

PLAZMA NİTRÜRLEME PARAMETRELERİNİN DEĞİŞEN MALZEME ÖZELLİKLERİ ÜZERİNDEKİ ETKİSİNİN İSTATİSTİKSEL ANALİZİ

Ufuk ÖZDEMİR

Hava Harp Okulu Dekanlığı
Yeşilyurt-İstanbul
u.ozdemir@hho.edu.tr

Muzaffer ERTEN

İTÜ Makina Fakültesi
Gümüşsuyu-İstanbul
ertenm@itu.edu.tr

ÖZET

Plazma nitrürleme özellikle otomotiv sanayinde, metalurji sektöründe ve takım imalat sanayinde uygulama alanı bulan, malzemelerin yüzey sertliklerini arttırarak, aşınma dirençlerini ve ömürlerini arttırmakta etkili olan bir yüzey sertleştirme yöntemidir. Bu çalışmada; nitrürleme sıcaklığı, nitrürleme süresi ve gaz karışım oranı gibi plazma nitrürleme parametrelerinin, nitrürleme sonrasında değişen özellikler üzerindeki etkisi istatistiksel olarak incelenmiştir. Bu amaçla, talaşlı imalatta kullanılan sert metal plaketer belli şartlar altında plazma nitrürlendikten sonra plaketin değişen özellikleri incelenmiş ve elde edilen sonuçlar korelasyon ve ortama değer analizi teknikleriyle değerlendirilmiştir. Böylece plazma nitrürleme sonrasında değişen özellikler üzerinde nitrürleme parametrelerinin etkisi incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Plazma Nitrürleme, Plazma Nitrürleme Parametreleri, Korelasyon ve Ortalama Değer Analizi

ABSTRACT

Plasma nitriding used in the fabrication of components for the automobile industry, metallurgical industry and tool manufacturing is one of the most widely used advanced surface modification techniques. It has been particularly effective in improving their wear resistances and lives by improving surface hardnesses of these components and tools. In this paper it is aimed to investigate the effect of different parameters of plasma nitriding such as nitriding temperature, time and gas mixture ratio on materials properties. Statistical methods such as correlation and interaction analysis are used in order to investigate results. Therefore, cemented carbide tool inserts were nitrided in sistematically changed nitriding conditions, modified materials properties were measured and then results were evaluated using statistical methods. By this way, the effects of ion nitriding parameters on material properties changed after plasma nitriding are investigated using statistical methods.

Keywords: Plasma Nitriding, Plasma Nitriding Parameter, Correlatin and İnteractin Analysis.

1. GİRİŞ

1960'lı yıllardan itibaren uygulama alanı bulan plazma (iyon) nitrürleme, diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine göre nispeten yeni bir yöntem olmakla birlikte, günümüzde pek çok alanda uygulanmaktadır. Bunun temel nedeni diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine göre sağlamış olduğu üstünlüklerdir. Bu üstünlükler içinde en önemlileri kuşkusuz, sadece iş parçasının ısıtılması ve aynı yüzey sertliği için işlem süresinin daha kısa olması nedeniyle sağlanan enerji tasarrufudur. Bunun yanı sıra; işlem sırasında ölçü değişimi ve deformasyon riskinin minimum düzeyde olması, düşük basınçlarda çalışıldığından gaz tasarrufunun maksimum düzeyde olması,

nitrürasyon yapılması istenilmeyen yani sertleşmesi istenilmeyen yüzeylerin mekanik olarak izolasyonunun mümkün olması, gaz veya diğer atıklarla çevreyi kirletmemesi, insan sağlığı açısından zararlı olmaması, nitrürleme parametrelerinin dolayısıyla işlemin otomasyona uyumlu olması, iş parçası üzerindeki tüm girinti, çıkıntı ve delikler üzerinde homojen bir azot difüzyonunun sağlanabilmesi, nitrürlenecek parçanın büyüklüğü ve ağırlığının önemli olmaması da bu yöntemin sağlamış olduğu diğer üstünlüklerdir [1].

Plazma nitrürleme ile değişen malzeme özelliklerini etkileyen bir çok faktör vardır. Plazma nitrürleme parametreleri adı verilen bu faktörlerin, malzeme

özellikleri üzerindeki etkisinin incelenmesi konusunda yapılmış değişik çalışmalar mevcuttur.

Alsaran ve Çelik [2], AISI 5140 çeliğini değişik nitrüleme şartları altında plazma nitrülemişler ve nitrüleme sonrasında elde edilen faz kompozisyonu, sertlik profili ve tabaka kalınlığını incelemişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucunda; bileşim tabakası kalınlığının nitrüleme zamanı, sıcaklığı ve gaz karışım oranının artmasıyla arttığını, difüzyon tabakası derinliğinin nitrüleme zamanı ve sıcaklığındaki artış, gaz karışım oranındaki azalmayla arttığını, nitrüleme sonrasında elde edilen yüzey sertliğinin büyük ölçüde nitrüleme sıcaklığına bağlı olduğunu, uzun nitrüleme sürelerinde temperleme ve çökelti büyümesi nedeniyle sertliğin azaldığını, nitrüleme zamanı, sıcaklığı ve gaz karışım oranındaki artışın Fe_4N fazının yoğunluğunu artırıp $Fe_{2-3}N$ nitrat fazının yoğunluğunu azalttığını belirtmişlerdir.

Karamış [3], AISI H13 malzemeyi, farklı sıcaklık ve sürelerde plazma nitrüleyerek aşınma davranışını ve mikroyapısal özelliklerini incelemiş, nitrüleme sonucunda değişen malzeme özelliklerinin gaz karışım oranı, nitrüleme sıcaklığı ve nitrüleme süresine bağlı olduğunu belirtmiştir.

Özdemir ve Erten [4]; sert metal plaketeri değişik plazma nitrüleme şartları altında nitrülemişler ve nitrüleme sonrasında plaketerde meydana gelen sürtünme katsayısı değişimini nitrüleme parametreleri ile ilişkilendirmişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucunda; tüm nitrüleme şartları için nitrülenmemiş takıma göre sürtünme katsayısının küçüldüğünü, bu küçülme miktarının nitrüleme parametrelerine bağlı olarak yaklaşık % 11 ila % 70 arasında değiştiğini, korelasyon katsayısı analizine göre sürtünme katsayısı değişiminde en etkili olan parametrenin nitrüleme sıcaklığı olduğunu, yine korelasyon katsayısı analizine göre sürtünme katsayısı değişiminde en az etkili olan parametrenin ise nitrüleme süresi olduğunu, en düşük sürtünme katsayısının yüksek nitrüleme sıcaklığında daha kısa nitrüleme süreleriyle yada düşük nitrüleme sıcaklıklarında daha uzun süreli nitrüleme ile sağlanabileceğini belirtmişlerdir.

