bir veya daha çok alfa stabilizatöre ilave olarak bir veya daha fazla β stabilizatör içeren alfa-beta alaşımlar, termokimyasal işlemlerle veya ısıtılma işlemle mukavemetlendirilebilir. Genel olarak mukavemetlendirme istenildiği zaman, alaşım

alfa-beta dağılımında yüksek bir sıcaklıktan (veya hatta beta dönüşüm üstünden) hızlıca soğutulur. Bu çözelti işlemi alfa ve dönüşmüş beta ürünlerinin uygun karışımını üretmek için orta-sıcaklık işlemi (yaşlanma) ile takip edilir (ASM, 1990).

$\alpha+\beta$ titanyum alaşımlarının mikroyapıları ısı uygulamalara bağlıdır. Ti%6Al%4V alaşımının ısı işlemiyle mikroyapıda üretilen yapı kullanılan soğutma metodu tipine bağlıdır. 1066 °C'den fırında soğutma; β geçişin yaklaşık 50°C üzerindeki 1066°C'den çözündürme ısı işlemi uygulanmış Ti%6Al%4V alaşımının fırında yavaş soğutulması dengeye daha çok yaklaşan bir yapı oluşturur. Sonuç olarak kaba plaka şeklinde α Şekil 3.2(a)'da gösterildiği gibi çekirdeklenme ve büyüme ile oluşur. Yavaş soğumadan dolayı bir miktar β fazı kalır ve tane sınırlı olur.



Şekil 3.2 (a) Ti%6Al%4V alaşımı beta geçişin yaklaşık 50°C üzerinde 1066 °C'de çözündürme ısı işlemi uygulanmış ve fırında soğutulmuş yapı plaka şeklinde α (beyaz) ve tane sınırları boyunca beta'dan (koyu) oluşmuştur. (b) Ti%6Al%4V alaşımına 954 °C'de (yaklaşık β geçişin 50 °C altı) çözündürme ısı işlemi uygulanmış ve fırında soğutulmuş; yapı, eşeksenli α tanelerini (açık) ve tane sınırı boyunca beta'yı (koyu) göstermektedir.

954°C'den soğutmada (β geçişin yaklaşık 50°C altında), soğutma metodlarından 954 °C'den suda su verme; Ti%6Al%4V alaşım çubuğunu yaklaşık 1010°C olan β geçişin yaklaşık 50°C altında 954°C'de çözündürme uygulaması, 954°C'den dolayı bir miktar ilk alfa β fazı ile birlikte bulunacaktır. Oda sıcaklığına soğutma üzerine β fazı derhal α' (titanyum martensit) titanyuma dönüşür. Bu nedenle α' de gömülmüş ilk

α' 'dan meydana gelen bir yapı üretilir. Bu titanyum martensit esas olarak HMK'dan HSP'ye dönüşümle ilgili tane inceltme ve hızlı dönüşümden dolayı artan dislokasyon yoğunluğu ile mukavemetlendirilir. Buna karşın titanyum martensitler çeliklerde demir-karbon martensitlere göre nispeten daha yumuşaktır. Bu alaşımlar yüksek sertlikler geliştirmezler çünkü arayer elementleri, karbon, oksijen ve azot düşük-sıcaklık kararlı hegzagonal fazında daha fazla çözünebilir. Titanyum martensitler sadece vanadyum ve molibdene göre β kararlaştırıcı elementlere göre aşırı doyurulur. Bununla beraber titanyum martensitlerin yaşlandırılması veya temperlenmesi β fazının kararsız α' martensitinden çökmesinden dolayı bir miktar dayanım yükselmesi sağlar.

954 °C'den fırında soğutma; Çözüldürme ısı işlemi uygulanmış Ti%6Al%4V alaşım çubuğunun 954°C'den fırında soğutulması, eşksenli α ve tane sınırları boyunca dönüşmemiş β 'dan oluşan denge şartlarına yaklaşan bir yapı oluşturur (Sekil 3.2 b).

Ti%6Al%4V en önemlisi ve yaygın olarak kullanılan titanyum alaşımıdır, 1989'da titanyum pazarının % 60'nı oluşturması yaygın kullanımının nedenini açıklamaktadır. Bu alaşım kolaylıkla kaynaklanabilir ve işlenebilir, levha, ekstrüzyon, tel ve çubuk şeklinde çok çeşitli ürünleri bulunur. Ti%6Al%4V alaşımı savaş gereçleri dövme için yoğun bir şekilde kullanılmaktadır. Bu alaşıma 165 kg/mm²'lik bir çekme dayanımı için ısı işlem uygulanabilir ve 482°C'ye kadar iyi bir metalurjik kararlılığa sahiptir (ASM, 1990).

İleri uçak motorları için parçalar gibi yüksek sıcaklıklarda yüksek dayanımlar gerektiren özel uygulamalar için Ti%6Al%2Sn%4Zr%6Mo ve Ti%6Al%2Sn%2Zr%2Mn%Cr%0.25Si alaşımları geliştirilmiştir. Bu alaşımlar daha çok sertleşebilir ve büyük kesitlerde ve de yüksek sıcaklıklarda kullanılabilir. Ti-%6Al-%4V gibi α stabilizörü daha fazla olan alaşımlar sıkı bir sertleşebilirliğe sahiptir. Fakat nispeten yüksek alüminyum içeriği oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklıklarda arzulanan mukavemet özelliklerini kazandırır. $\alpha+\beta$ titanyum

alaşımlarının kimyasal kompozisyonları ve tipik uygulamaları Tablo 3.5’de verilmiştir (Smith, W. F., çev., 1993).

Tablo 3.5 $\alpha + \beta$ fazındaki titanyum alaşımlarının kimyasal kompozisyonları ve tipik uygulamaları

<i>Alaşım kompozisyonu</i>	<i>Şartlar</i>	<i>Tipik uygulamalar</i>
% 6 Al, % 4 V	Tavlanmış çözündürme + yaşlandırma	Roket motor kılıfları, uçak turbin ve kornpresörleri için kanatlar ve diskler, yapısal dövme ve bağlayıcılar, basınçlı kaplar, gaz ve kimyasal pompalar, soğuk parçalar. Silah ekipmanları, liman parçaları, buhar türbin bıçakları
%5 Al, %2,5 Sn (düşükO ₂)	Tavlanmış	-423 ⁰ F’da çalışan yüksek basınçlı soğuk kaplar için özel sınıflar.
% 6Al, %6V, % 2 Sn	Tavlanmış çözündürme + yaşlandırma	Roket motor kılıfları, silah parçaları, yapısal uçak parçaları ve iniş dişlileri: ısıtılma işlemi iyi tepki verir, iyi kaynaklanabilirlik
% 7 Al, % 4 Mo	çözündürme + yaşlandırma	Uçak iskeletleri ve 800 ⁰ F’a kadar işlemler için jet motor parçaları, füze dövme silah ekipmanları
% 6 Al, % 2 Sn, % 42r, %6 Mo	çözündürme + yaşlandırma	İleri jet motorları için parçalar
% 6 Al, % 2 Sn, % 2 Zr	çözündürme + yaşlandırma	Kalın kesitlerde dayanım, kırılma tokluğu. İniş dişli tekerlekleri
% 10V, %2 Fe, % 3 Al	çözündürme + yaşlandırma	Yüksek dayanımlarda tokluk gerektiren ağır uçak iskelet parçaları
% 10 Mn	Tavlanmış	Uçak levha parçaları, yapısal kesitler ve yüzeyler, iyi şekillendirilebilirlik, orta dayanım
% 3 Al, % 2,5 V	Tavlanmış	Uçak hidrolik boruları folyo: dayanım, kaynaklanabilirlik ve şekillendirilebilirliği kombine eder.

3.3.2.3 β -Titanyum Alaşımları

β -alaşımları, α ’dan β ’ya dönüşüm sıcaklığını düşürme eğilimi olan vanadyum, niyobiyum ve molibden gibi geçiş elementlerini içerir ve böylece (bcc) β fazının gelişimini destekler. Bunlar α alaşımlara göre daha mükemmel işlenebilirliğe sahiptir. Beta alaşımlar mükemmel sertleştirilebilirliğe sahiptir ve ısıtılma işlemi kolayca

karşılık verirler. Genel bir ısıtma işlemi 450-650 °C 'de gerçekleştirilir. Bu işlem var olan β içinde dağıntı α partiküllerinin oluşumu ile sonuçlanır (ASM, 1990).

β zengin alaşımlara çok yüksek dayanımlar için ısıtma işlemi uygulanabilir ve bunlar kolaylıkla şekillendirilebilirler. Buna karşın bu alaşımlar yüksek dayanım şartlarında nispeten yüksek yoğunluğa ve düşük sünekliğe sahiptirler.

Geçmişte beta alaşımlar oldukça kısıtlı uygulamalara sahiptir, çok yüksek mukavemet gereken yaylar gibi. Son yıllarda bununla birlikte beta alaşımlar uzay yapılarında kullanılmaktadır. İlave olarak bazı beta alaşımlar, molibden içerenler gibi iyi korozyon karakteristiğine sahiptir. Beta alaşımlar ayrıca aşağıdaki özelliklere sahiptir;

- Alfa alaşımlara göre oda sıcaklığında daha iyi şekil verme ve biçimlendirme karakteristiği
- Akma mukavemeti (sürünme mukavemeti yerine) uygulanabilen kriter olan sıcaklıklarda alfa+beta alaşımlardan daha yüksektir
- Alfa-beta alaşımlara göre ısıtma işlemi daha iyi tepki verir (çözelti işlemi su verme ve yaşlandırma). Beta alaşımların kullanımı son yıllarda artmaktadır. Ti10V2Fe3Al alaşımı dövme, Ti15V4R3AL3Sn yatak uygulamalarında ve Ti3Al8V6Cr4Mo4Zr yaylar için kullanılmaktadır (ASM, 1990).

Yeterli miktarlarda β kararlılaştırıcı alaşım elementleri titanyuma ilave edilirse tüm β fazından oluşan bir yapı su verme ile hatta bazı durumlarda havada soğutma ile oda sıcaklığında elde edilebilir. β titanyum alaşımları için alaşım elementleri vanadyum, molibden, krom ve demirdir. Zirkonyum bazen β ve α fazlarının her ikisinin de dayanımını artırmak için ilave edilir. Alüminyumda bu alaşımların çoğuna yoğunluklarını azaltmak, biraz katı eriyik mukavemetlenmesi sağlamak ve oksidasyon direncini artırmak için ilave edilir. Günümüzün β titanyum alaşımlarının kimyasal kompozisyonları ve tipik uygulamaları Tablo 3.6 'da verilmiştir (Smith, W. F., çev., 1993).

Tablo 3.6 β titanyum alaşımlarının kimyasal kompozisyonları ve tipik uygulamaları

<i>Alaşım kompozisyonu</i>	<i>Tipik uygulamalar</i>
% 3V, % 11Cr, %3 Al	Yüksek dayanımlı bağlayıcılar, uzay parçaları, bal peteği panelleri (iyi şekillendirilebilirlik, ısı işlem uygulanabilirlik)
% 8 Mo, % 8V, %2 Fe, %3 Al	Yüksek dayanım, tok uçak iskelet parçaları, plaka, bağlayıcılar ve dövülmüş parçalar
% 3Al, % 8V, %6 Cr, %4 Mo, % 42 r	Yüksek dayanımlı bağlayıcılar, burma çubukları, uzay parçaları
% 11,5 Mo, % 6 Zr, % 4,5 Sn	Şekillendirilebilirlik ve korozyon direnci gerektiren parçalar, yüksek dayanımlı bağlayıcılar, yüksek dayanımlı uçak levha parçaları

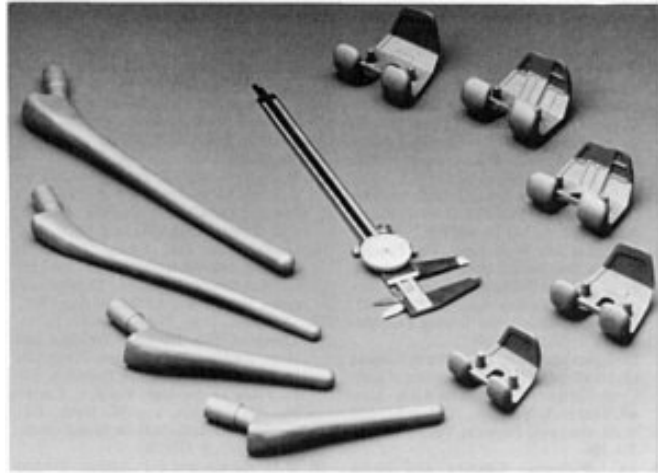
3.4 Nitrürlemeden Sonra Titanyum Alaşımlarının Uygulaması

Titanyum ve titanyum alaşımlarının zayıf tribolojik özelliklerinden dolayı, değişik nitrürleme tipleri gibi termokimyasal yüzey işlemleri, tıp ve endüstri uygulama alanının genişlemesi için tavsiye edilir. Örneğin dişliler ve mil yatağı gibi mühendislik uygulamaları için yüzey işlemleri kullanılmaktadır (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Biyomedikal alanda plazma işlemleri kullanılarak titanyum alaşım yüzeylerini nitrürleme, endüstride uygulama seviyesine ulaşmıştır. ABD ve Avrupa'daki ortopedik şirketler nitrürlenmiş veya TiN-kaplanmış kalça protezleri üretmektedir. Ayrıca titanyum, zehirli olmayan bir metaldir, bu biouyşabilir bir malzeme olmasını sağlamaktadır. Titanyum ve alaşımlarını kimyasal, petrokimyasal, liman ve biomateryal uygulamalarda genişçe kullanılmaktadır. Ayrıca saf azot içinde yüksek basınçla nitrürleme Ti-6Al-4V alaşımından yapılmış yakıt enjeksiyon memelerinde başarıyla uygulanmıştır (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Titanyum ve titanyum alaşımları tıp, spor araçları, korozyonlu çevrede, denizcilik uygulamalarında, uzay uygulamalarında genişçe kullanılmaktadır. Titanyum insan vücudunda tamamen doğaldır ve sık olarak kalp valfleri, eklemler ve kemiklerin yerini aldığı medikal alanda kullanılır. Kalça ve diğer eklemler için titanyum protezler iyi yerleşmiştir ve 30 yılı aşkındır kullanılmaktadır (Şekil 3.3). Titanyumun

mukavemeti ve biyouyuşabilirliği onu dişsel ve diğer ağız protezleri için ideal malzeme yapmaktadır. Titanyum implantlar üzerine hydroxyapatite kaplama, implantların ömrü ve biyouyuşabilirliği artırma için çok popüler hale gelmiştir. Ayrıca onlar kemik ve implantlar arasına direk bağlamaya izin verir ve kemiğin büyümesini ve iyileşmesini çabuklaştırır. Titanyum alaşımları (Ti-3Al-2,5V); golf sopası sapları, tenis raket çerçevesi, bilardo sopası sapı ve bisiklet çerçeveleri gibi uygulamalarda yaygın şekilde kullanılmaktadır. Spor uygulamaları için onların düşük elastisite modülleri, hasar toleransları, iyi mukavemet-ağırlık oranları ve iyi korozyon direnci gibi özelliklerine ihtiyaç vardır (Zhecheva ve diğerleri, 2004).



Şekil 3.3 Ti6Al4V alaşımının uygulama alanlarından cerrahi implantlar ve protez aletleri

İdeal biyouyumları nedeniyle yeni nesil ortopedik implantlar (Ti-6Al-4V) alaşımından üretilir. Alışılmış (Co-Cr-Mo) alaşımı ile karşılaştırıldığında (Ti-6Al-4V) alaşımı süper bir korozyon ve yorulma direnci gösterir. Ayrıca kemikle daha iyi bir uyum sağlayan düşük elastik modülüne sahiptir. Bu alaşım içine N ve C implantasyon edilmesinin alaşımın mikrosertliğinde önemli artışlar sağladığı saptanmıştır. Büyük miktarlarda Ti esaslı ortopedik dizler, kalçalar, bilek, omuz, el ve ayak parmakları günümüzde iyon implantasyonu işlemiyle üretilmektedir.

