

POLİTEKNİK DERGİSİ

JOURNAL of POLYTECHNIC

ISSN: 1302-0900 (PRINT), ISSN: 2147-9429 (ONLINE)

URL: http://dergipark.org.tr/politeknik

CLARIVATE ANALYTICS
EMERGING SOURCES CITATION INDEX
INDEXED

Nitrokarbürleme ve son oksidasyon proseslerinin AISI 4140 çeliğinin mikroyapı ve yüzey özellikleri üzerine etkisi

Effect of nitrocarburizing and post-oxidation processes on the microstructure and surface properties of AISI 4140 steel

ERKEN GÖRÜNÜM

Yazar(lar) (Author(s)): Ümmihan T.YILMAZ[1], Burak PEHLİVANLI[2], Ayşe ERKAN[3] ve Volkan KILIÇLI[4]

ORCID[1]: 0000-0002-3919-7061

ORCID[2]: 0000-0001-7000-7361

ORCID[3]: 0000-0002-6060-1815

ORCID[4]: 0000-0002-0456-5987

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz(To cite to this article): Yılmaz Ü. T., Pehlivanlı B., Erkan A., ve Kılıçlı V., "nitrokarbürleme ve son oksidasyon proseslerinin AISI 4140 çeliğininin mikroyapı ve yüzey özellikleri üzerine etkisi", ***Politeknik Dergisi***, *(*): *, (*).

Erişim linki (To link to this article): http://dergipark.org.tr/politeknik/archive

DOI: 10.2339/politeknik.984197

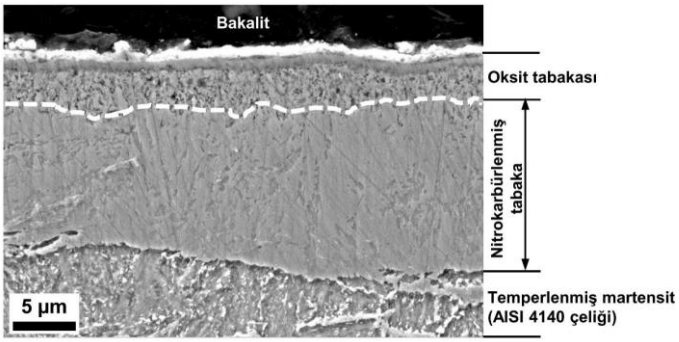
Nitrokarbürleme ve Son Oksidasyon Proseslerinin AISI 4140 Çeliğinin Mikroyapı ve Yüzey Özellikleri Üzerine Etkisi

Effect of Nitrocarburizing and Post Oxidation Processes on the Microstructure and Surface Properties of AISI 4140 Steel

Önemli noktalar (Highlights)

- *Basamaklı nitrokabürleme ve son oksidasyon işlemlerinin mikroyapı üzerine etkisinin incelenmesi / Investigation of the effect of stepped nitrocarburization and post-oxidizing on microstructure*
- *Son oksidasyon süresinin sertlik, sertlik derinliği ve yüzey özelliklerine etkisi / Effect of post-oxidation times on the hardness, hardness depth, and surface properties*

Grafik Özet (Graphical Abstract)



Nitrokarbürlenmiş ve 150 dk son oksitlenmiş AISI 4140 çeliğin mikroyapısı

Şekil. Nitrokarbürlenmiş ve 150 dk son oksitlenmiş AISI 4140 çeliğinin SEM mikroyapısı / **Figure.** SEM micrograph of nitrocarburized and 150 min post-oxidized AISI 4140 steel

Amaç (Aim)

Düşük basınçlı gaz nitrokarbürleme işlemi ve farklı sürelerde son oksidasyon işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliğinin mikroyapısal ve yüzey özellikleri araştırılmıştır. / The microstructural and surface properties of AISI 4140 steel, which has been treated with low pressure gas nitrocarburizing and post-oxidation process at different times, has been investigated.

Tasarım ve Yöntem (Design & Methodology)

Düşük basınçlı gaz nitrokarbürleme ve son oksidasyon işlemleri kullanılarak yeni yüzey geliştirme prosesi geliştirilmiştir. / A new surface development method was developed using low pressure gas nitrocarburizing and post-oxidation processes.

Özgünlük (Originality)

AISI 4140 çeliğine uygulanan yüzey geliştirme prosesi optimize edilmiştir. / The surface development process applied to AISI 4140 steel has been optimized.