Stappen ve diğ. [5], AISI 304 paslanmaz çelik ve ASP 23 takım çeliklerinin özellikleri üzerinde plazma nitrüleme şartlarının etkisini incelemişlerdir. Bu çalışmada plazma nitrüleme sonrasında değişen yüzey özellikleri incelenmiş, ancak bu özellik değişimleri nitrüleme parametreleri ile ilişkilendirilmemiştir.

Menthe ve diğ. [6], AISI 304 paslanmaz çeliğini 400-600°C sıcaklık aralığında 5 saat süreyle %80 N_2 +%20 H_2 gaz karışım oranında plazma nitrülemişler, oluşan yüzeyin yapısını ve kimyasal bileşimini incelemişlerdir. Yaptıkları deneyler sonucunda; bileşim tabakası kalınlığının nitrüleme sıcaklığıyla

birlikte arttığını, plazma nitrüleme sonrasında yüzey sertliğinin yaklaşık 5 kat arttığını, nitrülenmiş tabaka kalınlığının işlem parametrelerine bağlı olarak değişmekle birlikte maksimum değerinin 34 μm olduğunu ve nitrülenmiş tabakanın lokal korozyona karşı direncinin yüksek olduğunu belirtmişler, ancak elde edilen sonuçları nitrüleme parametreleri ile ilişkilendirmemişlerdir.

Fancey ve diğ. [7], argon, neon ve hidrojen gaz karakteristiklerinin plazma nitrülenmiş AISI M2 çeliğinin özellikleri üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucunda; tüm gaz karışım oranları için dikkate değer bir beyaz tabaka oluşmadığını, en yüksek yüzey sertliğinin %100 N_2 gaz karakteristiğinde sağlandığını, diğer gaz karışım oranlarında elde edilen yüzey sertlikleri arasında önemli bir fark olmadığını, en büyük difüzyon tabakası derinliğinin %100 N_2 ve %50 H_2 +%50 N_2 gaz karakteristiklerinde sağlandığını, nitrülemeden sonra %100 N_2 gaz karakteristiğindeki nitrülemeye siyah bir yüzey oluştuğunu, bunun dışındaki diğer tüm numunelerin yüzeylerinin temiz olduğunu açıklamışlardır.

Çelik ve Karadeniz [8], %50 N_2 +%50 H_2 gaz karışım oranında AISI 4140 çeliğini değişik sıcaklıklarda plazma nitrülemişler ve elde ettikleri bileşim tabakasının özelliklerini incelemişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucunda; en kalın bileşim tabakasının 550°C'de elde edilebildiğini, yüksek nitrüleme sıcaklıklarının bileşim tabakası kalınlığını azalttığını, yüksek sıcaklık ve uzun işlem sürelerinde çok ince bir beyaz tabaka elde edilebildiğini, ancak yüksek sıcaklık ve uzun işlem sürelerinin yüzey sertliğinin düşmesine neden olduğunu belirtmişlerdir.

Rocha ve diğ. [9], plazma nitrüleme parametrelerinin bileşim tabakası ve difüzyon bölgesi üzerindeki etkisini araştırmak için, M2 takım çeliği değişik nitrüleme şartları altında plazma nitrülemişlerdir. Yapılan çalışma sonucunda; bileşim tabakası oluşumunun gaz karışım oranındaki nitrojen miktarına bağlı olduğu, 300-500°C sıcaklık aralığında %5 nitrojen+%95 hidrojen gaz karışım oranında bileşim tabakasının oluşmadığı, nitrojen oranının %76'ya çıkması durumunda bileşim tabakasının meydana geldiğini, sıcaklığın artmasıyla birlikte difüzyon bölgesindeki basma gerilmelerinin arttığını, bileşim tabakası kalınlığının artmasıyla birlikte artık gerilmelerin basmadan çekmeye doğru değişim gösterdiğini açıklamışlardır.

Çelik ve diğ. [10], AISI 8620 çeliğini değişik çalışma koşulları altında plazma nitrülemişler ve nitrüleme sonrasında elde edilen özellikleri incelemişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucunda; en yüksek yüzey sertliğinin 500°C'de 8 saat süreyle yapılan nitrüleme sonrasında elde edilebildiğini, en büyük difüzyon tabakasının ise 600°C'de 8 saat süreyle yapılan

nitrüleme sonrasında elde edilebildiğini, kısa işlem süreleri ve düşük sıcaklıklarda bileşim tabakasının oldukça ince olduğunu, sıcaklık ve zamanın artmasıyla bileşim tabakası kalınlığının arttığını, ancak 600°C'den yüksek sıcaklıklarda nitrüleme süresinin artmasıyla birlikte bileşim tabakası kalınlığının azaldığını belirtmişlerdir.

Alsaran ve diğ. [11], plazma nitrüleme ile yüzey sertleştirme işleminde optimum çalışma şartlarını belirleyebilmek için AISI 5140 düşük alaşımlı çelik malzemeyi değişik sıcaklık, zaman ve gaz karışım oranlarında nitrülemişler ve elde ettikleri sonuçları değerlendirerek optimum çalışma şartlarını belirlemişlerdir. Yaptıkları değerlendirme sonucunda; yüzey sertliğini etkileyen en önemli parametrenin sıcaklık olduğunu, düşük sıcaklıklarda azotun malzemeye nüfuziyetinin yetersizliği ve yüksek sıcaklıklarda temperleme ve alaşım nitrürlerinin büyümesi nedeniyle yüzey sertliklerinin düşük olduğunu, bu nedenle belli bir ara sıcaklık değerinde maksimum yüzey sertliğinin elde edilebildiğini, beyaz tabaka kalınlığını minimum yapan parametrenin sıcaklık olduğunu, difüzyon tabakası kalınlığında etkili olan en önemli parametrenin nitrüleme süresi olduğunu, nitrüleme süresinin artmasıyla difüzyon tabakası kalınlığının arttığını, gaz karışım oranındaki hidrojen miktarının difüzyonu hızlandırdığı ve difüzyon tabakası kalınlığını arttırdığı belirtilmiştir.