BÖLÜM DÖRT

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1 Çalışmada Kullanılan Malzemeler

Bu çalışmada deney malzemesi olarak Ti6Al4V titanyum alaşımı kullanılmıştır. Ti6Al4V alaşımı, Ø 10×10 mm boyutlarındadır. Hipokrat firmasından temin edilen alaşımın kimyasal bileşimi Tablo 4.1’de gösterilmiştir.

Tablo 4.1 Ti6Al4V Alaşımının Kimyasal Kompozisyonu (%)

	<i>Ti</i>	<i>Al</i>	<i>V</i>	<i>C</i>	<i>Fe</i>	<i>O₂</i>	<i>N₂</i>	<i>H₂</i>
Değerler	89,319	6,4	4	0,004	0,15	0,118	0,007	0,002

4.2 Plazma Nitrürleme İşlemi

Plazma nitrürleme işleminin gerçekleştirildiği düzenek laboratuvar tipi plazma nitrürleme ünitesi Şekil 4.1’de görülmektedir. Bu plazma nitrürleme sistemi, Dokuz Eylül Üniversitesi Makina Mühendisliği bölümü tarafından geliştirilip, imal edilmiştir. İyonitrürasyon işlemine tabi tutulan her dört adet numunenin her birine birer grup ismi verilmiştir. Tablo 4.2’de bu gruplar görülmektedir. İyonitrürasyon işlemi aşağıda belirtilen sırayla gerçekleştirilmiştir.

1)Nitrürasyon yapılacak numuneler, önce yüzeylerinde mevcut olabilecek boya, yağ vb. maddeleri çıkarmak için aseton ile temizlenmiş ve sonra numune tutucuya yerleştirilmiştir. Daha sonra numune tutucu da vakum odasında katod ve termokuplu da içine alacak şekilde yerleştirilmiştir. Cam fanus metal tabla üzerine sızdırmazlık contasını arada kalacak şekilde yerleştirilmiştir. Deneysel çalışmada yüksek sıcaklıklara ulaşabilmek için plazma seramik bir boru içerisinde oluşturulmuştur.

2)Daha sonra vakum odası vakum pompası 40-60 dakika çalıştırılarak, $1,9.10^{-2}$ mbar basıncına kadar vakuma alınmıştır.



Şekil 4.1 Plazma nitürleme deney düzeneği

3) Vakuma alma işlemi sona erdikten sonra vakum odası, ortam basıncı 2 mbar olacak şekilde bir saat süre boyunca azot gazı ile yıkanmıştır. Böylece ortamda kalan hava dışarı atılmış ve vakum odası tekrar vakuma alındığında vakum değeri $1,2 \cdot 10^{-2}$ mbar basınca indirilmiştir.

4) Azot ile yıkama sonrası hidrojen gazı kullanılarak, saçılma işlemi ile malzeme yüzeyi temizlenmiştir. Bu sırada 3,5 mbar ortam basıncında ve malzeme sıcaklığı 200°C olana kadar işleme devam edilmiş, iyonlaşmış gazın akkor ışını, katotik pozisyonda olan iş parçasını tamamen sarmış ve parıltılı boşalım adı verilen ayrılmış gaza ait iyonların parça yüzeyine bombardımanı başlamıştır. Bu iyon bombardımanı ile iş parçasında mükemmel bir yüzey temizliği sağlanmıştır. Nitürasyon için gerekli azot difüzyonu ise, difüzyon için gerekli sıcaklığa ulaşıldığında başlamaktadır.

5) Bu işlemler tamamlandıktan sonra nitürleme işlemine geçilmiştir. 2 mbar ortam basıncı olana kadar vakum odasına azot gazı verilmiştir. Basınç sabitlendikten

sonra ortam basıncı 2,5 mbar olana kadar vakum odasına hidrojen gazı verilmiş ve sistemin çalışması boyunca gaz basınç değerleri sürekli kontrol edilmiştir.

Tablo 4.2 İyonitürasyon işlem parametreleri

<i>GRUP</i>	<i>ZAMAN (Saat)</i>	<i>SICAKLIK (°C)</i>	<i>AZOT (%)</i>
700-2	2	700	80
700-4	4	700	80
700-7	7	700	80
700-10	10	700	80
700-15	15	700	80
800-2	2	800	80
800-4	4	800	80
800-7	7	800	80
800-10	10	800	80
800-15	15	800	80
900-2	2	900	80
900-4	4	900	80
900-7	7	900	80
900-10	10	900	80
900-15	15	900	80
1000-2	2	1000	80
1000-4	4	1000	80
1000-7	7	1000	80
1000-10	10	1000	80

6) Deneysel çalışmada yüksek sıcaklıklara ulaşabilmek için dışardan ısıtma düzeneği kullanılmıştır. Dışardan girdap akımları ile ısıtma yapan bir bobine 9V gerilim uygulandığında 25 dakika sonunda 150 °C kadar sistem sıcaklığı yükseltilmiştir.

7) İşlem sıcaklığına göre uygulanan gerilim 400-900 Volt arasında değiştirilmiştir. Nitrürasyon işlemi sırasında yüzeyin sıcaklığı ölçülmüştür. Sıcaklık numune tutucunun altına yerleştirilen Ni-Cr-Ni termokupl ile kontrol edilmiştir.

8) İşlem sıcaklığına 30 dakika içerisinde ulaşılmış, sertleştirme işleminin süresi işlem sıcaklığına ulaştıktan sonra başlatılmıştır.

9) İşlem sona erdikten sonra vakum odasına azot gazı verilerek numunelerin sıcaklığı oda sıcaklığına düşene kadar vakum altında tutulmuştur.

4.3 Sertlik Ölçümü ve Optik Mikroskobu ile İnceleme

Nitrürlenmiş yüzeyin yapısal değişimlerin araştırılması için nitrürlenme işleminden sonra $\varnothing 10 \times 10$ mm boyutlarındaki Ti-6Al-4V alaşımı numuneleri polyester içine alınmıştır. Polyester reçine içine alınan numunelerin metalografik numune hazırlama metodları ile hazırlanması gereklidir. Numuneler polyestere alındıktan sonra sırasıyla 600, 800, 1200 ve 2000 kum SiC su zımparada zımparalanmış ve daha sonra 0,25-1 mikronluk parlaticılar (elmas süspansiyon) ile kullanılan (parlatma kumaşı) keçe parlatma işlemleri gerçekleştirilmiştir.

Numune yüzeylerinin daha hassas duruma gelmesi için $0.05 \mu\text{m}$ partikül boyutlu alumina pasta ile parlatılmış, hemen sonrasında parlatma işleminden çıkan numune yüzeylerinde leke oluşmaması için numune etil alkol ile yıkanmış ve kurutma cihazında yüzeyler kurutulmuştur. Mikrosertlik ölçümleri için sayılan işlemler yeterlidir ancak mikroyapının incelenmesi için numunenin özel bir solüsyonla dağlanması gereklidir. Parlatılan numuneler 1 ml HF, 2 ml HNO_3 ve 50 ml H_2O çözeltisinde dağlanmıştır. Dağlama için 10-15 saniye zaman aralığı yeterli olmaktadır. Bu çalışmada 700, 800, 900, 1000°C sıcaklıklarda ve 2, 4, 7, 10, 15 saat sürelerde nitrürlenmiş Ti-6Al-4V alaşım numunelerinin mikroyapıları incelenmiştir.

Hazırlanan numuneler Nikon Epiphot 200 optik Mikroskobu ile 200 ve 1500 büyütme sağlanarak incelenmiş ve gelişen tabakaların resimleri NS-Elements D 2.30 programı ile bilgisayar ortamına aktarılmıştır. Ayrıca aşınma yüzeylerinin resimleri de aynı şekilde bilgisayar ortamına aktarılarak incelenmiştir.

İyonitrürasyon sonucu ortaya çıkan bileşik ve difüzyon tabakalarının kalınlıkları, Nikon Epiphot 200 optik mikroskobu ile yüksek çözünürlüklü video kameranın irtibatlandırıldığı NS-Elements D 2.30 görüntü analiz programı ile tespit edilmiştir.

İyonitrürasyonla çeşitli işlem süre ve sıcaklıklarında sabit N_2+H_2 gaz karışım oranında nitrülenmiş Ti-6Al-4V alaşımı numunelerinde yüzeyden itibaren içe doğru mikrosertlik değerleri ölçülmüştür. Parçaların kesitlerinde oluşan tabakaların sertliğinin hassas bir şekilde ölçümünde mikrovickers sertlik ölçümü kullanılmıştır. Yüzey sertlikleri Tronic HVS-1000 mikrosertlik cihazında ölçülmüştür. Mikrovickers sertlik ölçümünde 0,98 N yük 15 saniye uygulanmıştır.

4.4 Aşınma Deneyi

Farklı şartlar altında iyonitrürasyonla nitrülenmiş numunenin her bir grubundan birer numune ve işlem görmemiş alaşımdan da bir numune pim disk aşınma test makinasında test edilmiştir. Aşınma testleri kuru sürtünme şartları (herhangi bir yağlama yapılmadan) altında ASTM G99 standartlarına uygun olan pim disk aşınma test makinesinde gerçekleştirilmiştir. Aşındırma diski 120 mm çapında, 18 mm kalınlığındadır ve sertliği 60 ± 2 HRC dir. Disk malzemesi yağda sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğidir. Testte mevcut aşındırma yükü 80 N ve diskin çevresel hızı 0.8 m/s (129 d/dk)'dir. Numune toplam kayma mesafesi ise 10.000 metredir. Bütün aşınma testleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Testte kullanılan aşınma cihazını gösteren resim Şekil 4.2'de verilmiştir.

Numunelerin ağırlık kayıpları $\pm 10^{-4}$ g. hassasiyetinde olan Precisa marka hassas terazi ile ölçülmüştür. Test öncesi numuneler ve disk yüzeyleri aseton ile temizlenmiştir. Diskin üzerine sıvanmış numune artıkları, her tartım sonrası disk SiC zımpara ile zımparalanarak ve etil alkol ile silinerek giderilmeye çalışılmıştır. Ayrıca numunelerin ağırlıkları hassas terazide ölçülmeden evvel tüm yüzeyleri etil alkol ile temizlenmiştir. Aşınma numuneleri Nikon Epiphot 200 optik mikroskobu ile incelenmiştir.



Şekil 4.2 Aşınma deneyinde kullanılan test cihazı

4.5 X-Işınları Difraksiyon Analizi

X-Işınları Difraksiyon Analizi, Erzurum Üniversitesi Makina Mühendisliği bölümündeki laboratuvarında mevcut olan, RIGAKU D/MAX-2200 marka X-Işınları Difraksiyon Analizi cihazında yapılmıştır. Faz analizleri x-ışınları difraktometresinde CuK-ALPHA1/ 30 kV/ 10 mA radyasyonu kullanılarak yapılmıştır. Seçilen farklı sıcaklıkta nitrülenmiş numunelerin tabaka yapıları x-ışınları difraksiyon analizleri ile incelenmiştir.

BÖLÜM BEŞ

YAPILAN ÇALIŞMANIN

DEĞERLENDİRİLMESİ

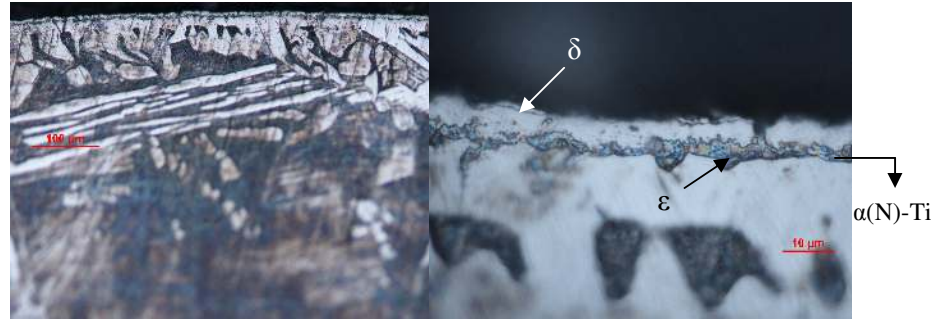
5.1 Mikroyapının İncelenmesi

700, 800, 900 ve 1000 °C sıcaklıklarında ve 2, 4, 7, 10 ve 15 saat sürelerde Ti-6Al-4V alaşımının plazma nitrürlenmesi sonucunda, işlem sıcaklığına ve süresine bağlı olarak farklı mikroyapıların ortaya çıktığı görülmüştür. Nitrürleme esnasında gaz oranı (H_2+N_2) sabit tutularak, sıcaklık ve zaman parametreleri değiştirilmiştir. Yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen iyonitrürasyon işlemi sonucunda titanyum alaşımlarının yüzeyinde iki tabakanın oluştuğu açıkça görülmektedir. Malzeme yüzeyinin dış kısmında oluşan tabaka “bileşik tabaka” olarak adlandırılmaktadır ve bu yüzey tabakaları iki alt tabakaya ayrılmaktadır. Bunlar üstte gelişen δ -TiN tabakası ve bu tabakanın hemen altında gelişen ϵ -Ti₂N tabakasıdır. İçteki tabaka yani bileşik tabakanın altındaki tabaka difüzyon tabakasıdır ve bu tabaka azotça zengin α -Ti kristalleri içermektedir (Zhecheva ve diğerleri, 2004, Inal ve diğerleri, 1999, Rossi ve diğerleri, 2003, Bacci ve diğerleri, 2000; Galliano ve diğerleri, 2001; Fleszar ve diğerleri, 2000). 900 ve 1000 °C’de iyonitrürasyon işlemi gerçekleştirildiğinde difüzyon bölgesi iki bölgeye ayrılmaktadır; üstte sürekli(homojen) α fazı tabakası ve altta ise α - β alt matris içinde gömülmüş bölgesel α faz kristalleri bölgeleridir. Yüzey tabakalarının morfolojisi, alaşımın α ve β dönüşümüne bağlı nitürleme sıcaklığı ile belirlenmektedir (Molinari ve diğerleri, 1997, Inal ve diğerleri, 1999). Şekil 5.1’de değişik sıcaklık ve sürelerle plazma iyon nitürlenmiş numunelerin yüzeyinde oluşan tabakaların 1500X ve 200X büyütme ile çekilmiş olan resimleri görülmektedir.

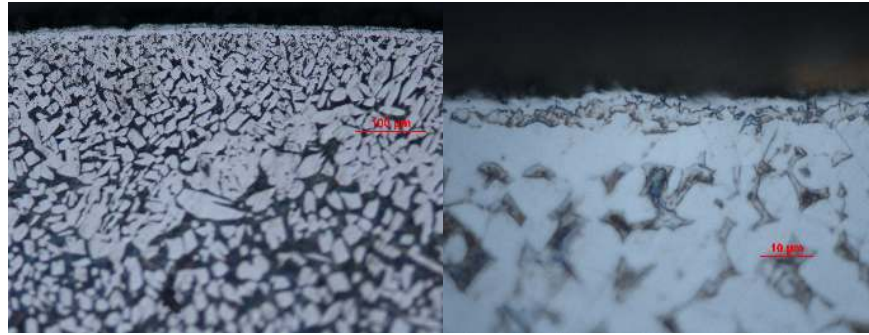
Optik incelemeler öncesinde, numune yüzeylerine bir dizi ön işlem uygulanmıştır. Bu işlemler sırasıyla taşlama, zımparalama, elmas pastayla ince parlatma ve numuneleri dağlamadır, bu işlemler ile ilgili ayrıntılı bilgiler Bölüm Dört ’te açıklanmıştır. Böylece yüzeyler mikroskop altında incelenebilmiştir. Yüzeyde oluşan tabakaların kalınlıkları Tablo 5.1’de verilmiştir.