Bulgular (Findings)

XRD desenlerinde α-Fe (demir), Fe_3O_4 (demir oksit), ε-$Fe_{2-3}N$ (epsilon demir nitrür) ve γ'- ε-Fe_4N (gama demir nitrür) piklerinin varlığı tespit edilmiştir. / The presence of α-Fe (iron), Fe_3O_4 (iron oxide), ε $Fe_{2-3}N$ (epsilon iron nitride) and γ'- ε-Fe_4N (gamma iron nitride) peaks were detected in the XRD patterns.

Sonuç (Conclusion)

En iyi sertlik derinliği, yüzey sertliği ve yüzey pürüzlülüğü birleşimi 150 dakikada son oksidasyon prosesi ile elde edilmiştir./ The best combination of hardness depth, surface hardness, and surface roughness was obtained after 150 minutes of post oxidation.

Etik Standartların Beyanı (*Declaration of Ethical Standards*)

Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler. / The author(s) of this article declare that the materials and methods used in this study do not require ethical committee permission and/or legal-special permission.

Nitrokarbürleme ve Son Oksidasyon Proseslerinin AISI 4140 Çeliğinin Mikroyapı ve Yüzey Özellikleri Üzerine Etkisi

Araştırma Makalesi / Research Article

Ümmihan T. YILMAZ [1*], Burak PEHLİVANLI [2], Ayşe ERKAN [2], Volkan KILIÇLI [3]

[1] Kırıkkale Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 71450, Yahşihan/ KIRIKKALE

[2] Döksan Isıl İşlem AR-GE Merkezi, Uygurlar cd. No:3, Sincan Organize Sanayi, Sincan, 06935, Ankara, Türkiye

[3] Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Teknikokullar, 06560, Ankara, Türkiye

(Geliş/Received : 18.08.2021 ; Kabul/Accepted : 18.04.2022 ; Erken Görünüm/Early View : 28.06.2022)

ÖZ

AISI 4140 çeliği, orta karbonlu düşük alaşımlı çelikler sınıfında yer almakta olup, yüksek sertleşebilirliğe sahip olması ve nispeten ekonomik bir çelik olması nedeniyle endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. AISI 4140 çeliği aynı zamanda nitrürlebilen çelikler arasında yer almaktadır. Nitrürleme işlemiyle, yüzeyde elde edilen sert nitrür tabakası sayesinde sadece aşınmaya dirençli bir yüzey değil aynı zamanda yorulma dayanımında da artış sağlanmaktadır. Bu çalışmada, düşük basınçlı gaz nitrokarbürleme işlemi ve farklı sürelerde son oksidasyon işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliğinin mikroyapısal ve yüzey özellikleri araştırılmıştır. Bu amaçla, AISI 4140 çelik numuneler, 850 °C'de 60 dk östenitlenmiş 60 °C'de yağda soğutulmuştur. Soğutma sonrası numuneler 630 °C'de 60 dk temperlenmiştir. Gaz nitrokarbürleme işlem basamakları; 350 °C'de 45 dk ön oksidasyon, 550 °C'de 90 dk nitrürleme ve 550°C'de 480 dk nitrokarbürleme uygulanmış ve ardından numuneler 45-180 dakika aralığında su buharı kullanılarak son oksidasyon işlemine tabi tutulmuştur. Mikroyapısal karakterizasyon çalışmaları optik mikroskop, tarama elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı X ışını spektrum analizi (EDX), X ışını kırınımı (XRD) analizi, mikrosertlik ve yüzey pürüzlülüğü ölçümleriyle gerçekleştirildi. X ışını analiz sonuçlarından, numunelerin yüzey katmanının demir nitrür, ε-$Fe_{2-3}N$ ve ɣ'-Fe_4N fazlarını ve demir oksit (Fe_3O_4) içerdiği tespit edilmiştir. Son oksidasyon süresi arttıkça, demir oksit (Fe_3O_4) tabaka kalınlığını arttığı belirlendi. Nitrokarbürlenmiş ve son oksidasyon işlemi uygulanmış AISI 4140 çelik numuneler içerisinde, en iyi sertlik derinliği, yüzey sertliği ve yüzey pürüzlülüğü birleşimi 150 dakikada son oksidasyon uygulanmış elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: AISI 4140 çeliği, nitrokarbürleme, son oksidasyon, mikroyapı, sertlik, yüzey pürüzlülüğü.