Gavgalı ve diğ.[12], AISI 5140 malzemeyi farklı sıcaklık (400, 450, 500 ve 550°C), farklı süre (1, 4, 8 ve 12 saat) ve farklı gaz karışım oranlarında (0.11, 0.33, 1 ve 3 N₂/H₂) plazma nitrülemişlerdir. Nitrülenen her bir numunenin sertlik profili, burulma dayanımı, beyaz tabaka kalınlığı ve faz kompozisyonu incelenmiştir. Yapılan çalışma sonucunda; beyaz tabaka kalınlığının nitrüleme süresi, nitrüleme sıcaklığı ve gaz karışım oranının artmasıyla büyüdüğünü, beyaz tabaka kalınlığının artmasıyla burulma açısının azaldığını, en yüksek burulma açısının nitrülenmemiş numunede gözlemlendiğini, burulma momentinin belli bir beyaz tabaka kalınlığına kadar artıp daha sonra azalma eğilimi gösterdiğini, difüzyon bölgesinin nitrüleme süresinin ve sıcaklığın artmasıyla büyüdüğünü ve gaz karışım oranının artmasıyla azaldığını belirtmişlerdir.

Bu çalışmada; talaşlı imalatta kullanılan sinterlenmiş sert metal karbür plaketer sistematik olarak değiştirilmiş nitrüleme parametreleri (nitrüleme sıcaklığı, nitrüleme süresi ve gaz karışım oranı) altında nitrülenmişler ve nitrüleme sonrasında değişen özellikler ölçülerek nitrüleme parametreleri ile değişen özellikler arasındaki ilişki araştırılmıştır. Bu amaçla korelasyon ve ortama değer analizi teknikleri kullanılmıştır. Böylece plazma nitrüleme sonrasında değişen özellikler üzerinde nitrüleme parametrelerinin etkisi incelenmiştir.

2. DENEYLER

2.1 Nitrülenecek Malzeme

Plazma nitrülenecek malzeme olarak talaşlı imalatta kullanılan sinterlenmiş karbür plaketer kullanılmıştır. Bu amaçla TPKN 2204 plaketer seçilmiştir. Bu takımın seçilmesinde etkili olan kriter, bu plaketerin nitrür oluşturu elementler açısından uygun kimyasal bileşime sahip olmasıdır. Plaketerin kimyasal bileşiminde WC, Ta(Nb)C ve TiC bulunmaktadır.

2.2 Plazma Nitrüleme Deneyleri

Plazma nitrüleme sonrasında elde edilen yüzeyin mikroyapısı ve tribolojik özellikleri, nitrüleme parametreleri adı verilen bazı değişkenlere bağlıdır. Bu parametreler arasında mikroyapı ve tribolojik özellikler üzerinde en etkili olanları, nitrüleme sıcaklığı, nitrüleme süresi, gaz karışım oranı ve nitrülenen malzemenin cinsidir [1]. Plazma nitrüleme parametrelerinin plaketer özellikleri üzerindeki etkisini inceleyebilmek için, nitrüleme parametreleri, deney tertibatının izin verdiği en dar aralıklarda sistematik olarak değiştirilmiştir. Herhangi bir nitrüleme parametresinin plaketer özellikleri üzerindeki bağımsız etkisini görebilmek için, diğer tüm parametreler sabit tutularak, plaketer performansı üzerindeki bağımsız etkisi araştırılan ilgili parametre sistematik olarak değiştirilmiştir. Nitrüleme parametresinin alt ve üst sınırlarının belirlenmesinde, bu konuda daha önceden yapılmış çalışmalardan elde edilen veriler, literatür taraması sonrasında elde edilen bilgiler ve bu konuyla ilgili çalışmalar yapmış kişilerle yapılan görüşmeler etkili olmuştur. Bu kriterler dikkate alınarak tespit edilmiş plazma nitrüleme parametreleri Tablo 1'de verilmiştir.

2.3 Yüzey sertliği ölçümleri

Yüzey sertliği mikrosertlik cihazında 1000 gr.lık kullanılarak ölçülmüştür. Her bir plaketer için 4 farklı noktadan yüzey sertliği ölçülmüş ve bunların ortalaması alınmıştır. Nitrülenmiş plaketerin yüzey sertliği Tablo 2'de verilmiştir.

2.4 Sürtünme Katsayısı Ölçümleri

Sürtünme katsayısı pin-on-disk tipi sürtünme ölçüm cihazıyla ölçülmüştür. Bu cihaz, biri sabit diğeri dönel iki disk arasındaki sürtünme kuvvetinin ölçülmesi ve bilinen normal kuvvete göre sürtünme katsayısının hesaplanması esasına göre çalışmaktadır. Oda sıcaklığında, kuru sürtünme şartlarında, çelik-sinterlenmiş karbür malzeme çifti arasında, 45 N'luk normal kuvvet ve 600 d/d'luk dönme hızı altında tüm numunelerdeki sürtünme kuvveti ölçülmüştür, buna

göre sürtünme katsayısı hesaplanmıştır. Bu şekilde hesaplanan nitürlenmiş plakelere ait sürtünme katsayısı Tablo 2’de verilmiştir.

2.5 Tabaka Kalınlıklarının Ölçülmesi

Tabaka kalınlıklarının ölçümü öncesinde, plaket yüzeylerine bir dizi ön işlem uygulanmıştır. Bu işlemler sırasıyla taşlama, zımparalama, alüminyum oksit ve sonrasında krom oksitle kaba parlatma, elmas pastayla ince parlatma ve ısıtılmış plaket yüzeyleri 25 cc HNO₃+75 cc Etil Alkol karışımı kullanılarak 30 saniye süreyle dağlanmadır. Böylece yüzeyler mikroskop altında incelenebilmiştir. Yüzeyle oluşan tabakaların kalınlıkları Tablo 2’de verilmiştir.