Şekil 5.1’ de görüldüğü gibi 700 °C’de nitrürlenmiş alaşımda nitrürlü tabakalar (δ -TiN ve ϵ -Ti₂N) çok incedir ve nitrürleme süresinin artması ile birlikte tabaka kalınlığında çok az artışlar gözlenmiştir. Numunenin merkezi kararlı α + β yapısına sahiptir. 700 °C sıcaklıkta nitrürleme işlemine tabi tutulan numunelerde ϵ -Ti₂N tabakasının gelişmeye başladığı görülmüştür. δ -TiN tabakasının 4 saatlik deneyde oluştuğu görülmüştür. Bu sıcaklıkta gerçekleştirilen deneylerin sonuçları incelendiğinde, 700-15 grubunda δ -TiN, ϵ -Ti₂N ve difüzyon tabakalarının birlikte oluştuğu görülmüştür. 700-15 grubunda oluşan tabakaların kalınlıkları δ -TiN tabakası 1,95 μ m, ϵ -Ti₂N tabakası 2,53 μ m ve difüzyon tabakası 28,74 μ m’dir ve bu değerler bu sıcaklıkta elde edilen en iyi değerlerdir. 700-2 grubunda δ -TiN tabakası yoktur, 0,94 μ m kalınlığında ϵ -Ti₂N tabakası ve 8,26 μ m kalınlığında oluşan difüzyon tabakası mevcuttur.

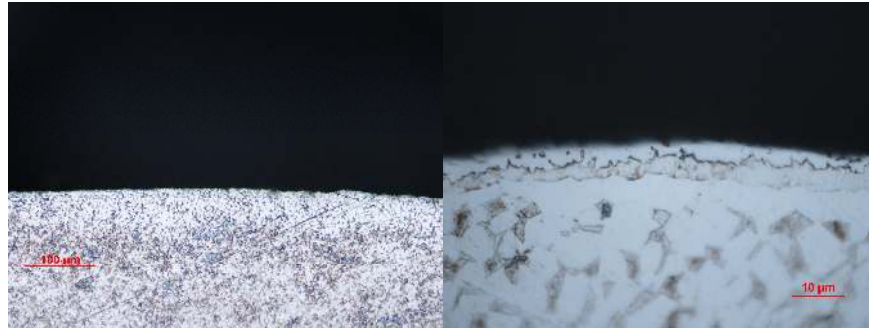
800 °C’de plazma nitrürlenmiş numunelerde (Şekil 5.1) nitrürlü tabakalar (δ -TiN ve ϵ -Ti₂N) biraz daha belirgin şekilde görülmeye başlamıştır. Nitrürleme sıcaklığı α - β dönüşüm sıcaklığı (882 °C) altındadır ve nitrürleme süresinin artması tabaka kalınlıklarında artışa neden olmuştur. Numunenin merkezi kararlı α + β yapısına sahiptir. 800 °C sıcaklıkta 2 saatlik nitrürleme işleminden sonra numunelerde δ -TiN, ϵ -Ti₂N ve difüzyon tabakaları açıkça görülmüştür. 2 saatlik nitrürleme ile elde edilen difüzyon tabakası kalınlığı 55,42 μ m’dir. Bu değer 700-15 de elde edilen difüzyon kalınlığından % 92 daha yüksektir, ama δ -TiN tabakası kalınlığı ise 700-15 e göre % 47 daha düşüktür. 800-15 grubunda oluşan tabakaların kalınlıkları δ -TiN tabakası 3,91 μ m, ϵ -Ti₂N tabakası 5,09 μ m ve difüzyon tabakası 90,85 μ m’dir ve bu değerler bu sıcaklıkta elde edilen en iyi değerlerdir. 800 °C de 2 saat nitrürleme yapılan numunelerde dahi δ -TiN tabakası oluştuğu görülmüştür. 800 °C grubunda δ -TiN tabakasının zaman artışına bağlı olarak hızlı bir şekilde geliştiği görülmüştür. δ -TiN tabakası aşınmaya dayanımı çok yüksek olan bir tabakadır.



1000-10



900-7



800-10



700-7

Şekil 5.1 700, 800, 900 ve 1000 °C'de çeşitli işlem sürelerinde plazma nitrürlenmiş Ti6Al4V alaşımının yüzeyinde oluşan tabakaların resimleri

Optik mikroskopla çekilmiş mikroyapılarda iki farklı nitrür görülmektedir. Bunlar, yüzey merkezli kübik yapıda δ -TiN ve tetragonal yapıda ϵ -Ti₂N fazlarıdır. Plazma nitrülenmiş bütün numunelerde δ -TiN ve ϵ -Ti₂N fazları görülmüştür. Nitrürleme sıcaklığının ve süresinin artması ile bu fazlarda artış görülmüştür.

900 °C'de plazma nitrülenmiş numunelerde (Şekil 5.1) nitrürlü tabakalar (δ -TiN ve ϵ -Ti₂N) belirgin şekilde görülmeye başlamıştır. Nitrürleme sıcaklığı α - β dönüşüm sıcaklığı (882 °C) üstündedir ve nitrürleme süresinin artması tabaka kalınlıklarında da artışa neden olmuştur. 2 saatlik nitrürleme ile elde edilen difüzyon tabakası kalınlığı 75,11 μ m'dir. 900-15 grubunda oluşan tabakaların kalınlıkları δ -TiN tabakası 5,12 μ m, ϵ -Ti₂N tabakası 8,89 μ m ve difüzyon tabakası 285,13 μ m'dir ve bu değerler bu sıcaklıkta elde edilen en iyi değerlerdir. 900 °C grubunda δ -TiN tabakasının zaman artışına bağlı olarak hızlı bir şekilde geliştiği görülmüştür.

1000 °C sıcaklık, deneysel çalışmanın yapıldığı en yüksek sıcaklıktır. Bu sıcaklıkta arzu edilen tabakalar kısa sürede oluşmaktadır. 1000-10 grubunda en iyi deney sonuçları elde edilmiştir. Bu grupta gözlenen tabaka kalınlıkları sırasıyla δ -TiN tabakası 6,84 μ m, ϵ -Ti₂N tabakası 9,33 μ m ve difüzyon kalınlığı 341,11 μ m'dir.

İyonitürasyon sıcaklığının artması ile birlikte 900 ve 1000 °C' de plazma nitrülenmiş numunelerde ϵ ve δ -titanyum tabakalarının görüntüsü daha belirgin olmaya başlamaktadır. Şekil 5.1'de görüldüğü gibi nitrürleme süresinin artması ile tabakaların kalınlıkları da artmaktadır. Nitrürleme sıcaklığı α - β dönüşüm sıcaklığının üstünde olduğundan azotca zengin katı çözelti tabakası olan α -titanyum tabakası daha belirgin olarak görünmeye başlamaktadır. Numune merkezindeki yapı eşksenli α tanelerini (açık) ve tane sınırı boyunca dönüşmemiş beta'yı (koyu) göstermektedir. Şekil 5.1' den de görüldüğü gibi 900 ve 1000 °C' de plazma nitrülenmiş Ti-6Al-4V alaşımının yüzeyinde oluşan üç tabakanın (ϵ , δ ve α -Ti) altında α - β alt matris içinde gömülmüş eşksenli α fazı kristalleri görülmüştür.

δ -TiN, ϵ -Ti₂N (ϵ) tabakalarının ve difüzyon bölgesinin süre ve sıcaklığa bağlı olarak büyüme davranışı Tablo 5.1'de verilmiştir. Sıcaklığın artması fazların

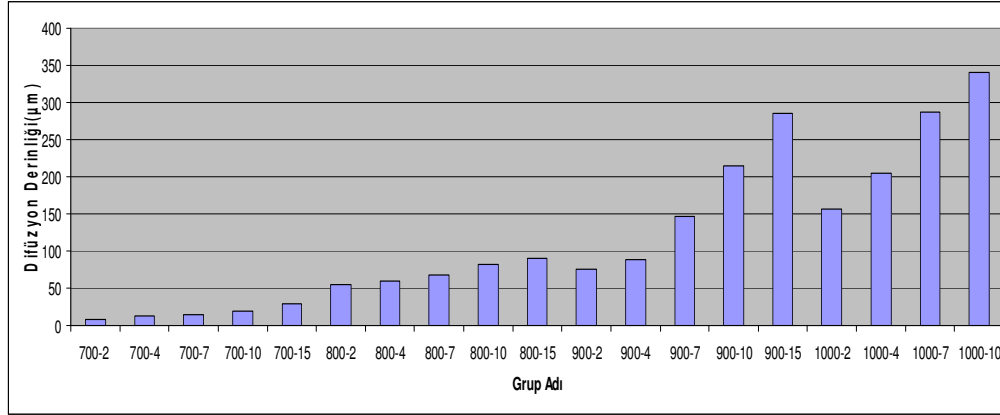
kalınlığını artırmış ve bütün sıcaklıklarda plazma nitrürleme süresinin artışına bağlı olarak bir artış görülmektedir. Şekil 5.1’de görüldüğü gibi 700 ve 800 °C sıcaklıkları $\alpha \rightarrow \beta$ dönüşüm sıcaklığının altında olduğundan bu sıcaklıklarda α -Ti katı çözelti bölgesinin kalınlığı belirgin değildir. 900 ve 1000 °C ’de ise $\alpha \rightarrow \beta$ dönüşümü gerçekleştiğinden ve merkezdeki faz, dönüşmüş β -Ti olduğundan α -Ti katı çözelti tabakası belirgin bir şekilde görülmektedir. Tablo 5.1’den de görüldüğü gibi kalınlık plazma nitrürleme süresi ve sıcaklıkla artmaktadır. 900-15 grubunda elde edilen değerlerden daha iyi sonuçları 1000-10 grubunda görmek mümkündür. Buda sıcaklığın titanyum ve alaşımlarının nitrülenmesinde ne kadar etkili olduğunu bize göstermektedir.

Tablo 5.1 Yüzeyde oluşan tabakaların kalınlıkları

GRUP	DİFÜZYON TABAKASI (μm)	ϵ -Ti ₂ N (μm)	δ -TiN (μm)
700-2	8,26	0,94	YOK
700-4	12,28	1,17	0,63
700-7	14,8	1,36	0,81
700-10	19,81	1,61	1,08
700-15	28,74	2,53	1,95
800-2	55,42	2,33	1,03
800-4	59,1	2,71	1,92
800-7	67,5	3,28	2,38
800-10	82,08	3,7	2,83
800-15	90,85	5,09	3,91
900-2	75,11	4,68	2,41
900-4	88,35	6,35	3,45
900-7	146,15	7,42	3,91
900-10	214,7	8,22	4,39
900-15	285,13	8,89	5,12
1000-2	156,86	6,09	3,38
1000-4	204,89	6,53	3,98
1000-7	286,91	8,84	4,78
1000-10	341,11	9,33	6,84

Şekil 5.2’de farklı parametreler ile yapılan nitrürleme sonucu oluşan difüzyon tabakası derinliğinin numune gruplarındaki değişimini veren grafik görülmektedir. Difüzyon tabakasının derinliğinin işlem sıcaklık ve zaman değerlerinin artırılması ile

arttığı görülmektedir. İncelemeler sonucunda en kalın difüzyon derinliği 1000-10 grubunda olduğu saptanmıştır.

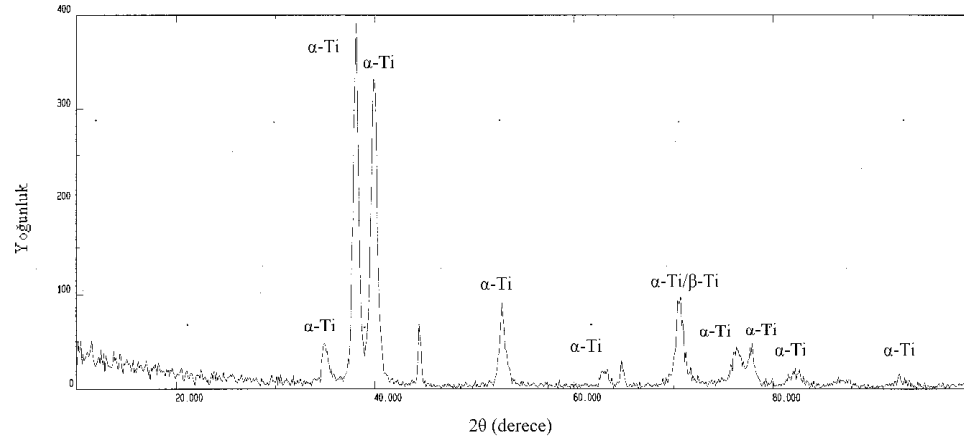


Şekil 5.2 Numune gruplarında elde edilen ortalama difüzyon derinlikleri

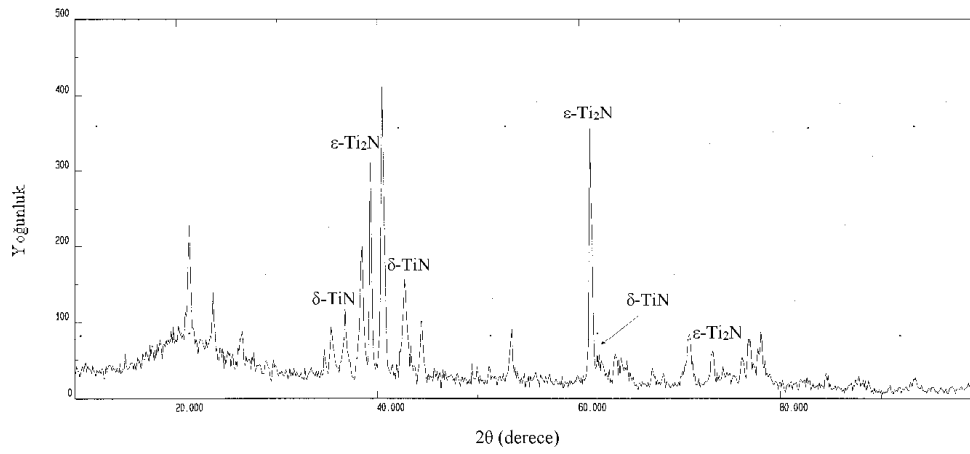
5.2 X-Işınları Difraksiyon Analizi

Plazma nitrülenmiş Ti-6Al-4V alaşımlarının yüzeyinde oluşan nitrür ve difüzyon tabakaları tespit etmek amacıyla farklı sıcaklıklarda elde edilen numuneler, Cu K α radyasyon kullanan X-Ray difraktometrede 10-100 derece 2 θ açısı arasında taratılarak, X-Ray ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Difraksiyon analizlerinde iki farklı nitrüre rastlanmıştır. Bunlar, yüzey merkezli kübik yapıda δ -TiN, ve tetragonal yapıda ϵ -Ti₂N (ϵ) fazlarıdır. Plazma nitrülenmiş bütün numunelerde δ -TiN ve ϵ -Ti₂N (ϵ) fazları görülmüştür. Nitrüleme sıcaklığının ve süresinin artması ile δ -TiN ve ϵ -Ti₂N (ϵ) fazların piklerinde artış görülmüştür. Şekil 5.3'de 700, 800, 900 ve 1000 °C'lerde 10 saat plazma nitrülenmiş Ti-6Al-4V alaşımının XRD paternleri görülmektedir. X-ışını analizlerinden görüldüğü gibi yüksek sıcaklıklar nedeniyle 900 ve 1000 °C'de kararlı δ fazı baskın olarak büyürken, kararlı ϵ fazı ise 700 ve 800 °C'de baskın olarak büyüme göstermektedir. 1000 °C de 10 saat nitrülenmiş numunede ϵ fazı pikleri zayıftır. Şekil 5.3'de 42,7 2 θ açısında δ -TiN piki en yüksek yoğunluk değeri 1000°C'de 10 saat nitrülenmiş numunede olduğu görülmektedir.