Effect of Nitrocarburizing and Post-oxidation Processes on the Microstructure and Surface Properties of AISI 4140 Steel

ABSTRACT

AISI 4140 steel is in the class of medium carbon low-alloy steels and is widely used in industry due to its high hardenability and being a relatively economical steel. AISI 4140 steel is also among the steels that can be nitrided. With the nitriding process, thanks to the hard nitride layer obtained on the surface, not only a wear-resistant surface is provided, but also an increase in fatigue strength. In this study, the microstructural and surface properties of AISI 4140 steel, which has been treated with low pressure gas nitrocarburizing and post-oxidation process at different times, has been investigated. For this aim, AISI 4140 steel samples were austenitized at 850 °C for 60 min and quenched into oil at 60 °C. After quenching, the samples were tempered at 630 °C for 60 min. Gas nitrocarburizing process steps; pre-oxidation at 350 °C for 45 minutes, nitriding at 550 °C for 90 minutes and nitrocarburizing at 550 °C for 480 minutes were applied, and then the samples were subjected to post-oxidation using steam for 45 to 180 minutes. Microstructural characterization studies were performed by optical microscope, scanning electron microscope (SEM), energy-dispersive X-ray spectrum analysis (EDX), X-ray diffraction (XRD) analysis, microhardness and surface roughness measurements. The X-ray analysis results revealed that the surface layer of the samples consisting of iron-nitride phases of ε-$Fe_{2-3}N$ and ɣ'-Fe_4N during nitrocarburizing and iron oxide (Fe_3O_4). It was determined that the iron oxide (Fe_3O_4) layer thickness increased with increased post-oxidation time. Among the AISI 4140 steel samples that nitrocarburized and post-oxidized, the best combination of hardness depth, surface hardness, and surface roughness was obtained after 150 minutes of post oxidation.

Keywords: **AISI 4140 steel, nitrocarburizing, post-oxidation, microstructure, hardness, surface roughness.**

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Günümüzde gelişmekte olan teknoloji ile birlikte elektrokimyasal veya mekanik gereksinimlerinin zıtlıklarının birleşimi gibi karmaşık beklentiler vardır. Uygun kimyasal bileşime sahip çeliklerin yüzeydeki yüksek aşınma direncine karşı çekirdekte istenen tokluk veya şekil değiştirmesini karşılayabilmek için nitrürleme veya nitrokarbürleme işlemi sıklıkla yapılır. Çeliğin elektrokimyasal ve mekanik özellikleri büyük ölçüde uygulanan ısıl işlem ve yüzey işleminin türüne bağlıdır

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author)
e-posta : ummihan@kku.edu.tr