Tablo 1. Plazma Nitürleme Parametreleri

Numune No	Gaz Karışım Oranı	Sıcaklık (°C)	Süre (saat)
1	%75H ₂ + % 25N ₂	500	1
2	%75H ₂ + % 25N ₂	500	2
3	%75H ₂ + % 25N ₂	500	4
4	%75H ₂ + % 25N ₂	500	6
5	%75H ₂ + % 25N ₂	500	8
6	%75H ₂ + % 25N ₂	550	1
7	%75H ₂ + % 25N ₂	550	2
8	%75H ₂ + % 25N ₂	550	4
9	%75H ₂ + % 25N ₂	550	6
10	%75H ₂ + % 25N ₂	550	8
11	%75H ₂ + % 25N ₂	600	0,5
12	%75H ₂ + % 25N ₂	600	1
13	%75H ₂ + % 25N ₂	600	2
14	%75H ₂ + % 25N ₂	600	4
15	%75H ₂ + % 25N ₂	600	6
16	%75H ₂ + % 25N ₂	600	8
17	%75H ₂ + % 25N ₂	650	1
18	%75H ₂ + % 25N ₂	650	2
19	%75H ₂ + % 25N ₂	650	3
20	%75H ₂ + % 25N ₂	650	4
21	%75H ₂ + % 25N ₂	650	8
22	%75H ₂ + % 25N ₂	700	1
23	%75H ₂ + % 25N ₂	700	2
24	%75H ₂ + % 25N ₂	700	3
25	%75H ₂ + % 25N ₂	700	4
26	%75H ₂ + % 25N ₂	700	8
27	%50 H ₂ + %50 N ₂	500	1
28	%50 H ₂ + %50 N ₂	500	2
29	%50 H ₂ + %50 N ₂	500	4
30	%50 H ₂ + %50 N ₂	500	6
31	%50 H ₂ + %50 N ₂	500	8
32	%50 H ₂ + %50 N ₂	550	1
33	%50 H ₂ + %50 N ₂	550	2
34	%50 H ₂ + %50 N ₂	550	4
35	%50 H ₂ + %50 N ₂	550	6
36	%50 H ₂ + %50 N ₂	550	8
37	%50 H ₂ + %50 N ₂	600	1
38	%50 H ₂ + %50 N ₂	600	2
39	%50 H ₂ + %50 N ₂	600	4
40	%50 H ₂ + %50 N ₂	600	8

41	%50 H ₂ + %50 N ₂	650	0,83
42	%50 H ₂ + %50 N ₂	650	2
43	%50 H ₂ + %50 N ₂	650	3
44	%50 H ₂ + %50 N ₂	650	4
45	%50 H ₂ + %50 N ₂	650	7
46	%50 H ₂ + %50 N ₂	700	1
47	%50 H ₂ + %50 N ₂	700	2
48	%50 H ₂ + %50 N ₂	700	4
49	%50 H ₂ + %50 N ₂	700	8

Tablo 2. Plazma Nitürleme sonrasında, Nitürleme Parametrelerine Bağlı Olarak Değişen Özellikler

Numune No	Yüzey Sertliği (HV)	Sürtünme Katsayısı	Tabaka Kalınlıkları	
			Diffüzyon (µm)	Bileşim (µm)
1	1616	0,411	84	0
2	1677	0,360	136	0
3	1783	0,320	210	0
4	1683	0,351	266	0
5	1658	0,373	313	0
6	1640	0,391	129	0
7	1702	0,331	209	0
8	1832	0,276	320	0
9	1729	0,320	406	0
10	1677	0,333	480	0
12	1716	0,364	173	0
13	1769	0,296	281	0
14	1847	0,220	432	0
15	1769	0,244	584	0
16	1729	0,264	646	0
17	1729	0,327	218	0
18	1945	0,236	352	0
19	2122	0,171	455	0
20	1899	0,204	543	0
21	1804	0,240	813	0
22	1891	0,247	263	0
23	2224	0,147	424	0
24	2077	0,160	549	0
25	1961	0,176	654	0
26	1945	0,187	979	0
27	1598	0,427	74	0
28	1658	0,384	121	0
29	1735	0,351	186	0
30	1658	0,371	236	0
31	1640	0,391	279	0
32	1628	0,404	114	0
33	1683	0,358	185	0
34	1755	0,298	285	0
35	1677	0,331	362	0
36	1652	0,342	427	0
37	1652	0,384	154	1
38	1716	0,309	249	1
39	1783	0,242	384	2
40	1677	0,298	574	2

41	1665	0,360	164	1
42	1783	0,251	290	2
43	1961	0,193	374	2
44	1804	0,227	447	3
45	1776	0,251	668	3
46	1832	0,271	233	1
47	2052	0,160	378	2
48	1906	0,191	582	3
49	1891	0,200	870	4

1. Gaz karışım oranı
2. Nitrüleme Sıcaklığı
3. Nitrüleme Süresi
4. Yüzey Sertliği
5. Sürtünme katsayısı
6. Difüzyon tabakası kalınlığı
7. Bileşim (beyaz) tabakası kalınlığı

2.6 Korelasyon Analizi

İki yada daha fazla değişken arasındaki ilişkinin gücünü gösteren ölçüye korelasyon, bu ilişkiyi rakamsal olarak ifade eden katsayıya ise korelasyon katsayısı (r) denir [13]. Korelasyon, değişkenler arasındaki ilişkinin ortalamasını veren bir analizdir. Korelasyon katsayısı Denklem (1.1) kullanılarak hesaplanabilir.

$$r = \frac{\sum_{i=1}^n x_i y_i - n \bar{x} \bar{y}}{\sqrt{\left(\sum_{i=1}^n x_i^2 - n \bar{x}^2\right) \left(\sum_{i=1}^n y_i^2 - n \bar{y}^2\right)}} \quad (1.1)$$

Denklem (1.1)'de; x ve y değişkenleri, n değişken sayısını, \bar{x} ve \bar{y} değişkenlerin ortalamasını ifade etmektedir. Plazma nitrüleme parametreleri ile değişen özellikler arasındaki korelasyon katsayıları Tablo 3'te verilmiştir. Korelasyon katsayıları $\alpha=0,05$ (%95) anlamlılık seviyesi için hesaplanmıştır. Tablo 3'te verilen korelasyon katsayılarından; %95 itimat seviyesine göre anlamlı olan değerler gri kutucuklarda, anlamlılık seviyesinin altında kalan değerler ise renksiz kutucuklar içinde verilmiştir.