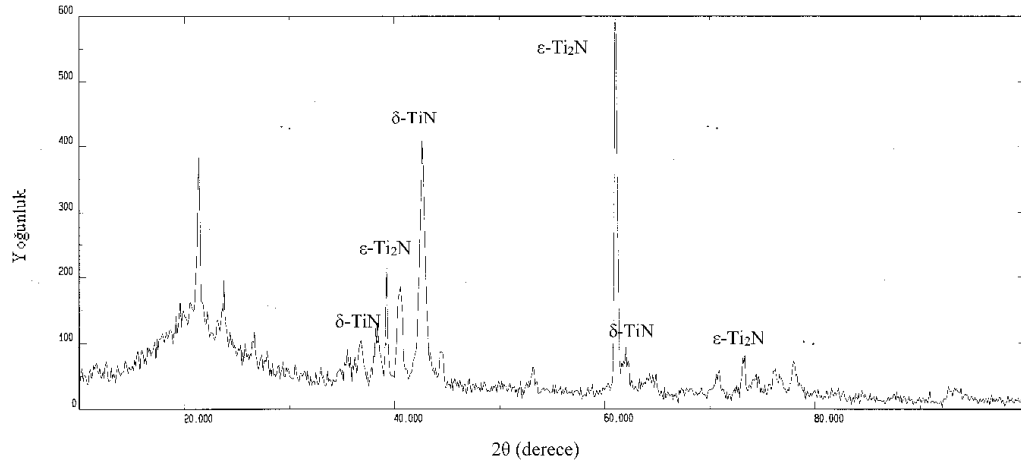
Ti-6Al-4V alaşımı üzerinde yapılan plazma nitrürleme çalışmalarında XRD analizi, optik mikroskopları ile kesitler üzerinde 2 nitrür tabaka (δ ve ε) ve içte azot difüzyon bölgesi (α -Ti) olduğu görülmüştür. Nitrürleme sıcaklığının ve süresinin artması ile fazların piklerinde artış görülmüştür.



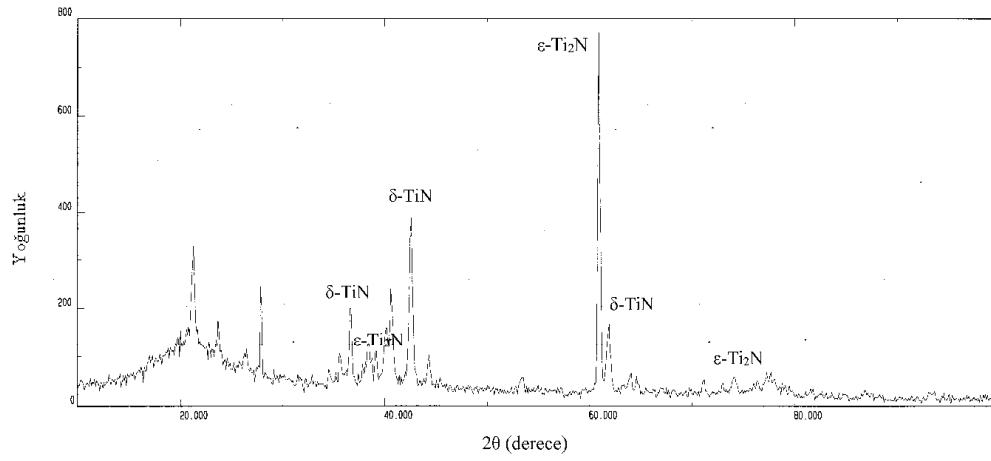
(a)



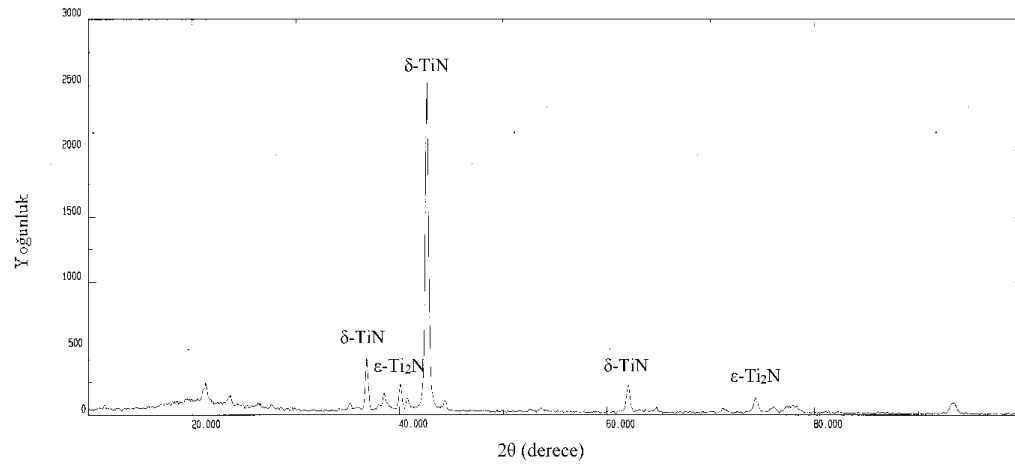
(b)



(c)



(d)



(e)

Şekil 5.3 (a) işlem görmemiş, (b) 700 °C, (c) 800 °C, (d) 900 °C and (e) 1000 °C'lerde 10 saat plazma nitrülenmiş Ti6Al4V alaşımının X-ışınları difraksiyon analizleri

5.3 Mikrosertlik Ölçümleri

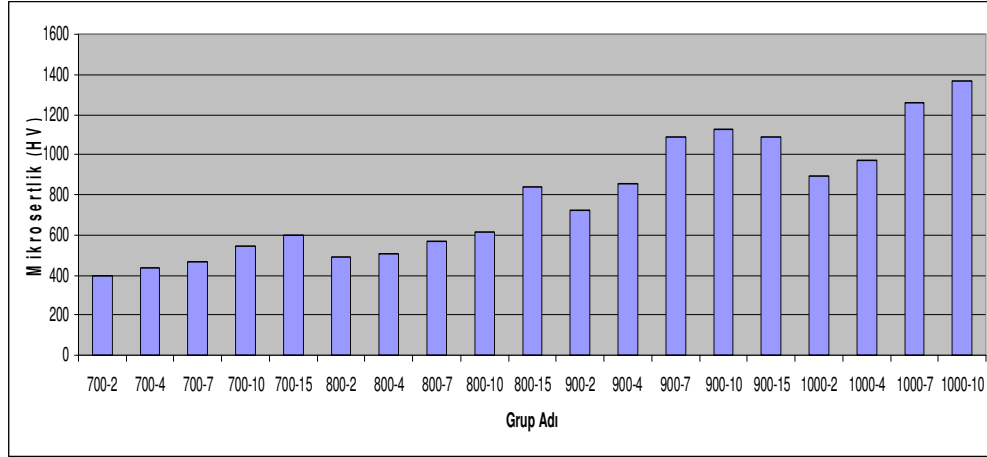
Nitrürlenmiş titanyum alaşımlarının yüzey özelliklerinden sertlik geniş bir şekilde incelenmiştir. Titanyum ve titanyum alaşımlarının başlangıç sertliği malzemenin kimyasal kompozisyonuna bağlı olarak genelde 200 ve 400 HV arasında değişmektedir. Malzeme yüzeyinde δ -TiN ve ϵ -Ti₂N gibi yeni fazların oluşumu ve azot konsantrasyonunun artışıının sebep olduğu nitrürlenmeden sonra yüzey sertliğinde artış vardır. Sertlik nitrürlenme tipine bağlı değişik işlem parametrelerini değiştirmeyeyle kontrol edilebilmektedir (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Bileşik tabakanın sertlik değeri genelde titanyum nitrür içeren faz kompozisyonu yüzünden çok yüksektir ve sertlik doymamış çekirdek içinde matrisin ana mikrosertliğine uzanan difüzyon bölgesi boyunca düşmektedir. Ti-6Al-4V, Ti-10V-2Fe-3Al and Ti-8Al-1Mo-1V alaşımlarının plazma nitrürlenmesinden sonra 600'den 2000 HV'ye kadar mikrosertlik ve 50 μ m kalınlığında bir bileşik tabaka elde edilmiştir. 700 ve 1000 ⁰C sıcaklıkları arasında 1,5-14 saat plazma nitrürlenmesi ile, Ti-6Al-4V'nın yüzey sertliği 1700 HV'ye çıkartılmıştır (Zhecheva ve diğerleri, 2004).

Mikrosertlik ölçümleri 700, 800, 900 ve 1000 ⁰C'lerde ve 2, 4, 7, 10 ve 15 saat plazma nitrürlenmiş numuneler üzerinde yapılmıştır. Sertlik ölçümü için numuneler polyester içine alınmıştır. Plazma nitrürlenme sıcaklık ve süresinin Ti-6Al-4V alaşımının mikrosertliğine olan etkisi Şekil 5.4' de verilmiştir. Plazma nitrürlenmiş numunelerde artan sıcaklık ve süre ile sertlik değerleri sürekli artış göstermektedir.

700 ⁰C'de Ti6Al4V alaşımının 2 saat plazma nitrürlenmesi sonucunda yüzey sertliği 394 HV, 800 ⁰C'de 488 HV, 900 ⁰C'de 724 HV ve 1000 ⁰C'de ise 893 HV mikrosertlik değerlerine ulaşılmıştır. Aynı sıcaklıklarda 10 saat plazma nitrürlenme sonucunda mikrosertlik değerleri sırasıyla 540 HV, 614 HV, 1124 HV, ve 1365 V olmuştur. 1000 ⁰C'de 10 saat plazma nitrürlenme sonucunda elde edilen 1365 HV'lık

sertlik değeri bu çalışmada ulaşılan maksimum sertlik değeridir ve aynı zamanda işlem görmemiş Ti-6Al-4V alaşımının sertlik değerinin (341 HV) en az 4 katıdır.



Şekil 5.4 Değişik numune gruplarında yüzeyden 15 µm derinlikte elde edilen mikrosertlik değerleri

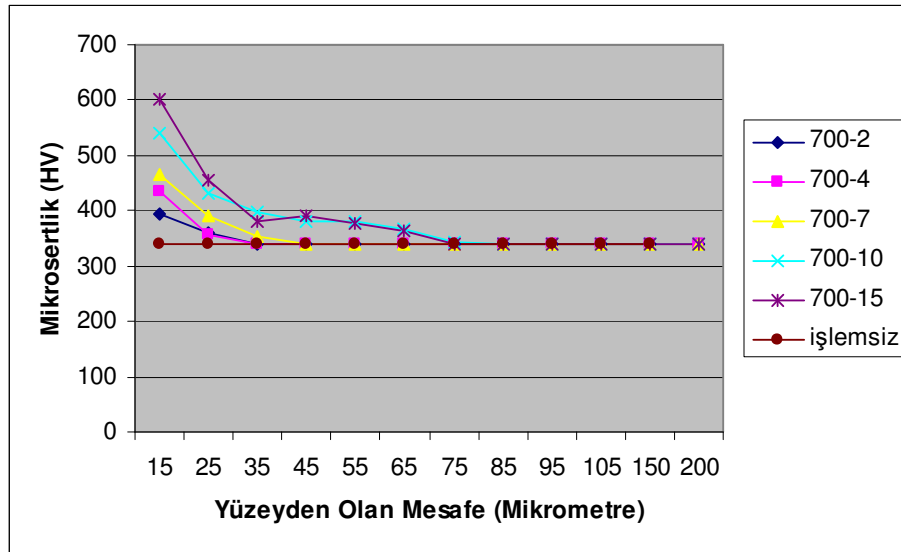
Numune gruplarında yüzeyden itibaren, 10 µm aralıklarla yapılan mikrosertlik ölçüm değerleri Şekil 5.4’de görülmektedir. Şekilden görüldüğü gibi en yüksek sertlik değeri 1000-10 grubunda elde edilmiştir. Bu değer 900-15 grubunda bulunan değerden yüksektir. Bu durum, titanyumun nitrülenmesinde sıcaklık parametresinin tabakaların gelişiminde zaman parametresinin etkisinden çok daha fazla olduğunu göstermektedir.

Yüzeyden belirli aralıklarla yapılan mikrosertlik ölçüm neticesinde elde edilen mikrosertlik değerleri Tablo 5.2’de verilmektedir.

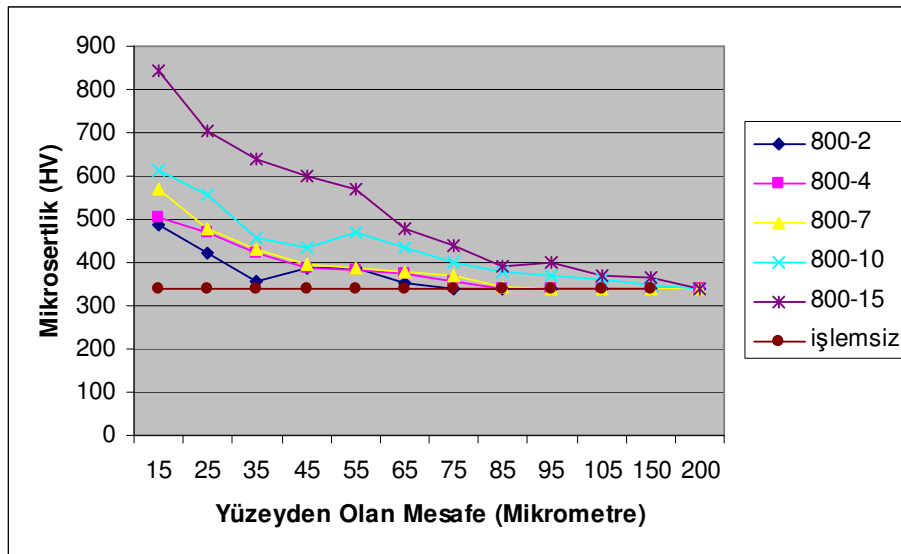
Tablo 5.2 Yüzeyden uzaklığa göre sertlik değerleri

<i>MİKROSERTLİK (HV)</i>												
GRUP	YÜZEYDEN OLAN MESAFE(μ m)											
	15	25	35	45	55	65	75	85	95	105	150	200
700-2	394	360	341	341	341	341	341	341	341	341	341	341
700-4	435	356	341	341	341	341	341	341	341	341	341	341
700-7	465	390	355	341	341	341	341	341	341	341	341	341
700-10	540	432	399	381	380	366	344	341	341	341	341	341
700-15	601	455	381	392	377	363	341	341	341	341	341	341
800-2	488	423	357	389	385	353	341	341	341	341	341	341
800-4	505	468	420	389	383	372	355	341	341	341	341	341
800-7	568	477	432	394	388	377	370	345	341	341	341	341
800-10	614	557	456	435	469	436	402	377	371	363	350	341
800-15	842	703	637	602	568	478	437	391	399	371	364	341
900-2	724	708	658	684	544	570	467	452	433	431	386	341
900-4	852	817	689	623	474	468	459	423	413	402	379	341
900-7	1087	835	784	689	642	616	586	580	540	465	398	344
900-10	1124	901	863	736	702	590	573	504	556	456	402	357
900-15	1091	791	692	608	658	549	502	455	417	397	382	345
1000-2	893	615	602	591	576	512	496	431	404	417	393	361
1000-4	972	745	722	656	637	510	485	497	448	441	418	386
1000-7	1255	1092	913	860	772	748	684	697	589	561	503	441
1000-10	1365	1119	955	849	897	646	599	559	550	503	494	431
işlemsiz	341	341	341	341	341	341	341	341	341	341	341	341

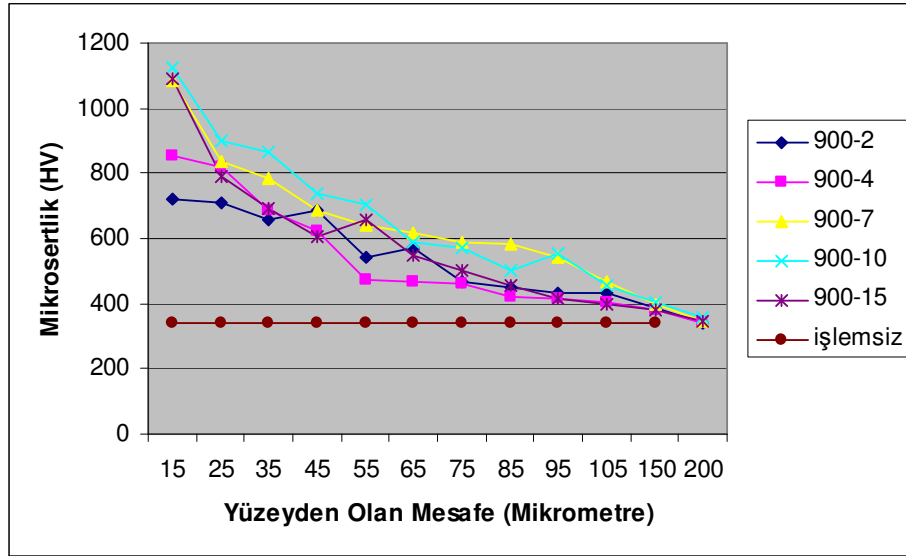
Sıcaklık ve zamana bağlı olarak değişen sertliklerin yüzeyden olan mesafeye göre değişimlerini gösteren karakteristik eğriler Şekil 5.5-5.15'deki şekillerde verilmektedir.