ERKEN GÖRÜNÜM

[1]. Nitrokarbürleme, karbon ve azot atomlarının eş zamanlı olarak 450-590 °C sıcaklık aralığında düşük alaşımlı çelik yüzeye yayıldığı termokimyasal bir yüzey işlemidir [2]. Karbonlu çeliklerin nitrokarbürize edilmiş yüzeyi en dıştaki bir bileşik katmanı ve bir iç difüzyon katmanı içerir. Difüzyon katmanı katı çözelti içinde çökelmiş nitrürler içerir, birleşik yüzeyde ε-$Fe_{2-3}N$ ve γ'-Fe_4N nitrürlerin oluştuğu ince bölgedir [3]. Bileşik katman gözeniklidir. Nitrokarbürleme veya nitrürleme teknolojileri öncelikle yüzeyin yorulma özelliklerini, sertliğini, aşınmaya karşı gösterdiği direnci arttırırken [4, 5], çekirdek özelliklerini değiştirmez. Çelik yüzeyini korozyona karşı dirençli hale getirmek için yüzeye uygulanan işlemlerdir [6]. Nitrokarbürleme daha kısa işlem süresi ve daha düşük işlem sıcaklığı, yüksek derecede boyutsal kararlılık ve işlem güveliği açısından diğer teknolojilerden farklıdır [7]. Nitrokarbürlenebilen çeliklere nitrokarübleme sonrası oksitleme prosesinin uygulanması, beyaz tabakanın üstünde Fe_3O_4 oksit filmi oluşturur [8]. Oluşan oksit filmi yüksek kimyasal kararlılık ve düşük sürtünme katsayısı sayesinde çeliğin korozyon ve aşınma direncini artırır [9]. Düşük karbonlu çeliklerin yüzeyinde magnetit birleşik katman geleneksel buhar işleminden kolayca elde edilebilir [10]. Oksidasyon işleminin gaz veya plazma gibi farklı uygulama yöntemleri vardır. Geleneksel bir oksi-nitrokarbürleme işlemi nitrürleme veya nitrokarbürleme aşaması gibi farklı gaz atmosferleri altında birkaç aşamadan ve ardından bir oksidasyon işleminin gerçekleştiği aşamadan oluşur. Bu çalışmada ısıl işlem için vakum kullanımın birincil amacı, havada gerçekleşen ısıl işlem sırasında oluşan yüzey oksidasyonunu önlemektir. Bu nedenle vakum altında nitrürleme, nitrokarbürleme aşamaları gerçekleştirilmiştir. Çalışmada işlem basamak sırası i) ön oksidasyon, ii) nitrürleme, iii) nitrokarbürleme ve iv) son oksidasyon biçiminde sıralanmaktdır. Ön oksidasyon gaz nitrürleme üzerine katalitik bir etkiye sahip olduğu için nitrür tabakasının gelişiminde hayati önem taşır [11]. Ayrıca ön oksidasyon işlemi çelik yüzey morfolojisini kırılganlığını azaltmaya sebep olmakla birlikte, yüzey özelliklerinin geliştirilmesi için yapılabilen işlemdir. Geliştirilen proseste ilk basamak olarak 350°C'de hava varlığında ön oksidasyon işlemi uygulanmış, ardından gaz nitrürleme, gaz nitrokarbürleme ve son olarak oksidasyon ile işlem basamakları tamamlanmıştır.

Hidrolik sistemlerde kullanılan silindir rodlarının korozyona karşı korunması ve pürüzsüz bir yüzey elde edip sürtünmenin azaltılması amacıyla dış yüzeyleri çeşitli kaplamalarla kaplanmaktadır. Ülkemizde ve dünyada en yaygın görülen kaplama şekli krom kaplamadır. Ancak nem oranının veya sıcaklığın yüksek olduğu ortamlarda, örneğin maden ocakları, limanlar vb. krom kaplamanın iyi performans göstermediği saptanmıştır [12]. Krom kaplanmış çeliğin yorulma ömrü düşük, oluşan mikro çatlaklara bağlı olarak da korozyon direnci değişkenlik göstermektedir. Krom tabakasının yüzeye tutunması esnasında çelik yüzeyindeki deliklere ve boşluklara nüfuz etmesi nitrürlemeye göre zayıftır. Ek olarak, krom iyonlarının yüzeyde elektrokimyasal olarak biriktirilmesi sırasında hidrojen gaz çıkışı da olduğu için hem kaplama homojen olmaz, yüzeyde buğulanma var gibi kabarcıklı gözlenir, ayrıca sağlık güvenlik ve çevre açısından pek çok risk oluşturmaktadır.

Bu araştırmada, düşük vakum altında nitrokarbürleme yapılmış AISI 4140 çeliğinde farklı son oksidasyon sürelerinin mikroyapı ve yüzey özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. Özellikle ön oksidasyon, nitrürleme, nitrokarbürleme sıcaklığı ve süreleri sabit tutulmuş ve son oksidasyon sonrası süresinin etkisi incelenmiştir. Geliştirilen basamaklı oksi-nitrokarbürleme prosesi ile tüm hidrolik sistemlerde kullanılan rod millerine uygulanabilecek, krom kaplamaya alternatif olarak son oksidasyonlu nitrokarbürleme prosesi geliştirilmiş ve hidrolik sistem teknolojisine yeni, ekonomik, çevre ile daha barışık bir yöntem kazandırılmaya çalışılmıştır.