Tablo 3. Plazma Nitrüleme Parametreleri ile Değişen Özellikler Arasındaki Korelasyon Katsayıları

(*)	KORELASYON KATSAYILARI			
	4	5	6	7
1	-0,25	0,17	-0,15	0,56
2	0,75	-0,83	0,58	0,46
3	-0,07	-0,14	0,68	0,11
4	1	-0,91	0,49	0,18
5	-0,91	1	-0,71	-0,37
6	0,49	-0,71	1	0,34
7	0,18	-0,37	0,34	1
(*) Değişken Numarası				

Korelasyon katsayısı $-1 < r < 1$ arasında değişir. Korelasyon katsayısının $r=0$ olması değişkenler arasında bir ilişki olmadığını, korelasyon katsayısının $r=1$ olması durumunda değişkenler arasında aynı yönlü tam doğrusal bir ilişki olduğunu ve korelasyon katsayısının $r=-1$ olması ise değişkenler arasında ters yönlü tam doğrusal ilişki olduğunu ifade etmektedir. Korelasyon katsayısının mutlak değeri ne kadar büyük ise, değişkenler arasındaki ilişki de o kadar güçlüdür [14].

2.7 Ortalama Değer Analizi

Ortama değer analizi değişkenlerin birbirini etkileme derecesini ve yönünü gösteren bir analizdir [15]. Plazma nitrüleme şartlarının belirlenmesinde nitrüleme sıcaklığının 5, nitrüleme süresinin 4 ve gaz karışım oranının 2 farklı değeri dikkate alınmıştır. Böylece $5 \times 4 \times 2 = 40$ farklı plazma nitrüleme şartı belirlenmiştir. Ancak yapılan deneyler incelendiğinde, bazı değişkenlerin (örneğin bazı deneylerde nitrüleme süresi için 5 farklı değer dikkate alınmıştır) ara değerleri için de deney yapıldığı ve böylelikle 49 farklı plazma nitrüleme şartının belirlendiği görülecektir. Ortalama değer analizi için nitrüleme sıcaklığının 5 (500-550-600-650-700°C), nitrüleme süresinin 4 (1-2-4-8 saat) ve gaz karışım oranının 2 (%75H₂+%25N₂, %50H₂+%50N₂) farklı değerinin olduğu, böylelikle 40 farklı plazma nitrüleme şartının oluştuğu dikkate alınmıştır. Buna göre hesaplanan ortalama değer analizi katsayıları Tablo 4'te verilmiştir.

Tablo 4. Plazma Nitrüleme Parametreleri ile Değişen Özellikler Arasındaki Ortalama Değer Analizi Sonuçları

ÖZELLİK	PLAZMA NİTRÜLEME PARAMETRELERİ		
	Gaz Karışım Oranı	Sıcaklık	Süre
Yüzey Sertliği	-58	147	29
Sürtünme Katsayısı	0,02	-0,1	-0,052
Difüzyon Tabakası	-50	208	293
Beyaz Tabaka	1,25	1,25	0,45

3. PLAZMA NİTRÜLEME PARAMETRELERİ İLE DEĞİŞEN ÖZELLİKLERİN İLİŞKİSİ

Tablo 3 incelendiğinde plazma nitrüleme sonrasında değişen özellikler (yüzey sertliği, sürtünme katsayısı ve tabaka kalınlıkları) ile plazma nitrüleme parametreleri korelasyonunun büyükten küçüğe doğru sıralamasının nitrüleme sıcaklığı, nitrüleme süresi ve gaz karışım oranı şeklinde olduğu görülmektedir. Deney sonuçları ile en yüksek korelasyona sahip olan nitrüleme sıcaklığı aynı zamanda deney sonuçlarının tamamıyla anlamlı korelasyona sahiptir. Nitrüleme süresi sadece difüzyon tabakası kalınlığı ile anlamlı bir korelasyona sahipken, gaz karışım oranı da sadece bileşim tabakası kalınlığı ile anlamlı bir korelasyona sahiptir. Plazma nitrülemenin difüzyon esaslı bir mekanizma olması ve plazma nitrüleme sonucunda oluşan yüzey tabakalarının nitrüleme atmosferindeki özelliklere, diğer bir ifadeyle gaz karışım oranına bağlı olması nedeniyle böyle bir durum oluşmaktadır. Plazma nitrüleme süresi de nitrüleme sonucunda ortaya çıkan özellikler üzerinde etkilidir. Ancak uzun nitrüleme süreleri sonrasında malzemenin yüzey özelliklerindeki değişim hızının azalması, deney sonuçları ile nitrüleme süresi arasındaki korelasyonun düşük olmasına neden olmaktadır.

Nitrüleme sıcaklığı en yüksek korelasyonu sürtünme katsayısı ($r=-0,83$) ve en düşük korelasyonu bileşim tabakası kalınlığı ($r=0,46$) ile sağlamaktadır. Nitrüleme sıcaklığı ile yüzey sertliği, difüzyon tabakası kalınlığı ve beyaz tabaka kalınlığı pozitif yönde korelasyona sahipken, sadece sürtünme katsayısı negatif korelasyona sahiptir. Plazma nitrülemenin difüzyon esaslı bir mekanizma olması nedeniyle ve difüzyonun önemli ölçüde sıcaklığa bağlı olmasının böyle bir sonucu oluşturduğu düşünülmektedir.

Nitrüleme süresi arasındaki tek anlamlı korelasyona sahip değişkenin difüzyon tabakası kalınlığı olduğu ve bu ilişkinin de pozitif yönde olduğu görülmektedir. Uzun nitrüleme süreleri sonrasında malzemenin yüzey özelliklerindeki değişim hızının azalması, deney sonuçları ile nitrüleme süresi arasındaki korelasyonun düşük olmasına neden olmaktadır. Nitrüleme süresi ile difüzyon tabakası kalınlığı arasındaki korelasyonun pozitif olmasının nedeni, artan süre ile birlikte daha fazla difüzyonun gerçekleşmesi nedeniyle difüzyon tabakası kalınlığının artmasıdır.

Yüzey sertliği ile gaz karışım oranı arasında korelasyon kabul edilen anlamlılık seviyesinin altında ve ters yönlüdür. Bu durum gaz karışım oranındaki hidrojen&nitrojen oranı ile açıklanabilir. Gaz karışım oranındaki nitrojen miktarının artmasıyla birlikte yüzey sertliği azalmaktadır. Bunun nedeninin, artan nitrojen miktarıyla birlikte azalan hidrojen nedeniyle

yüzey aktifleşmesinde görülen azalma olduğu değerlendirilmektedir.