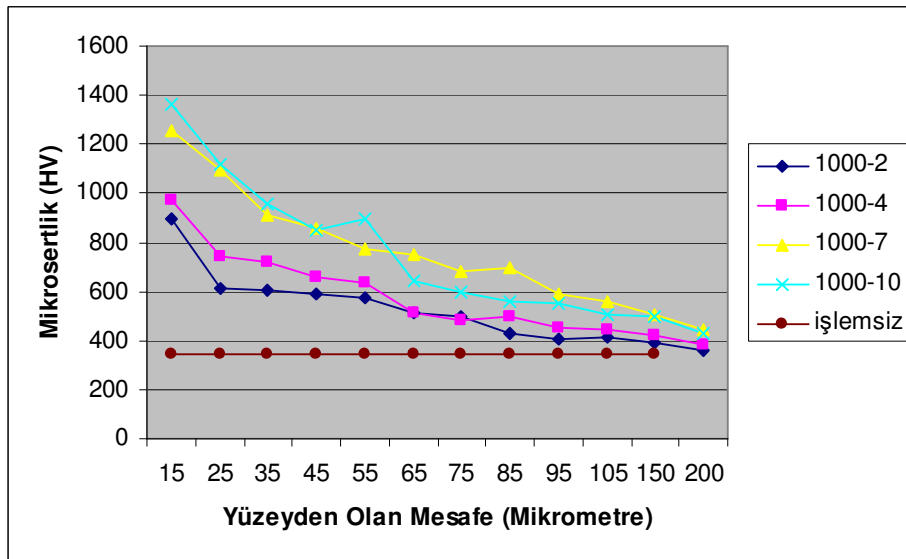
Şekil 5.5 700 °C'de farklı işlem sürelerinde nitrülenmiş numunelerde işlem süresinin sertlik değerlerine etkisi



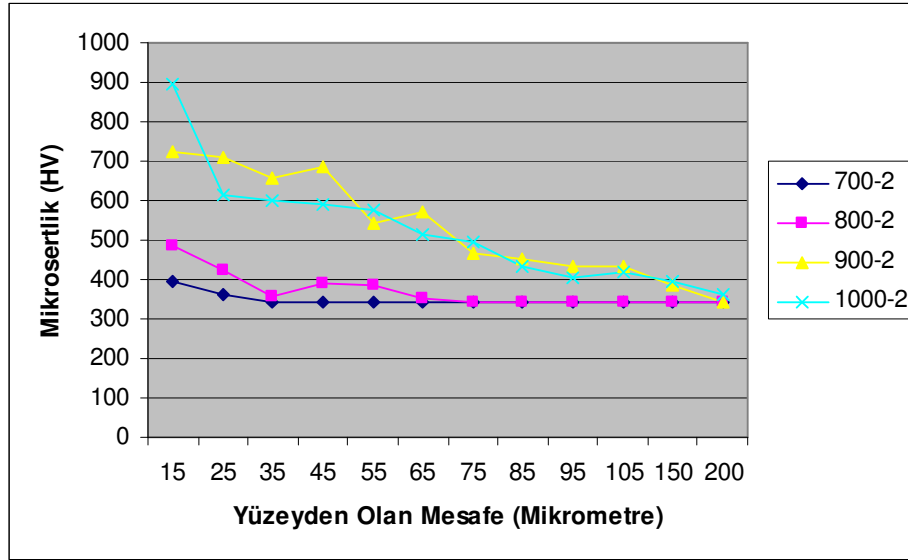
Şekil 5.6 800 °C'de farklı işlem sürelerinde nitrülenmiş numunelerde işlem süresinin sertlik değerlerine etkisi



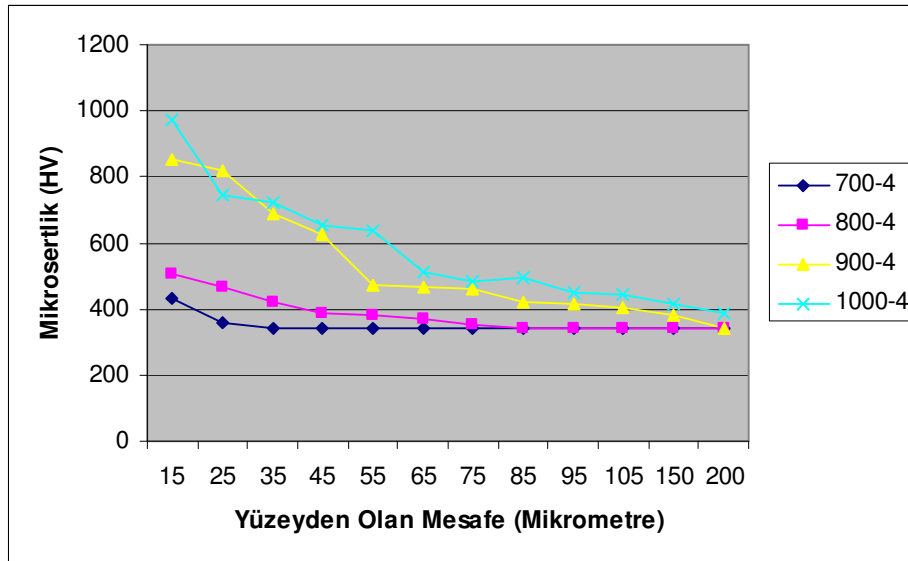
Şekil 5.7 900 °C'de farklı işlem sürelerinde nitrürlenmiş numunelerde işlem süresinin sertlik değerlerine etkisi



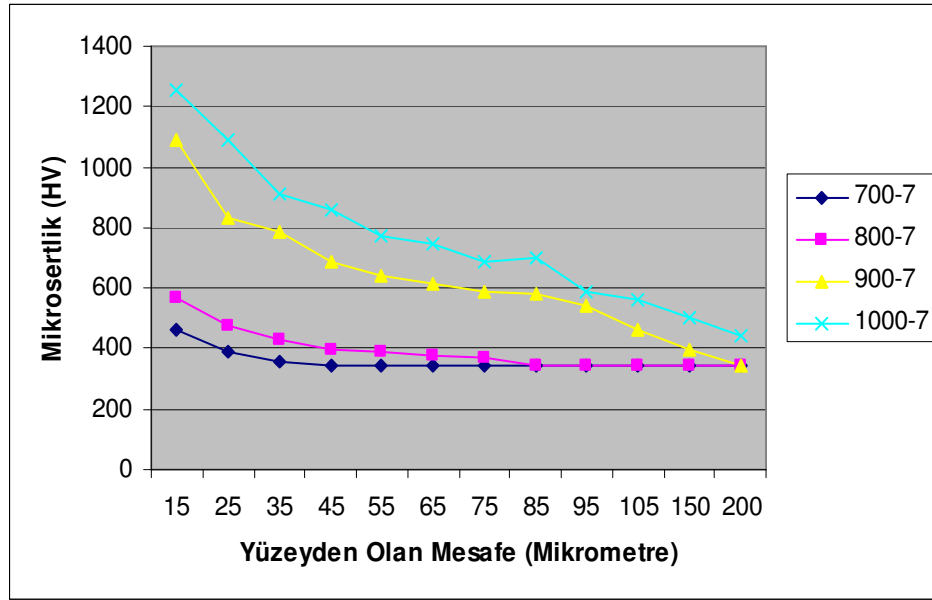
Şekil 5.8 1000 °C'de farklı işlem sürelerinde nitrürlenmiş numunelerde işlem süresinin sertlik değerlerine etkisi



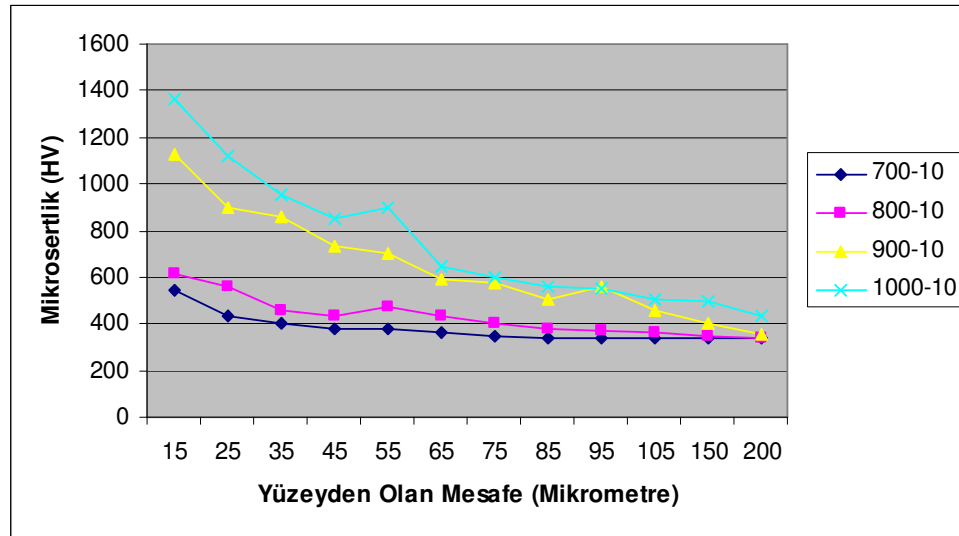
Şekil 5.9 2 saatlik sürede nitrürlenmiş numunelerde işlem sıcaklığının sertlik değerlerine etkisi



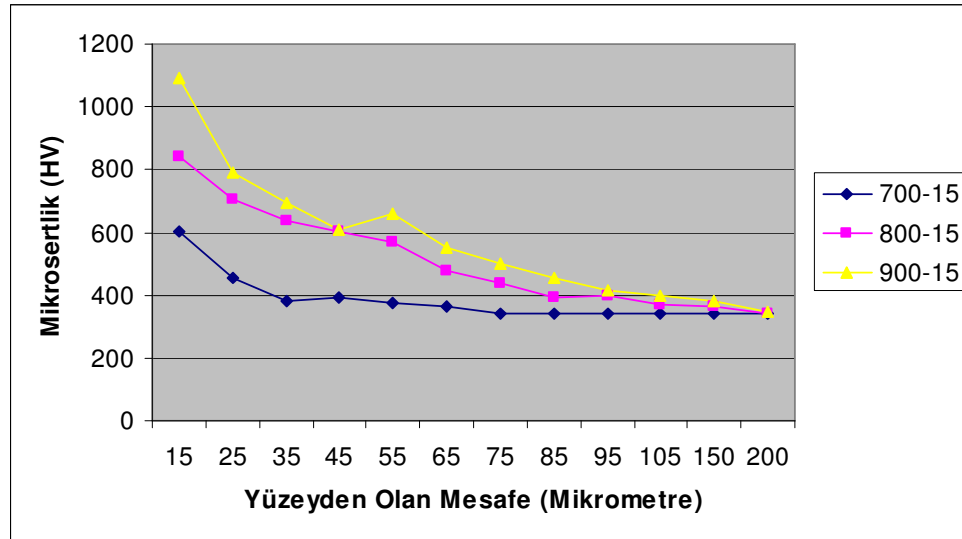
Şekil 5.10 4 saatlik sürede nitrürlenmiş numunelerde işlem sıcaklığının sertlik değerlerine etkisi



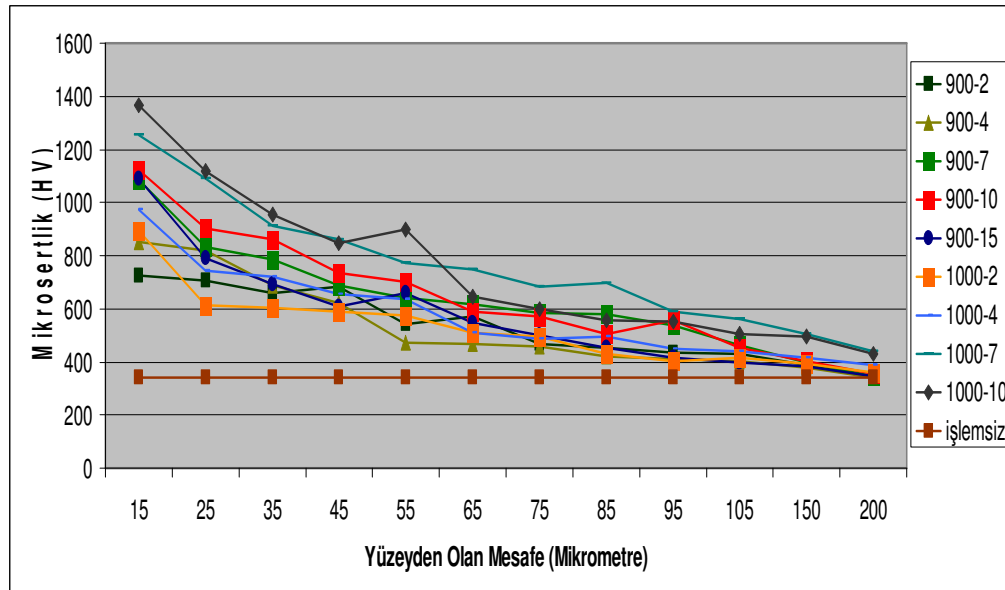
Şekil 5.11 7 saatlik sürede nitrürlenmiş numunelerde işlem sıcaklığının sertlik değerlerine etkisi



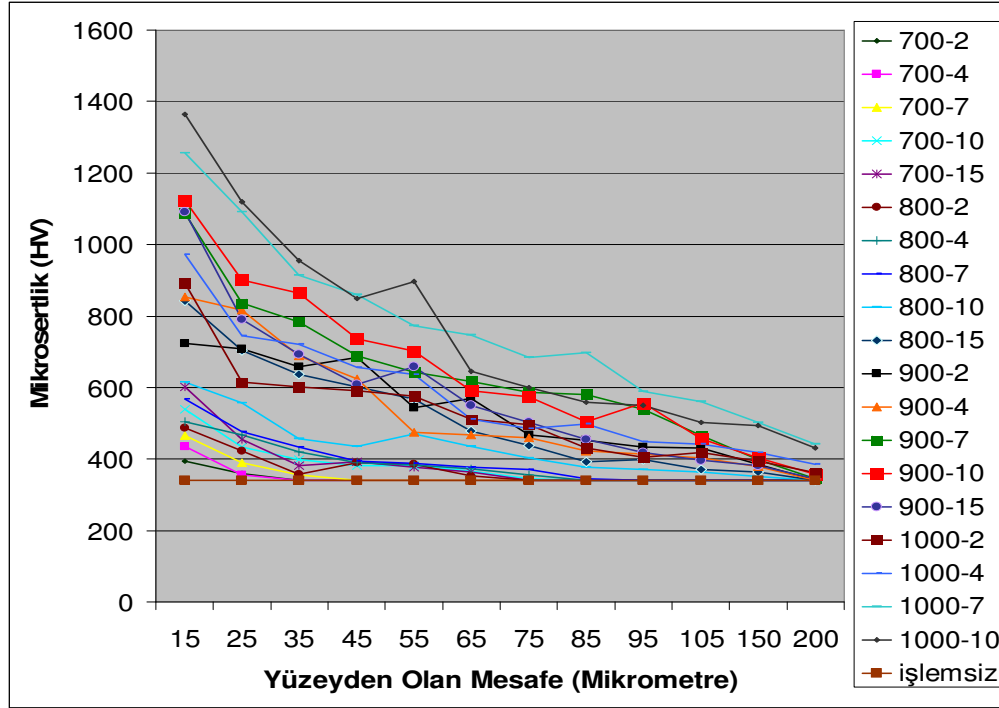
Şekil 5.12 10 saatlik sürede nitrürlenmiş numunelerde işlem sıcaklığının sertlik değerlerine etkisi



Şekil 5.13 15 saatlik sürede nitrürlenmiş numunelerde işlem sıcaklığının sertlik değerlerine etkisi



Şekil 5.14 900 ve 1000 °C'de farklı işlem sürelerinde nitrürlenmiş numunelerin yüzeyden uzaklığa göre sertlik değerlerinin değişimi



Şekil 5.15 Tüm numunelerin yüzeyden uzaklığa göre sertlik değerlerinin değişimi

Şekil 5.5’de 700 °C’de nitrülenmiş numunelerin mikrosertlik değerleri değişimi verilmektedir. Difüzyon tabakalarının sertlik değerleri işlem süresine bağlı olarak artmaktadır. 700°C’de nitrülen numuneler içerisinde maksimum sertlik değeri 15 saat nitrülen numunede elde edilmiştir. 15 saatlik işlem süresi sonunda numunenin sertlik değeri 601 HV’dir. 700 °C’de 15 saat iyonitrürasyon işlemi yapılmasına rağmen sertlik değerinde çok az bir artış görülmekte ve yüksek sertlik değerlerinin uzun işlem süreleri sonunda elde edilebilecektir.