2. **MALZEME VE METOD** (MATERIAL and METHOD)

2.1. **Malzeme** (Material)

Çalışmalarda kimyasal bileşimi Çizelge 1'de verilmiş, düşük alaşımlı AISI 4140 çeliği kullanılmıştır. AISI 4140 çelikleri, karbon içeriği açısından sertleşmeye uygun ve işlemin sonunda belirli yükler altında yüksek tokluk ve aşınmaya karşı yüksek direnç özellikleri sergileyen yapısal alaşımlı çeliklerdir [13]. Otomotiv ve uçak yapımı, yivli şaft, aks mili ve kovanı, krank mili ve benzeri yüksek süneklik isteyen parçaların yanı sıra dişli çark içeren uygulamalarda da yaygın olarak kullanılmaktadır [1, 14-16]. Literatürde nitrokarbürleme işlemi kullanılarak AISI 4140 ıslah çeliklerinin diğer çelik türlerine göre, özellikle nitrasyon çeliklerine daha yakın mekanik özellikler kazanabildiği ifade edilmiştir [16-20].

Çizelge 1. Bu araştırmada kullanılan AISI 4140 çeliğinin kimyasal bileşimi (ağırlıkça %) (The chemical composition of AISI 4140 steel used in this study (weight %))

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Cu	Sn	V	Nb	N
0,41	0,24	0,84	0,014	0,013	0,99	0,17	0,25	0,019	0,018	0,011	0,004	0,003	0,002

2.2. **Isıl işlem** (Heat treatment)

Silindir biçiminde 20 mm çapında AISI 4140 numuneler 1 saat 850 °C'de östenitleme işlemi ardından 60 °C'deki Isorapid 277 ısıl işlem yağında soğutma işlemine tabi tutulmuştur. Numuneler daha sonra 650 °C'de 2 saat temperlenmiştir. Numunelerin yüzey geliştirilmesi sırasında basamaklı gaz nitrokarbürleme prosesi uygulanmıştır. Uygulanan ön oksidasyon (ÖO),

ERKEN GÖRÜNÜM

nitrürleme (N) ve nitrokarbürleme (NK) sıcaklık ve süreleri sabit tutulmuş, son oksidasyon (SO) sıcaklığı sabit, oksidasyon süreleri değiştirilerek yüzeye katkısı incelenmiştir. Uygulanan işlem parametreleri Çizelge 2'de özetlenmiştir.

Numuneler 1,5 m^3 hacmine sahip olan yatay KGO marka tüp fırın kullanılarak, basınç kontrollü (yaklaşık 8-10 bar) N_2 atmosferi altında işlem sıcaklığına ısıtılmıştır. Her bir işlem özel gaz karışımları (NH_3, CO_2) altında Çizelge 2'de gösterildiği üzere, 350 °C'de 45 dk ön oksidasyon, 550 °C'de 90 dk nitrürleme ve 550 °C'de 480 dk nitrokarbürleme işlemine tabi tutulmuş ve azot gazı atmosferi altında soğutulmuştur. Fırın içi basınç yaklaşık 13 mbar olarak sabit tutularak Çizelge 2'de belirtilen düşük basınçlı nitrokarbürizasyon basamakları uygulanmıştır. Ön oksidasyon, nitrürleme ve nitrokarbürleme işlemlerinden geçmiş AISI 4140 çelik numuneler 45, 60, 90, 120, 150 ve 180 dk boyunca son oksidasyon işlemine tabi tutulmuştur.

Çizelge 2. AISI 4140 çeliği numunelere uygulanan ön oksidasyon (ÖO), nitrürleme (N) nitrokarbürleme (NK) ve son oksidasyon (SO) prosesinin sıcaklık ve süreleri (Temperatures and times of pre-oxidation (NO), nitriding (N), nitrocarburizing (NC) and post-oxidation (PO) processes applied to AISI 4140 steel samples)

İşlem	Sıcaklık (°C)	Süre (dk)	Fırına Verilen Gaz
Ön Oksidasyon	350	45	CO_2
Nitrürleme	550	90	NH_3
Nitrokarbürleme	550	480	CO_2 NH_3
Son Oksidasyon (45 dk)	500	45	H_2O
Son Oksidasyon (60 dk)	500	60	H_2O
Son Oksidasyon (90 dk)	500	90	H_2O
Son Oksidasyon (120 dk)	500	120	H_2O
Son Oksidasyon (150 dk)	500	150	H_2O
Son Oksidasyon (180 dk)	500	180	H_2O

2.2. Karakterizasyon Çalışmaları (Characterization Studies)

Optik mikroyapı incelemeleri için Leica MC 190 HD dijital kamera bağlantılı Leica DM2700M mikroskop, numunelerin kesilmesi ve bakalite alınması işleminde Metkon ServoCut 302 model otomatik kesme cihazı ve Metkon EcoPress 102 cihazları kullanılmıştır. Zımparalama ve parlatma işleminde Metkon Forcipol 202 cihazı kullanılmıştır. Numuneler bakalite alınıp zımparalanarak ve uygun parlatma keçeleriyle yüzeyinin parlatılması sağlanmıştır. Parlatma işlemleri sırasıyla 9 ve 3 µm elmas süspansiyonlar kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Parlatma sonrası sonra numuneler %3 Nital (100 ml Etanol + 3 ml Nitrik asit) kullanılarak dağlama işlemi gerçekleşmiştir.