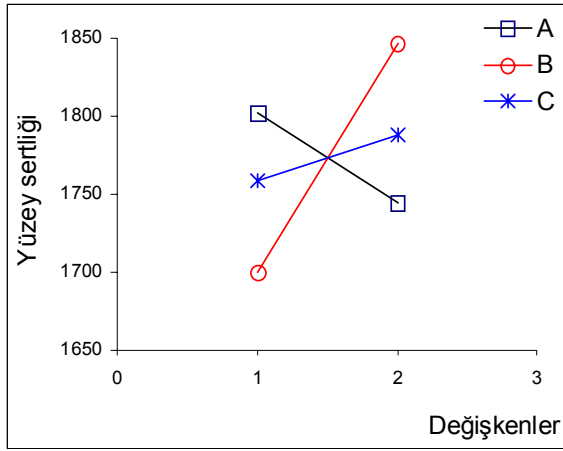
Ortalama değer analizi sonuçları Tablo 4'te verilmiştir. Tablo 4'te plazma nitrüleme parametreleri sütunlar halinde, nitrüleme şartlarına bağlı olarak değişen özellikler ise satırlar halinde verilmiştir. Herhangi bir satır ile sütunun kesiştiği hücrede kalan sayı iki faktör arasındaki etkileşimi ifade etmektedir.

Ortalama değer analizi sonuçları incelendiğinde; yüzey sertliği üzerinde en büyük etkiye sahip olan plazma nitrüleme parametresinin sıcaklık olduğu görülmektedir. Sıcaklığı, sırasıyla gaz karışım oranı ve nitrüleme süresi takip etmektedir. Sürtünme katsayısı ile plazma nitrüleme parametrelerinin etkileşimi yüzey sertliğinde-nitrüleme parametreleri ilişkisi gibidir. Yani, sürtünme katsayısı ile en büyük etkileşime sahip olan nitrüleme parametresi sıcaklık olup bunu sırasıyla gaz karışım oranı ve nitrüleme süresi izlemektedir. Difüzyon tabakası kalınlığı üzerinde en büyük etkiye sahip olan plazma nitrüleme parametresi zaman olmakla birlikte, zamanı sırasıyla sıcaklık ve gaz karışım oranı takip etmektedir. Ancak gaz karışım oranı etkisi ile sıcaklığın etkisi arasında oldukça önemli bir fark vardır. Beyaz tabaka kalınlığı üzerinde gaz karışım oranı ile sıcaklığın etkisi aynıdır ve nitrüleme süresinin etkisinden daha büyüktür.

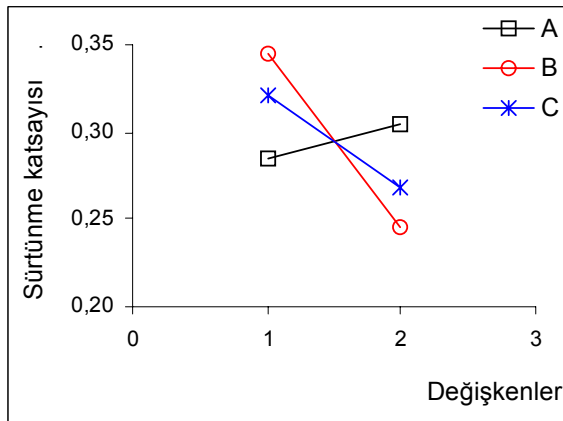
Şekil 1'den Şekil 4'e kadar ortalama değer analizi sonuçları grafiksel olarak ifade edilmiştir. Şekil 1'den Şekil 4'e kadar olan grafikler incelendiğinde grafiklerdeki hiçbir doğrunun yatay eksene paralel olmadığı görülür. Bu nedenle plazma nitrüleme parametrelerinin tamamı, plazma nitrüleme sonucunda değişen özelliklerin üzerinde etkilidir. Ancak nitrüleme parametrelerinin değişen özellikler üzerindeki etki derecesi farklıdır. Örneğin Şekil 1'deki herhangi bir doğrunun eğimi ne kadar fazla ise, bu doğrunun ifade ettiği nitrüleme parametresinin ilgili malzeme özelliği üzerindeki etkisi o derece büyüktür. Bunun tersi de doğrudur. Şekillerdeki bazı doğruların eğiminin pozitif, bazılarının ise negatif olduğu görülmektedir. Bu durum, ilgili doğrunun işaret ettiği değişimin aynı yönlü (eğim pozitif) yada ters yönlü (eğim negatif) olduğunu göstermektedir. Örneğin Şekil 1'de gaz karışım oranı ile yüzey sertliğini değişimini ifade eden A doğrusunun eğimi negatiftir. Bu durum gaz karışım oranı ile yüzey sertliği arasındaki değişimin ters yönlü olduğunu göstermektedir. Yüzey sertliğinin nitrüleme süresi ve sıcaklığı ile olan değişimi ise aynı yönlüdür.

Yüzey sertliği üzerinde en büyük değişim etkisine sahip olan nitrüleme parametresi sıcaklıktır (Şekil 1). Nitrüleme parametreleri arasında yüzey sertliği ile en büyük korelasyonu sağlayan parametre de nitrüleme sıcaklığıdır. Plazma nitrüleme mekanizmasının difüzyon esaslı bir mekanizma olması ve difüzyonun önemli ölçüde sıcaklığa bağlı

olması böyle bir sonucu ortaya çıkarmaktadır. Yüzey sertliği ile ikinci en büyük değişimi sağlayan nitrüleme parametresi gaz karışım oranı, en az değişimi sağlayan nitrüleme parametresi ise nitrüleme süresidir. Bu sonuçlar, korelasyon analizi sonucunda elde edilen korelasyon katsayıları ile de uyumludur. Yüzey sertliği ile nitrüleme süresi arasındaki değişimin düşük çıkmasının nedeni, uzun nitrüleme süreleri boyunca malzeme yüzey sertliğinde önemli bir değişim olmamasıdır. Şekil 1'den de görülebileceği gibi, gaz karışım oranı ile yüzey sertliği arasındaki değişim ters yönlüdür. Bunun nedeni; gaz karışım oranındaki nitrojen artmasına bağlı olarak yüzey sertliğinde görülen azalmadır.