900 °C’de nitrülenmiş numunelerin mikrosertlik değerleri tümünde zamana bağlı olarak bir artış olduğu Şekil 5.7’ da görülmektedir. 10 saatlik işlem süresi sonunda numunenin sertlik değeri 1124 HV ‘dir(Tablo 5.2). 900 °C’de 10 ve 15 saat sürelerde iyonitrürasyon işlemi gerçekleştirilmek, malzemenin yüzey özelliklerine istenilen etkileri sağlayacaktır. 900-15 grubunda geniş bir difüzyon tabakasının olduğu sertlik değerlerinden de görülmekte olup, ölçülen mikrosertlik değeri 1091 HV’dir, Ayrıca görüntü analiz programıyla gerçekleştirilen incelemeler sonunda kalın δ -TiN, ϵ -Ti₂N ve difüzyon tabakalarının olduğu belirlenmiştir (Tablo 5.1). 900 °C

titanyumun yüzey özelliklerini geliştirmek için iyi bir parametre olabilir, ama istenilen sonucu almak için 10-15 saat gibi uzun işlem süreleri gerektirmektedir.

1000 °C'de nitrülenmiş numunelerin mikrosertlik değerlerinde işlem süresinin artmasıyla artışlar olduğu Şekil 5.8'de görülmektedir. 1000°C'de nitrülen numuneler içerisinde maksimum sertlik değeri 10 saat nitrülen numunede elde edilmiştir. 1000-10 grubunda nitrülenmiş numunede bulunan mikrosertlik değeri 1365 HV'dir. Bu değer deneysel çalışma sonucunda elde edilen en iyi mikrosertlik değeridir.

2 saatlik işlem süresinde nitrülenmiş numunelerde sıcaklığın artmasıyla birlikte sertlik değerlerinde önemli miktarda artış olduğu Şekil 5.9'da görülmektedir. Bu işlem süresi sonunda 1000 °C'de geniş sertleşen bir bölge oluşmuştur. Sertlik değeri işlemsiz malzemenin sertliğinden yaklaşık 2 katından fazla bir değerde artış vardır. Şekil 5.10'da 4 saatlik işlem süresinde nitrülenmiş numunelerin sertlik eğrileri incelendiğinde, 1000-4 grubunda sıcaklığın etkisi ile geniş bir difüzyon bölgesi oluşmuş olduğu görülmektedir. Bu grupta işlemsiz malzemenin sertliğinden 2 katından fazla bir değerde sertlik artışı vardır.

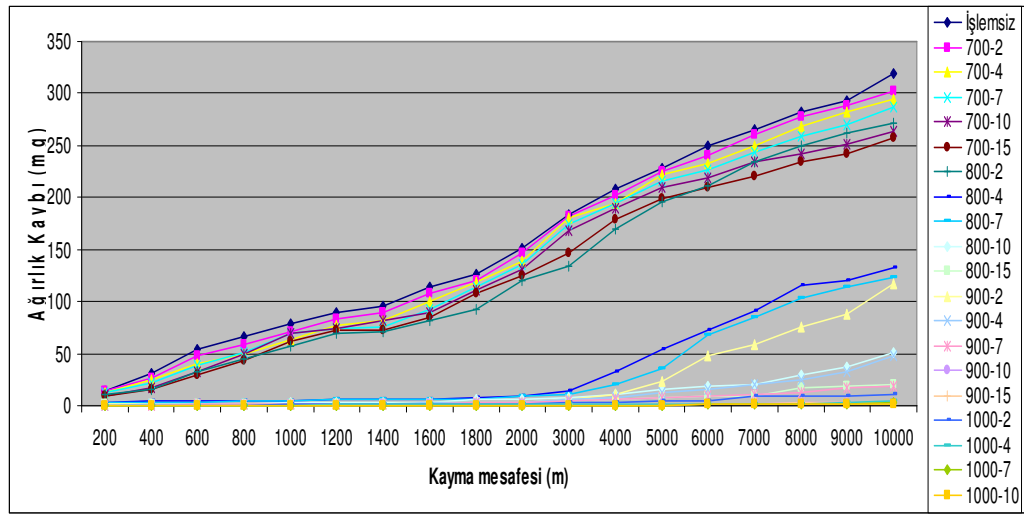
İyonitrasyon işlem sıcaklığının 900 °C'den 1000 °C'ye çıkarılmasının yüzey sertlik değerlerinde ve difüzyon derinliklerinde çok büyük miktarda artış yarattığı açık olarak Şekil 5.11'de görülmektedir. Şekil 5.12'de aynı zaman süresince farklı sıcaklıklarda nitrülenmiş numunelerin sertlik değişimleri incelendiğinde, 1000 °C'de nitrülenmiş numunenin bu grafikte en yüksek sertlik değerine sahip olduğunu görülmektedir.

15 saatlik işlem süresi sonunda 900-15 grubunda görülen sertlik değeri artışının 800-15 grubuna göre yaklaşık 1,5 kat olduğu Şekil 5.13'de görülmektedir. Tüm numunelerin sertlik değerleri değişimi Şekil 5.15'de görülmektedir. 700 ve 800 °C'de iyonitrasyon işlemi görmüş numunelerde sertlik değerlerindeki değişim çok azdır. Şekil 5.14'de yalnızca 900 ve 1000 °C'de işleme tabi olan numune grupları gösterilmiştir.

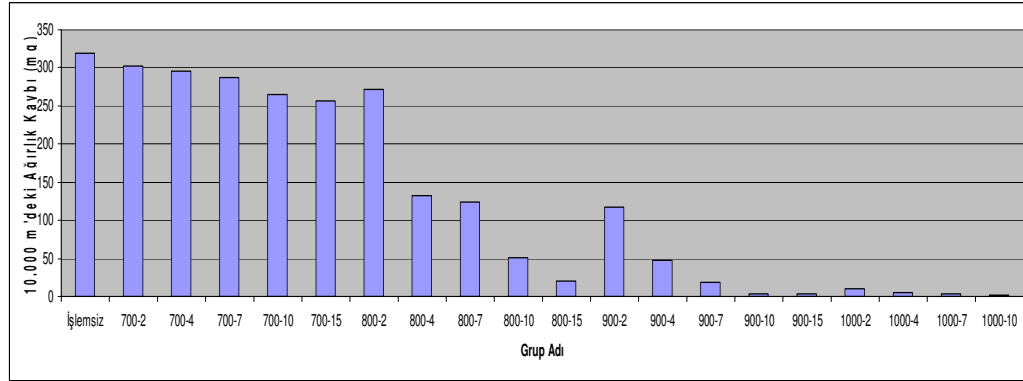
Mikrosertlik deęerleri, artan plazma nitrürleme sıcaklık ve işlem süresinin meydana getirdięi tabaka kalınlıklarındaki artış ile birlikte artmaktadır. Ti6Al4V titanyum alaşımı iyonitrürasyon işlemi ile sertlik deęerlerindeki artışın zamandan çok sıcaklık artışına baęlı olarak deęiştii görölmüştür. Yüksek sıcaklıklarda (900 ve 1000 °C) gerçekleştirilen işlemlerde hızlı artışlar gözlemlenmiştir.

5.4 Aşınma Deneyi

Farklı işlem parametrelerinde nitrürlenmiş numuneler ve işlem görmemiş numune, 80 N yük altında 0,8 m/s hızla, 10.000 m kayma mesafesinde pim disk aşınma cihazında aşınma testine tabi tutulmuştur. Aşınma, kuru aşınma test şartlarında gerçekleştirilmiştir. Plazma nitrürlenmiş Ti-6Al-4V alaşımı ile ilgili kayma mesafesine baęlı olarak numunelerin ağırlıklarında meydana gelen deęişimler Şekil 5.16'da verilmiştir. Aşınma kayıpları nitrürleme parametrelerine baęlı olarak 900-10, 900-15, 1000-4, 1000-7, 1000-10 gruplarında çok az bir deęişim göstermektedir. 10.000 m kayma mesafesinden sonra numune gruplarının toplam aşınma kayıpları Şekil 5.17'de görölmektedir. Plazma nitrürleme süresi arttıkça aşınma miktarları azalmaktadır.

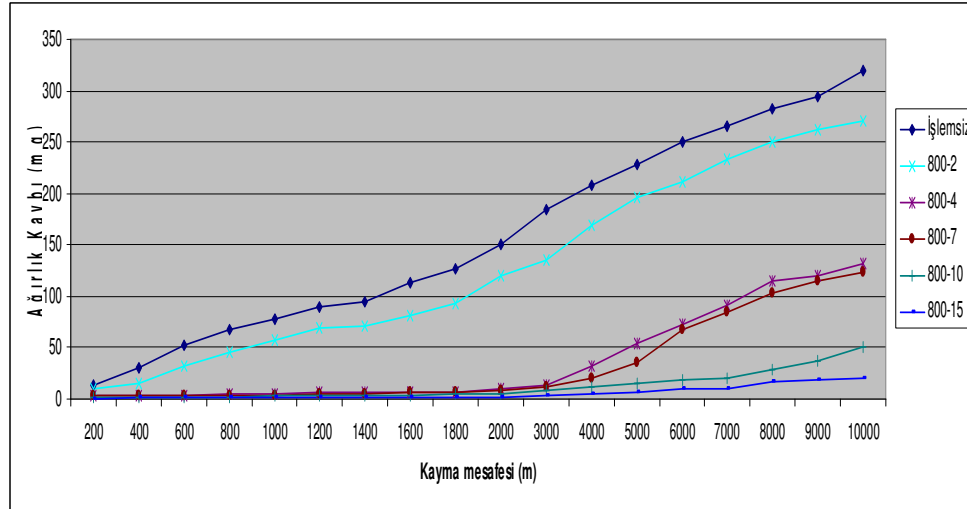


Şekil 5.16 Nitrürlenmiş numunelerin aşınma testindeki kayma mesafesine göre ortalama ağırlık kayıpları

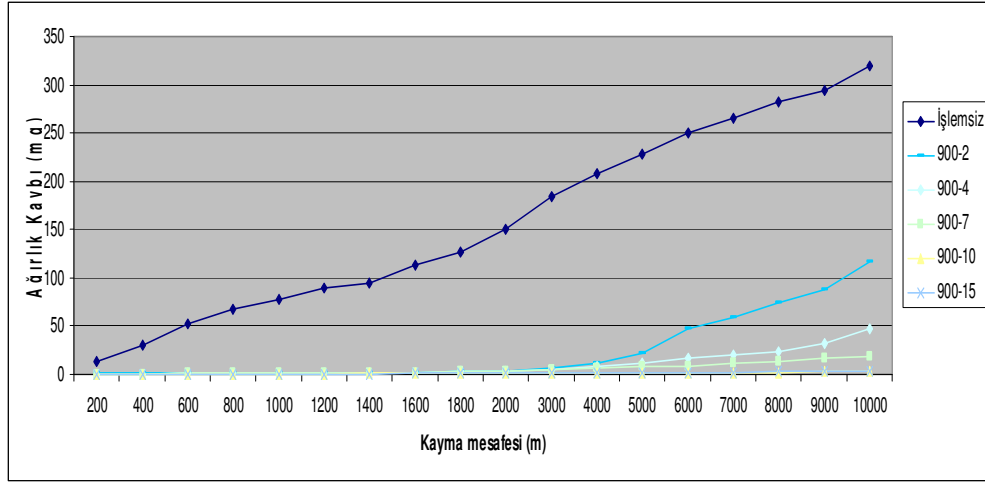


Şekil 5.17 10.000 m kayma mesafesinden sonra numune gruplarının aşınma kayıpları

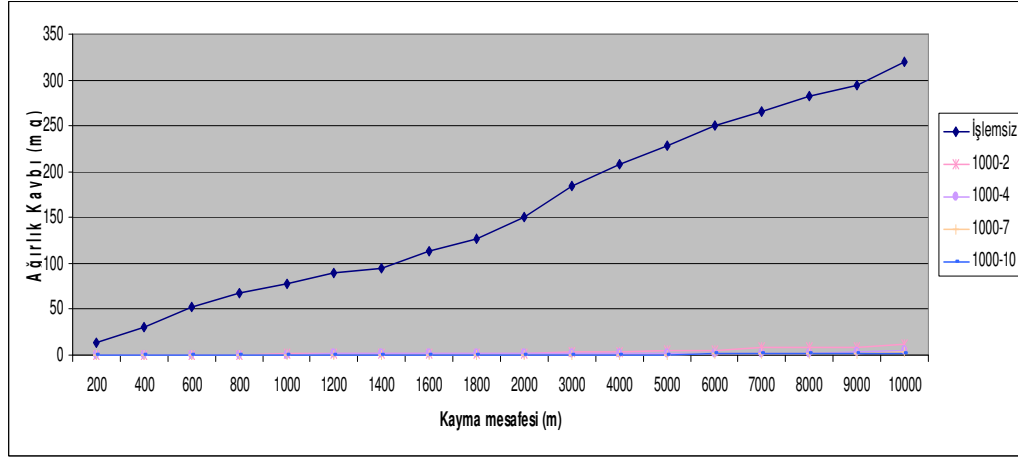
Şekil 5.16’da görüldüğü gibi işlem görmemiş Ti-6Al-4V alaşımı ile 700 °C de 2 saat plazma nitrürlenmiş Ti-6Al-4V alaşımı arasında aşınma direnci bakımından az fark olduğu görülmektedir. İşlem görmemiş numune, nitrürlenmiş numunelere kıyasla daha yüksek aşınma sergilemiştir. Zira 700 °C sıcaklıkta nitrürlenmiş gruplarda istenilen tabakalar ve sertlik değerleri elde edilememiştir. Yine Şekil 5.16’da görüldüğü gibi plazma nitrüleme süresi arttıkça aşınma direnci de artmaktadır. 700 °C sıcaklıkta bütün işlem sürelerinde nitrürlenmiş numunelerin aşınma direncinin kötü olduğu Şekil 5.16 ve Şekil 5.17’den görülmektedir.