Sert doku derinliği ölçümü Vickers sertlik yöntemiyle 0,1 kgf yük altında Emcotest Durascan G5 model cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Numunelerin sertlik ölçümleri yüzeyden ve enine kesitinde yüzeyden çekirdeğe doğru 0,1 mm aralıklarla kaydedilmiştir. Sertlik-mesafe grafikleri beş farklı bölgeden yapılan sertlik ölçümlerinin ortalama değerleri alınarak çizdirilmiştir. Numunelerin yüzey sertliği, 5 kgf yük altında SonoDur 3 model taşınabilir Vickers test cihazıyla 5kgf altında ölçüldü.

Yüzey pürüzlülük ölçümleri Mitutoyo Surftest SJ-210 taşınabilir yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü 5 mm ölçüm aralığında üç kez tekrar ölçüm yapılarak gerçekleştirilmiştir.

Nitrür tabakasının karakterizayonunda Zeiss Merlin model alan emisyonlu tarama elektron mikroskobu (SEM) kullanıldı. Nitrokarbürlenmiş ve son oksidasyon sonrası oluşan katman, SEM'e bağlı Pegasus marka enerji dağılımlı X-ışını spektrum analizi (EDX) analiz edildi. Beyaz katman kalınlığı, Leica Application Suite Image Analysis yazılımı sürüm 4.6 kullanılarak hesaplandı.

Numunelerin yüzeyleri, X-ışını kırınım (XRD) analizi ile karakterize edildi. XRD desenleri bir Bruker D8 Advance X-ışını kırınım cihazında elde edildi. X ışını kaynağı olarak monokromatik Bakır Kα radyasyonu (λ= 1.54056 A°) kullanılarak 40 kV ve 40 mA'da çalıştırıldı. Numuneler 2θ aralığı 20-95° aralığında 0,05°/dk'lık bir tarama hızında tarandı.

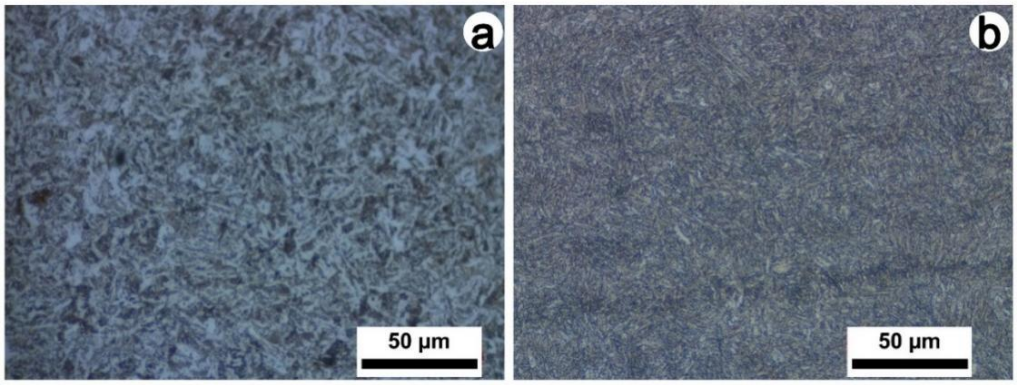
3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