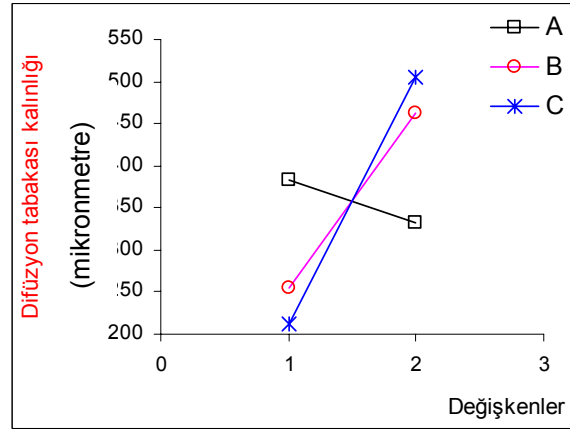
Şekil 1. Plazma Nitrüleme Parametreleri İle Yüzey Sertliğinin Etkileşimi (A-Gaz karışım oranı, B-Nitrüleme sıcaklığı, C-Nitrüleme süresi)



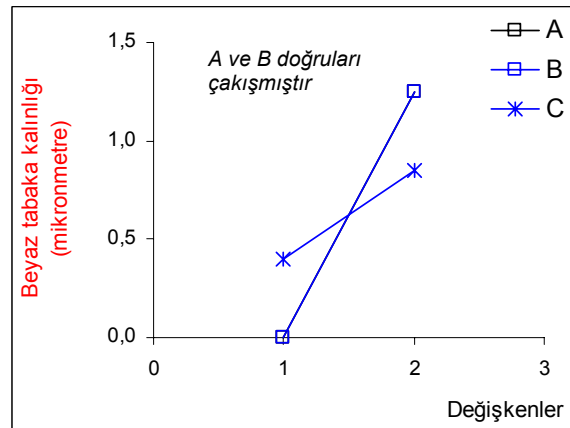
Şekil 2. Plazma Nitrüleme Parametreleri İle Sürtünme Katsayısının Etkileşimi (A-Gaz karışım oranı, B-Nitrüleme sıcaklığı, C-Nitrüleme süresi)

Sürtünme katsayısı ile plazma nitrüleme parametrelerinin etkileşimi, yüzey sertliği ile nitrüleme parametreleri arasındaki etkileşime çok benzerdir. Sürtünme katsayısının yüzey sertliğine bağlı olması böyle bir sonucu ortaya çıkarmaktadır. Şekil 2 incelendiğinde, sürtünme katsayısı üzerinde en

büyük değişim etkisine sahip olan nitrüleme parametresinin sıcaklık olduğu görülecektir. Nitrüleme parametreleri arasında sürtünme katsayısı ile en büyük korelasyonu sağlayan parametre de nitrüleme sıcaklığıdır. Sürtünme katsayısı ile ikinci en büyük değişimi sağlayan nitrüleme parametresi gaz karışım oranı, en az değişimi sağlayan nitrüleme parametresi ise nitrüleme süresidir. Bu sonuçlar, korelasyon analizi sonucunda elde edilen korelasyon katsayıları ile de uyumludur. Sürtünme katsayısının plazma nitrüleme parametreleri ile etkileşimi yüzey sertliği ile nitrüleme parametrelerinin etkileşimine benzemekle birlikte ters yönlüdür. Bu durum yüzey sertliğinin artmasıyla birlikte sürtünme katsayısının düşmesiyle açıklanabilir. Yani yüzey sertliğinin artmasına neden olan her parametre dolaylı olarak sürtünme katsayısının düşmesine neden olmaktadır. Bu nedenle etkileşim benzer, ancak ters yönlüdür.



Şekil 3. Plazma Nitrüleme Parametreleri İle Difüzyon Tabakası Kalınlığının Etkileşimi (A-Gaz karışım oranı, B-Nitrüleme sıcaklığı, C-Nitrüleme süresi)



Şekil 4. Plazma Nitrüleme Parametreleri İle Beyaz Tabaka Kalınlığının Değişimi (A-Gaz karışım oranı, B-Nitrüleme sıcaklığı, C-Nitrüleme süresi)

Difüzyon tabakası kalınlığı ile en büyük değişime sahip plazma nitrüleme parametresi süredir (Şekil 3). Süreyi sırasıyla nitrüleme sıcaklığı ve gaz karışım

oranı takip etmektedir. Bu sonuçlar da korelasyon analizinden elde edilen sonuçlar ile benzerdir. Difüzyon tabakası kalınlık artışı önemli ölçüde nitrüleme süresi ve sıcaklığına bağlı olduğu için böyle bir sonuç elde edilmiştir. Bileşim tabakası kalınlığı ile gaz karışım oranı ve sıcaklığın değişimi aynıdır (Şekil 3). Nitrüleme süresinin etkisi ise daha azdır. Bu durum, beyaz tabakanın oluşumu ve büyümesinin gaz karışım oranına ve sıcaklığa bağlı olmasıyla açıklanabilir.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, talaşlı imalatta kullanılan sert metal plaketer sistemati olarak değiştirilmiş plazma nitrüleme parametreleri (sıcaklık, süre, gaz karışım oranı) altında plazma nitrüledikten sonra plaketerin değişen özellikleri (yüzey sertliği, sürtünme katsayısı, yüzey tabakaları) incelenmiş ve elde edilen sonuçlar korelasyon ve ortama değer analizi teknikleriyle değerlendirilmiştir. Böylece plazma nitrüleme sonrasında değişen özellikler üzerinde nitrüleme parametrelerinin etkisi araştırılmıştır.

Plazma nitrüleme sonrasında değişen özellikler ile nitrüleme parametreleri korelasyonunun büyükten küçüğe doğru sıralaması nitrüleme sıcaklığı, nitrüleme süresi ve gaz karışım oranı şeklindedir. Nitrüleme sıcaklığı değişen tüm özelliklerle anlamlı korelasyona sahipken, nitrüleme süresi sadece difüzyon tabakası kalınlığı ile, gaz karışım oranı da sadece bileşim tabakası kalınlığı ile anlamlı bir korelasyona sahiptir. Plazma nitrülemenin difüzyon esaslı bir mekanizma olması, difüzyonun önemli ölçüde sıcaklığa ve süreye bağlı olması, plazma nitrüleme sonucunda oluşan yüzey tabakalarının nitrüleme atmosferindeki özelliklere, diğer bir ifadeyle gaz karışım oranına bağlı olması bu sonuçları oluşturmaktadır.

Uzun nitrüleme süreleri sonrasında malzemenin yüzey özelliklerindeki değişim hızının azalması, nitrüleme süresi ile korelasyonun düşük olmasına neden olmaktadır. Gaz karışım oranındaki nitrojen miktarının artmasıyla birlikte yüzey sertliği azalmaktadır. Bunun nedeninin, artan nitrojen miktarıyla birlikte azalan hidrojen nedeniyle yüzey aktifleşmesinde görülen azalma olduğu değerlendirilmektedir.