Şekil 5.18 800 °C’de farklı işlem sürelerinde nitrürlenmiş numunelerde işlem süresinin aşınma davranışına etkisi



Şekil 5.19 900 °C'de farklı işlem sürelerinde nitrürlenmiş numunelerde işlem süresinin aşınma davranışına etkisi



Şekil 5.20 1000 °C'de farklı işlem sürelerinde nitrürlenmiş numunelerde işlem süresinin aşınma davranışına etkisi

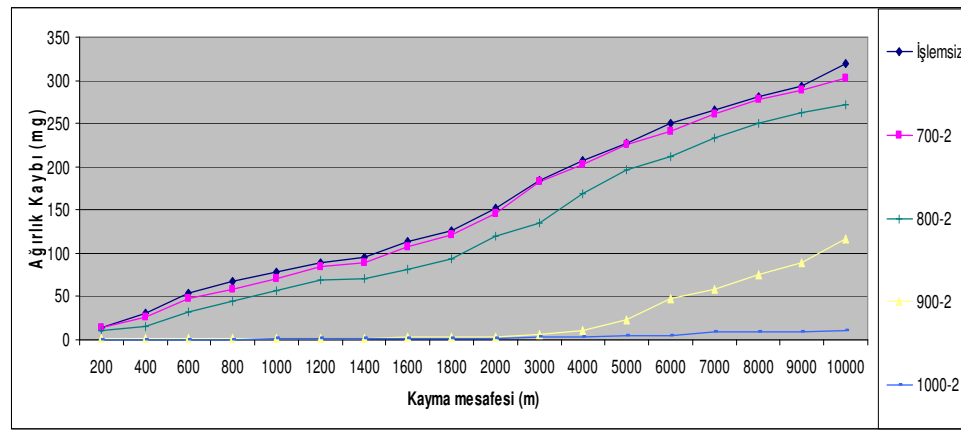
Şekil 5.18'de görüldüğü gibi 800-2 grubunun aşınmaya karşı hemen hemen hiç direnç göstermediği görülmektedir. 800-7 grubu yaklaşık 3000 m kayma mesafesine kadar aşınmaya karşı direnç göstermiş ve bu mesafeden sonra aşınma hızlı bir şekilde gelişmiştir. 800-10 grubunun aşınma durumu incelendiğinde, yaklaşık 6000 m'den sonra aşınma olayının yavaş yavaş oluşmaya başladığı saptanmıştır.

900 °C’de nitr rl nmiř olan numunelerin ařınma durumları řekil 5.19’da g r lmektedir. 900 °C’de plazma nitr rl nmiř alařımlarla iřlem g rmemiř alařımın ařınması arasındaki fark olduk a y ksek seviyeye ulařmıřtır. 900-2 grubu yaklaşık 4000 m kayma mesafesine kadar ařınmaya karřı diren  g stermiřtir. Ancak bu noktadan sonra ařınma olayı nitr rl nmeyen numunenin ařınmasına benzer durum g stermektedir. 900 °C’de 2 ve 4 saat plazma nitr rl nmiř Ti-6Al-4V alařımı, ilk 4000 metre mesafede birbirine yakın ařınma miktarları g stermiřtir (řekil 5.19). Kayma mesafesi arttı a 900-2 grubunda ince olan nitr rl  tabakaların ařınmasından dolayı daha hızlı bir ařınma rejimine girmektedir. Bu da sert nitr r tabakasının yitirilmesinden sonra sertlik deęeri daha d ř k olan dif zyon tabakasına ge ilmesinden kaynaklanmaktadır. Bu numunenin tabakalarının kalınlıkları ve tabakanın sertlięinin bu grubun dięer numunelerine g re d ř k olması nedeniyle 4000 m kayma mesafesinden sonra  ok hızlı bir řekilde ařınmaya maruz kalmıřtır. 900-15 grubunda, 10.000 m kayma mesafesinden sonra dahi ařınma olayının az ger ekleřtięi řekil 5.19’dan g r lmektedir, Zira Tablo 5.1’den de g r lebileceęi gibi bu sıcaklıkta yeterli tabaka kalınlıkları oluřmuřtur.

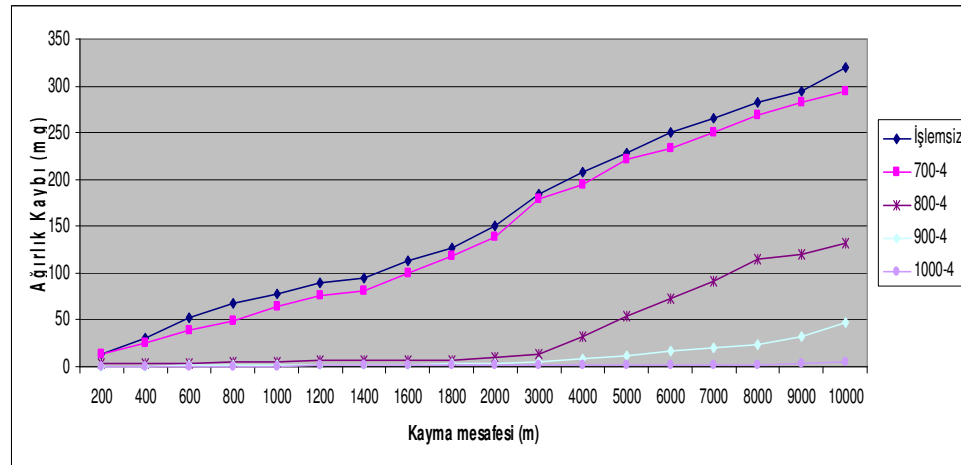
1000 °C’de nitr rl nmiř olan numune gruplarının ařınma miktarları řekil 5.20’de g r lmektedir. Bu grupta numunelerin t m  ařınmaya karřı bir diren  g stermiřtir. 1000-2, 1000-4, 1000-7, 1000-10 gruplarında řekil 5.20’den g r leceęi gibi ařınma olayı  ok azdır. Bu sonu lardan da g r ld ę  gibi en d ř k ařınma miktarı 1000 °C’de 10 saat plazma nitr rl nmiř Ti-6Al-4V alařımında bulunmuřtur. 1000 °C’de kısa s reli plazma nitr rleme ařınmaya direnci bakımından daha y ksek deęerler vermektedir. 10.000 m kayma mesafesinden sonra y ksek y k ve kayma hızı ile ger ekleřtirilen ařınma deney řartlarında, ařınma miktarlarının az olmasından oluřan tabakaların ařınmaya karřı etkisini uzun bir s re daha g stereceęi g r lmektedir.

řekil 5.16 ve 5.20’deki ařınma grafiklerinden g r ld ę  gibi nitr rleme sıcaklıęının ve s resinin artıřı ile Ti-6Al-4V alařımının ařınması azalmaktadır. Bu da bileřik ve dif zyon tabakalarının kalınlık ve sertlięi ile ilgilidir. 700, 800, 900 ve 1000 °C’de plazma nitr rl nmiř Ti-6Al-4V alařımının ařınma grafiklerinden g r ld ę  gibi ařınma sabit deęildir ve belli bir mesafeden sonra artıř

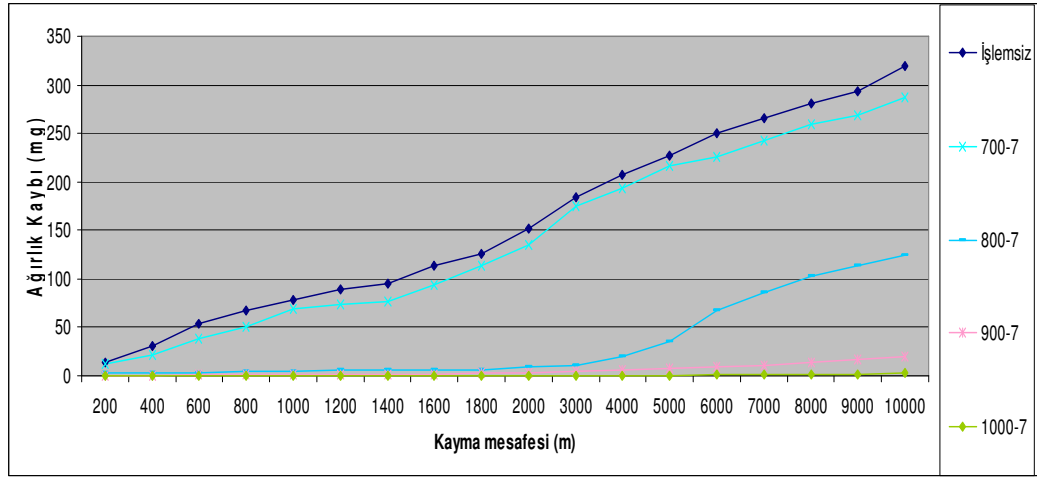
göstermektedir; bu artış, nitrürlü tabakanın kırılması ile aşınmanın nitrülenmemiş alaşımda devam etmesiyle gerçekleşmektedir. 1000 °C’ de Şekil 5.20’deki grafikten görüldüğü gibi aşınmada herhangi bir artış gözlenmemiştir. Bu da, Ti-6Al-4V alaşımı üzerinde plazma nitrüleme işleminin yeterince kalın ve oldukça kararlı bir nitrür tabakasının oluştuğunu göstermektedir. 1000-7, 1000-10 ve 900-15 grubu aşınma dayanımı bakımından en iyi performansı göstermiştir. Aynı işlem sürelerinde, iyonitrürasyon sıcaklığı arttıkça numunelerdeki aşınma miktarının azaldığı Şekil 5.21-25’de görülmektedir.



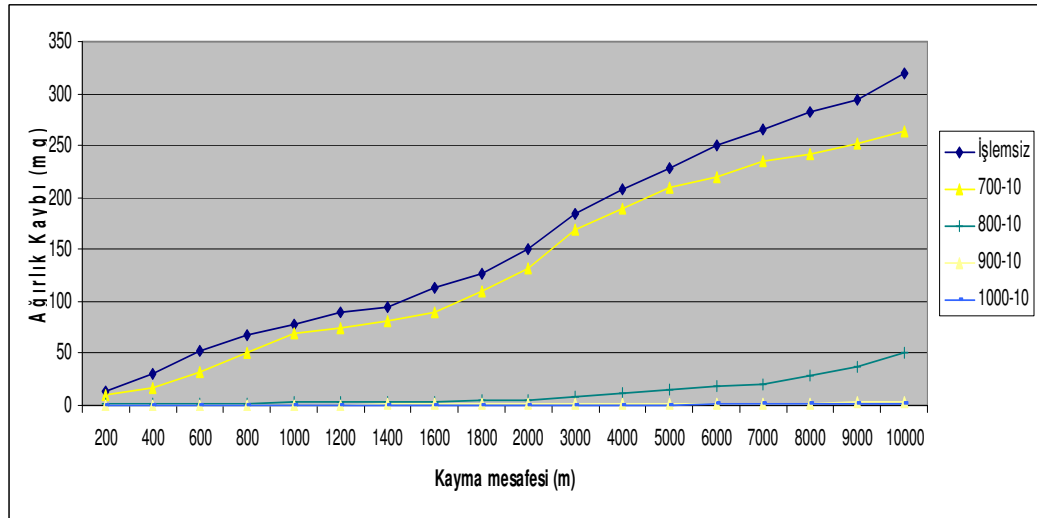
Şekil 5.21 2 saat iyonitrürasyon işlemine tabi tutulmuş numune gruplarının kayma mesafesine göre aşınma davranışları



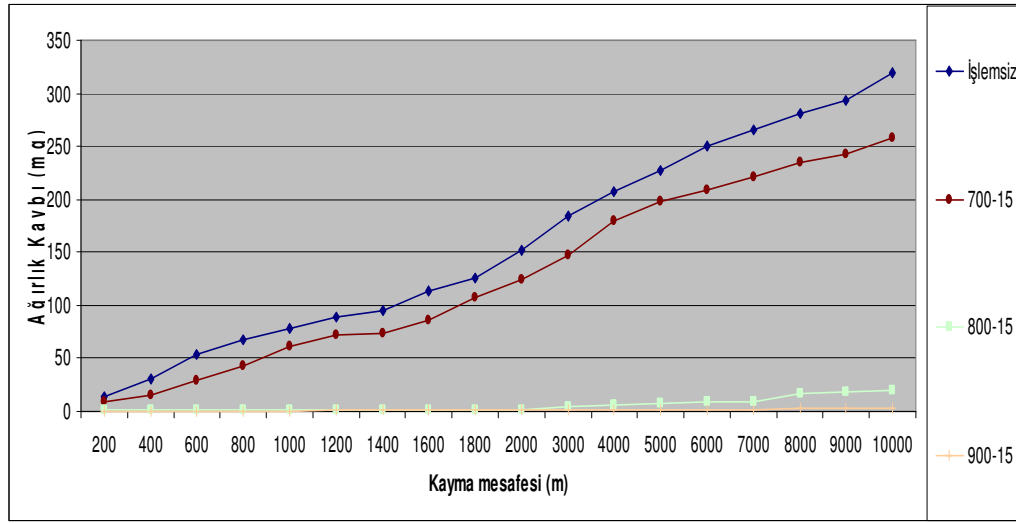
Şekil 5.22 4 saat iyonitrürasyon işlemine tabi tutulmuş numune gruplarının kayma mesafesine göre aşınma davranışları



Şekil 5.23 7 saat iyonitürasyon işlemine tabi tutulmuş numune gruplarının kayma mesafesine göre aşınma davranışları



Şekil 5.24 10 saat iyonitürasyon işlemine tabi tutulmuş numune gruplarının kayma mesafesine göre aşınma davranışları



Şekil 5.25 15 saat iyonitürasyon işlemine tabi tutulmuş numune gruplarının kayma mesafesine göre aşınma davranışları

Şekil 5.26'da işlem görmemiş numune ve nitrülenmiş numunelerin 10.000 m kayma mesafesinden sonraki aşınma izleri görülmektedir. Yapılan aşınma deneylerinde işlem görmemiş numune üstünde oluşan aşınma izlerinin derin olduğu saptanmıştır. Numunenin yüzeyinde abrazyon aşınması olduğu görülmektedir. Sıcaklık ve işlem süresinin artması ile birlikte aşınmadan sonra numune yüzeyi parlak olarak görülmektedir.

Şekil 5.26-a'da yüzeyi aşındırılan nitrülenmemiş numunenin optik mikroskop ile çekilmiş yüzey görüntüsü görülmektedir. Aşınma izlerinin zımparalama işlemine benzer izler olduğu, diskin numune yüzeyini kazıyarak aşındırdığı gözlemlenmiştir. Ayrıca hızlı aşınma ile numunenin yüzey kenarlarında sıvanma olmuştur. Şekil 5.26-b'de 1000 °C'de 2 saat plazma nitrülenmiş numunenin aşınma izi görüntüsü görülmektedir. Buradaki aşınma izlerinden, nitrür tabakalardan dolayı yüzeyde az miktarda aşınma olduğu gözlenmiştir.