3.1. Optik mikroyapılar (Optical microstructures)

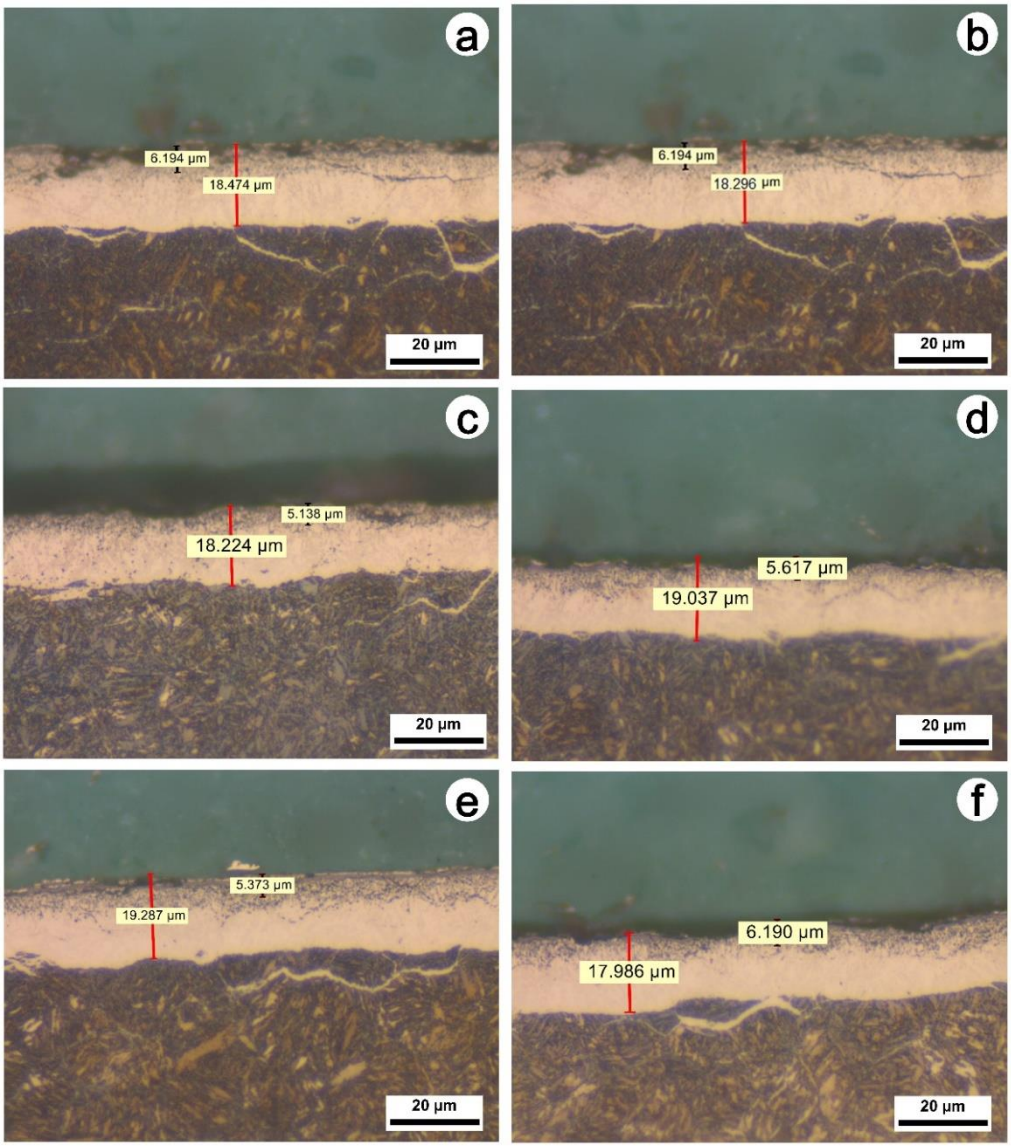
Islah işlemi görmemiş ve görmüş AISI 4140 çeliğinin mikroyapı incelemeleri Şekil 1.a ve 1.b'de verilmiştir. Islah işlemi görmemiş AISI 4140 çeliğin mikroyapı incelemesinde teslim alınan halinde mikroyapı incelemesinde ferritik ve perlitik yapılardan oluştuğu gözlenmektedir (Şekil 1.a). Su verilmiş ve temperlenmiş AISI 4140 çeliğinin mikroyapısında temperlenmiş martensit belirgin bir şekilde gözlenmiştir (Şekil 1.b).