Ortalama değer analizi sonuçlarına göre değişen özellikler üzerinde en büyük etkiye sahip olan plazma nitrüleme parametresi sıcaklıktır. Sıcaklığı, sırasıyla gaz karışım oranı ve nitrüleme süresi takip etmektedir. Plazma nitrüleme sonrasında değişen özelliklerle nitrüleme parametrelerinin etkileşim sonuçları, korelasyon analizi sonuçları ile paralellik arz etmektedir.

Aynı malzeme için, plazma nitrüleme sonrasında değişen özellikler sırasıyla nitrüleme sıcaklığı, süresi ve gaz karışım oranına bağlı olarak değişmiştir. Bu nedenle plazma nitrüleme sonrasında etkin olması istenilen herhangi bir özellik yada özellik grubunun (örneğin maksimum yüzey sertliği ve/veya maksimum difüzyon tabakası kalınlığı) elde edilebilmesi için öncelikle kontrol edilmesi gereken parametre sıcaklıktır. Çünkü plazma nitrüleme sonrasında değişen özellikler üzerinde en etkin olan parametre sıcaklıktır. Bununla birlikte istenilen özelliklerin elde edilebilmesi için sıcaklığın yanı sıra, süre ve gaz karışım oranının da kontrol edilmesi istenilen özelliklerin elde edilebilmesini kolaylaştıracaktır.

KAYNAKLAR

- [1] **Özdemir, U., Erten, M.,** “Plazma (İyon) Nitrüleme Yöntemi ve Malzeme Özellikleri Üzerindeki Etkisi”, *Havacılık ve Uzay Teknolojileri Dergisi*, 2 (41-48), Temmuz 2003.
- [2] **Alsaran, A., Çelik, A.,** “Structural characterization of ion nitrided AISI 5140 low alloy steel”, *Materials Characterization*, 5, 77-82, 1998.
- [3] **Karamış, M.B.,** “An investigation of the properties and wear behavior of plasma-nitrided hot working steel”, *Wear*, 150, 331-342., 1991.
- [4] **Özdemir, U., Erten, M.,** “Plazma (İyon) Nitrülemenin Sert Plaket Takımlarda Sürtünme Katsayısına Etkisi”, *Havacılık ve Uzay Teknolojileri Dergisi*, 3, (41-49), 2004.
- [5] **Stappen, M., Malliet, B., Stals, L., Schepper, L., Roos, J.R., Celis, J.P.,** “Characterization of TiN coatings deposited on plasma nitrided tool steel surfaces,” *Materials Science and Engineering*, 140, 554-562, 1991.
- [6] **Menthe, E., Rie, K.T., Schultze, J.W., Simson, S.,** “Structure and properties of plasma-nitrided stainless steel,” *Surface and Coating Technology*, 74-75, 412-416., 1995.
- [7] **Fancey, K.S., Leyland, A., Egerton, D., Torres, D., Matthews, A.,** “The influence of process gas characteristics on the properties of plasma nitrided steel”, *Surface and Coating Technology*, 76-77, 694-699, 1995.
- [8] **Çelik, A., Karadeniz, S.,** “Investigation of compound layer formed during ion nitriding of AISI 4140 Steel”, *Surface and Coating Technology*, 80, 283-286, 1996.
- [9] **Rocha, A.S., Strohaecker, T., Tomala, V., Hirsch, T.,** “Microstructure and residual stresses of a plasma-nitrided M2 tool steel”, *Surface and Coating Technology*, 115, 24-31, 1999.
- [10] **Çelik, A., Karakan, M., Alsaran, A.,** “Gaz karışımlarının iyon nitrüleme üzerine etkisinin

araştırılması”, *Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 2-2, 87-94, 2000.

- [11] **Alsaran, A., Çelik, A., Çelik, C., Efeoğlu, İ.**, “İyon nitrürasyon ile yüzey sertleştirme işleminde optimum çalışma şartlarının belirlenmesi”, 9. *Uluslararası Makina Tasarım ve İmalat Kongresi*, ODTÜ, Ankara, 13-15 Eylül, 77-82, 2000.
- [12] **Gavgalı, M., Çelik, A., Alsaran, A., Totik, Y.**, “İyon nitrürleme işleminin AISI 5140 çeliğinin burulma özelliklerine etkisi üzerine bir çalışma”, *Mühendis ve Makina*, 510, 38-44, 2000.
- [13] **Newbold, P.**, “İşletme ve İktisat İçin İstatistik”, Literatür Yayıncılık, İstanbul, 2001.
- [14] **Akkurt, M.**, “Bilgisayar (Excel) Destekli Uygulamalı İstatistik, Birsen Yayınevi”, İstanbul, 1999.
- [15] **Şirvancı, M., Durmaz, M.**, “Variation reduction by the use of designed experiments” *Quality Engineering*, 5, 611-618, 1993.

ÖZGEÇMİŞLER

Hv.Müh.Yzb. Ufuk ÖZDEMİR

Ufuk ÖZDEMİR, 28 Eylül 1972 tarihinde İstanbul'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini İstanbul'da tamamladıktan sonra, 1993 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Makina Mühendisliği bölümünden mezun oldu. 1998 yılında aynı üniversitede yüksek lisans eğitimini tamamladı. 1994 yılından itibaren muvazzaf subay olarak Hava Harp Okulu Dekanlığında görev yapmakta olup, İstanbul Teknik Üniversitesi Makina Mühendisliği bölümünde doktora çalışmalarına devam etmektedir. İlgilendiği konular CAD-CAM, CNC tezgahlar, takım tezgahları, talaşlı imalat ve makina elemanlarıdır.

Yrd.Doç.Dr. Muzaffer ERTEN

Muzaffer ERTEN, 1946 yılında Siirt'te doğdu. İTÜ Makina Fakültesinden Yüksek Makina Mühendisi olarak mezun oldu. Doktorasını bitirdikten sonra 1994 yılında İTÜ Makina Fakültesinde yardımcı doçent kadrosuna atandı. İngilizce bilmektedir. Evlidir ve iki çocuğu vardır. İlgilendiği alanlar; makina elemanları, CAD-CAM, CNC tezgahlar, talaşlı imalat, takım tezgahları, hızlı prototip imalatı, güvenilirlik, imalat ve kalite kontrol ve toplam kalite yönetimidir.