Şekil 5.26-c'de 1000 °C'de 4 saat plazma nitrülenmiş numunenin optik mikroskop ile çekilmiş aşınma iz görüntüsü görülmektedir. Numunenin yüzeyinde aşınma sonucu aşınma miktarının fazla olmasıyla oluşan izler ile mat fakat parlak

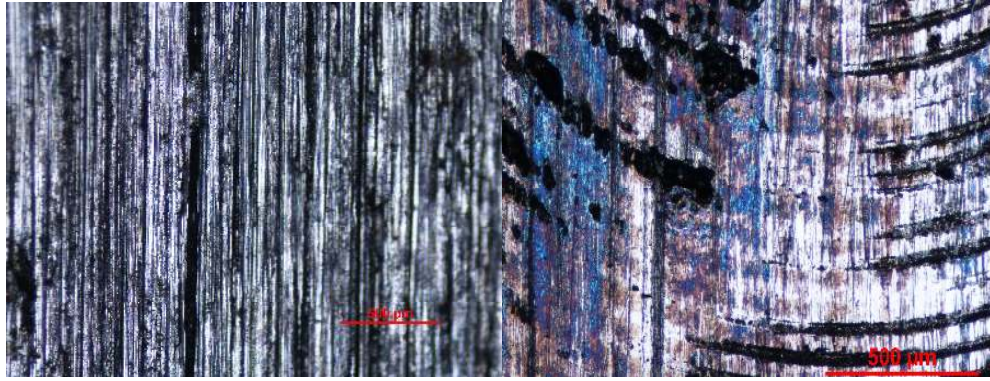
bölge olarak görünen aşınmamış tabaka arasındaki fark açıktır. Burada adezyon aşınması mevcuttur.

Şekil 5.26-d'de 1000 °C'de 7 saat plazma nitrülenmiş numunenin optik mikroskop ile çekilmiş aşınma iz görüntüsü görülmektedir. Numunenin yüzeyinde aşınma sonucu pürüzsüz bir tabaka yer almaktadır ve yüzey parlak olarak görülmektedir. Bu da nitrürlü tabakaların kırılmadığı göstermektedir. Numunelerin yüzeyinden adezyon aşınması olduğu görülmektedir.

Şekil 5.26-e'de 1000 °C'de 10 saat plazma nitrülenmiş numunenin aşınma izi görüntüsü görülmektedir. Buradaki aşınma izlerinden nitrür tabakaların yeterince kalın olduğundan dolayı nitrürlü tabakaların kırılmadığı görülmektedir. Burada adezyon aşınması olduğu numunelerin yüzeyinden görülmektedir.

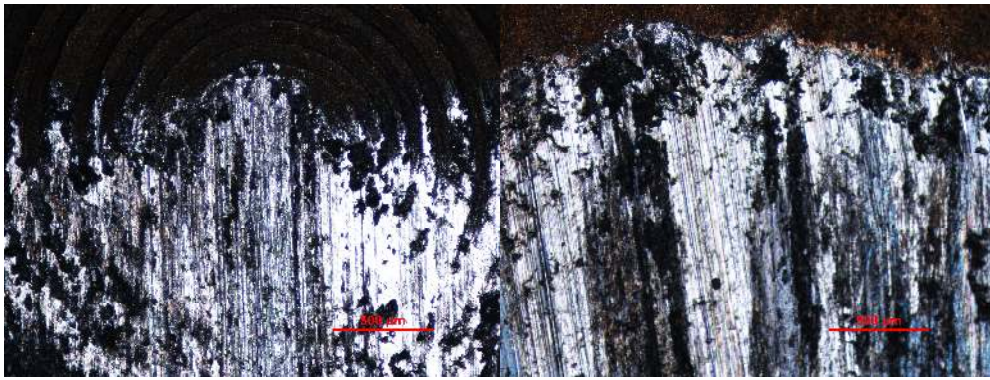
Şekil 5.26 g ve h'de 700-15, 800-10, grublarının yüzeyindeki aşınma izleri incelendiğinde, aşınma sonrası yüzeyde nitrürlü tabakaların aşınma sonucunda kırıldığı görülmektedir. Burada aşınmanın ilk safhalarında direnç gösteren nitrür tabakasının, ilerleyen kayma mesafelerinde partiküller halinde koparak ayrıldığı ve numuneyi abrazyon aşınmaya maruz bıraktığı anlaşılmaktadır.

Nitrülenmiş numunelerin ve işlem görmemiş numunenin kuru kayma halinde sağlanan aşınmadaki aşınma izleri incelendiğinde; aşınma direncinin, sıcaklık ve işlem süresinin artması ile birlikte artış gösterdiği sonucuna varılmıştır. Nitrülenmemiş Ti-6Al-4V alaşımının aşınması ile 700 °C'de değişik sürelerde nitrülenmiş Ti-6Al-4V alaşımının aşınma değerleri birbirine yakın iken, 900 ve 1000 °C'lerde nitrülenmiş alaşımların aşınmaları ile nitrülenmemiş Ti-6Al-4V alaşımının aşınması arasında belirgin bir fark ortaya çıkmaktadır.



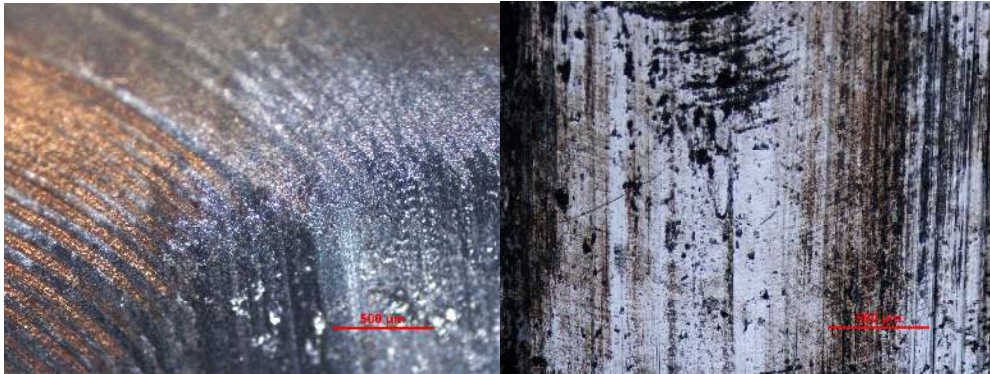
a) İşlemsiz

b) 1000-2



c) 1000-4

d) 1000-7



e) 1000-10

f) 900-15



g) 800-10

k) 700-15

Şekil 5.26 10.000 m kayma mesafesinden sonra numune yüzeyinde oluşan aşınma izleri

BÖLÜM ALTI

SONUÇLAR

6.1 Sonuçlar

Bu çalışmada, ortopedik malzeme olarak kullanılan Ti6Al4V titanyum alaşımı numuneleri, farklı plazma nitrüleme parametreleri altında iyonitürasyon yapıldıktan sonra numunelerin değişen özellikleri incelenmiş ve değerlendirilmiştir. Böylece plazma nitrüleme sonrasında değişen özellikler üzerinde nitrüleme parametrelerinin etkisi araştırılmıştır. İyonitürasyon işlemi sonucunda numunelerin X-ray difraksiyon analizleri yapılmış, yüzeyde gelişen tabakaların mikroyapıları, kalınlıkları, mikrosertlikleri ve aşınma davranışları incelenmiş ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

- Plazma nitrüleme sonrasında değişen özellikler üzerinde nitrüleme parametrelerinden sıcaklığın nitrüleme süresinden daha etkili olduğu saptanmıştır. Difüzyon tabakası ve bileşik tabaka kalınlığı iyonitürasyon işlem sıcaklık ve süresinin artmasıyla birlikte artmıştır. 900 ve 1000 °C işlem sıcaklığında nitrülenen numunelerde bileşik tabaka olarak nitelendirilen δ -TiN ve ϵ -Ti₂N tabakalarının kısa sürede geliştiği görülmüştür.
- Optik mikroskop resimlerinden plazma nitrülenmiş Ti-6Al-4V alaşımında δ -TiN, ϵ -Ti₂N ve difüzyon tabakalarının elde edildiği gözlenmiştir. δ -TiN, ϵ -Ti₂N ve difüzyon tabakalarının kalınlığı plazma nitrüleme sıcaklık ve süresinin artışına bağlı olarak artış sergilemektedir. 1000 °C sıcaklıkta 10 saat nitrülen numunelerde maksimum tabaka kalınlıkları (δ -TiN tabakası 6,84 μ m, ϵ -Ti₂N tabakası 9,33 μ m ve difüzyon kalınlığı 341,11 μ m) elde edilmiştir.
- Mikrosertlik değerleri, artan plazma nitrüleme sıcaklık ve işlem süresi ile artmaktadır. 1000 °C sıcaklıkta nitrüleme işlemi gerçekleştirilen

numunelerin 1000 °C'de 10 saat plazma nitrürleme sonucunda elde edilen 1365 HV'lik sertlik değeri bu çalışmada ulaşılan maksimum sertlik değeridir ve yüzey sertliği matris sertlik değerlerine göre 4 kat artmıştır.

- Plazma nitrürlenmiş Ti-6Al-4V alaşımının pim disk aşınma testinde aşınma direnci, nitrürleme işlemi sıcaklığının ve süresinin artması ile birlikte artış göstermektedir. En düşük aşınma 1000 °C'de 10 saat plazma nitrürlenmiş numunede bulunmuştur. Yüzeyinde kalın bir δ -TiN ve ϵ -Ti₂N tabakası oluşan numunelerin aşınmaya karşı daha fazla direnç gösterdikleri görülmüştür. Aşınmaya karşı en fazla direnç gösteren numune grupları sırasıyla 1000-10, 1000-7, 900-15 olmuştur. Bu gruplara yapılan aşınma testinde neredeyse hiç aşınma gerçekleşmemiştir. Aşınma direncinin δ -TiN tabakasının sertliğine ve kalınlığına bağlı olarak değiştiği görülmüştür. İşlem görmemiş numunelerin yüksek oranda aşınmayla birlikte aynı zamanda plastik şekil değişimine (sıvama) de uğradığı görülmüştür.
- XRD çalışmalarında δ -TiN ve ϵ -Ti₂N olmak üzere iki farklı nitrür tabakası görülmüş, nitrürleme sıcaklığı artması ile δ -TiN ve ϵ -Ti₂N fazlarının piklerinde artma gözlenmiştir. δ -TiN fazı baskın olarak 1000 °C'de büyürken, ϵ -Ti₂N fazı ise 900 ve 800 °C'de baskın olarak büyüme eğilimindedir.
- Bu çalışmada Ti-6Al-4V alaşımının iyonitrürasyon işlemi 700-1000 °C sıcaklık aralığında, 2-15 saat aralıklarında ve gaz karışım oranı %80 N₂+%20 H₂'de sabit olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. İncelemeler sonucunda, 700 °C işlem sıcaklığı Ti-6Al-4V alaşımının iyonitrürasyon işleminde düşük bir işlem sıcaklığı olduğu, 800 °C işlem sıcaklığının ise başarılı bir iyonitrürasyon için uzun bir işlem süresi gerektireceği görülmüştür. 900 ve 1000 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen iyonitrürasyon işlemi ile kısa işlem süresinde istenilen özellikler sağlanacaktır.

KAYNAKLAR

ASM International Handbook Committee, 1990, *ASM Handbook-Vol. 2 Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, ASM International, United States of America

Bacci T., Borgioli, F., Galvanetto, E., Galliano, F. & Tesi, B. (2000). Wear resistance of Ti-6Al-4V alloy treated by means of glow-discharge and furnace treatments. *Wear*. 240, 199-206

Bordji, K., Jouzeau, J.Y., Mainard, D., Payan, E., Netter, P., Rie, K.T., Stucky, T. & Hage-Ali, M. (1996). Cytocompatibility of Ti6Al4V and Ti5Al2.5Fe alloys according to three surface treatments, using human fibroblasts and osteoblasts. *Biomaterials*. 17, 929-940

Bayça S. U., ve Şahin S. (2004). Borlama. *Mühendis ve Makina*. 532,

Chen, K. C. & Jaung, G. J. (1997). D.C. diode ion nitriding behavior of titanium and Ti-6Al-4V. *Thin Solid Films*. 303, 226-231

Çelik, A., Karadeniz & S. Kaymaz, (1995). Plazma destekli modern yüzey işlemleri. 6. *Denizli Malzeme Sempozyumu*. 134-142

Çelik, A., Alsaran, A. & Karakan, M. (2002). Plazma ile termokimyasal yüzey işlemleri. *Mühendis ve Makina*. 510, 17-21

Ensinger, W. (1998). Modification of mechanical and chemical surface properties of metals by plasma immersion ion implantation. *Surface and Coatings Technology* 100-101, 341-352

- Gallianoa, F., Galvanettoa, E., Mischler, S. & Landoltb, D. (2001). Tribocorrosion behavior of plasma nitrided Ti 6Al 4V alloy in neutral NaCl solution. *Surface and Coatings Technology*. 145, 121-131
- Inal O. T., Zimmerly C. A. & Akbulut H. (1999). Ion nitriding of explosively-clad titanium/steel tandems. *Journal of materials science*. 34, 1641-1652
- Karadeniz S. (1984). Plazma ve endüstrideki yeri. ODTÜ, Ankara
- Karadeniz, S. (1990). Plazma Tekniği. TMMOB Makine Mühendisleri Odası Yayınları, Yayın No: 137
- Karakan, M., Alsaran, A. & Çelik, A. (2002). Plazma borlama. *Mühendis ve Makina*. 512, 51-54
- Karakan M., Alsaran A., Çelik A. ve Yetim F. (2004). Plazma Nitrokarbürleme. *Makine Tek.* 84, 138-142
- Martinella R., Giovanardi S., Chevallard G. & Villani M., (1985). Wear Behaviour of Nitrogen-Implanted and Nitrided Ti-6Al-4V Alloy, *Materials Science & Engineering*, 69, 247-252
- Molinari, A., Straffelini, G., Tesi, B., Bacci, T. & Pradelli, G. (1997). Effects of load and sliding speed on the tribological behaviour of Ti6Al4V plasma nitrided at different temperatures. *Wear*. 203-204, 447-454
- Nolan, D., Huang., S. W., Leskovsek, V. & Braun, S. (2006). Sliding wear of titanium nitride thin films deposited on Ti-6Al-4V alloy by PVD and plasma nitriding processes. *Surface and Coatings Technology*. 200, 5698-5705

- Rie, K.T., Stucky, T., Silva, R.A., Leitao, E., Bordji, K., Jouzeau, J.Y. & D.Mainard (1995). Plasma surface treatment and PACVD on Ti alloys for surgical implants. *Surface and Coatings Technology*. 74-75, 973-980
- Saklakoğlu İ. E. ve Saklakoğlu N. (2004). Plazma Ortamına İyon Aşılama Yöntemi, Genel Prensipleri ve Uygulama Alanları. *Mühendis ve Makina*. 528
- Silva, S.L.R. da, Kerber, L.O., Amaral, L. & Santos, C.A. dos (1999). X-ray diffraction measurements of plasma-nitrided Ti-6Al-4V. *Surface and Coatings Technology*. 116-119, 342-346
- Taktak S. & Akbulut H. (2006). Dry wear and friction behaviour of plasma nitrided Ti-6Al-4V alloy after explosive shock treatment. *Tribology*
- Weissbach, W. (1993). Malzeme Bilgisi ve Muayenesi (4. Baskı) (Çev: Selahaddin Anık, Sabri Anık, Murat Vural). İstanbul, Birsen Kitabevi,
- Wierzchon, T. & Fleszar, A. (1997). Properties of surface layers on titanium alloy produced by thermochemical treatments under glow discharge conditions. *Surface and Coatings Technology*. 96, 205-209
- Yılbaş, B.S., Şahin, A.Z., Al-Garni, A.Z., Said S.A.M., Ahmed, Z., Abdulaleem, B. J.& Sami, M. (1996). Plazma nitriding of Ti-6Al-4V alloy to improve some tribological properties. *Surface and Coatings Technology*. 80, 287-292
- Yildiz, F., Yetim A.F., Alsaran A., Çelik A., 2007, Plasma nitriding behavior of Ti6Al4V orthopedic alloy, *Surface & Coatings Technology*, 2472- 2476
- Zhecheva, A., Sha, W., Malinov, S., Long, A., 2005, Enhancing the microstructure and properties of titanium alloys through nitriding and other surface engineering methods, *Surface & Coatings Technology*, 2192-2207