ÖO + N + NK ve SO işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliği numunelerin son oksidasyon süresine bağlı olarak birleştirilmiş tabaka kalınlığı (beyaz tabaka + oksit tabakası) ve difüzyon tabakalarının değişimini gösteren optik mikroyapıları Şekil 2.a-f'de verilmiştir. Oksidasyon süresinin artırılması sonucu birleşik tabaka kalınlığında (beyaz tabaka + oksidasyon tabakası) belirgin bir artış gözlenmiştir (Şekil 2.a-e ve Şekil 3). Tabaka kalınlığındaki artışın ana nedeni son oksidasyon süresine bağlı olarak oksit tabaka kalınlığının artmasıdır. Ancak Şekil 2.f de tabaka kalınlığının azalması söz konusu AISI 4140 çeliği için optimum oksidasyon süresinin 150 dakika olduğunu göstermiştir. Kaplan ve ark. [16] benzer şekilde artan SO süresiyle birleşik tabaka kalınlığının arttığını bildirmektedirler.

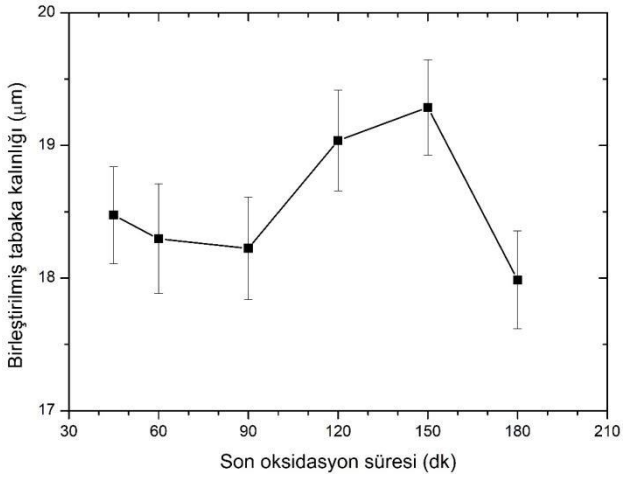
ERKEN GÖRÜNÜM



Şekil 1. a) Teslim alınan halde (işlemsiz) AISI 4140 çeliğinin mikroyapısı, b) Islahlı AISI 4140 çeliğinin mikroyapısı (a) Optical microstructure of AISI 4140 steel in as-received (untreated) condition, b) Optical microstructure of AISI 4140 steel in quenched and tempered condition).



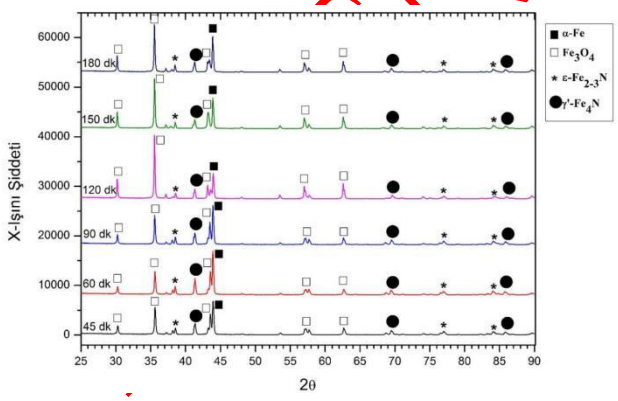
Şekil 2. Son oksidasyon süresine bağlı olarak nitrokarbürlenmiş tabakanın optik mikroyapıları; a) 45 dk b) 60 dk, c) 90 dk, d) 120 dk, e) 150 dk, ve f)180 dk (Optical microstructures of the nitrocarburized layer depending on the post-oxidation times; a) 45 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min, and f) 180 min)



Şekil 3. Birleştirilmiş tabaka kalınlığının son oksidasyon süresine göre değişimi (Variation of the combined layer thickness depending on post-oxidation times)

3.2. XRD analizi (XRD analysis)

Ön Oksidasyon (ÖO) + Nitrürleme (N) + Nitrokarbürleme (NK) + Son Oksidasyon (SO) sonrası farklı sürelerde son oksidasyon işlemine tabi tutulmuş AISI 4140 çelik numunelerin XRD desenleri Şekil 4'te verilmiştir. XRD desenlerinde α-Fe (demir), Fe3O4 (demir oksit), ε-Fe2-3N (epsilon demir nitrür) ve γ'-ε-Fe4N (gama demir nitrür) piklerinin varlığı tespit edilmiştir [17]. XRD desenlerinden görülebileceği üzere artan oksidasyon süresiyle Fe3O4 piklerinin şiddeti daha belirginleşmiştir. Benzer şekilde, Alsaran ve ark. [18] artan son oksidasyon süresiyle 4140 çeliğinde oksit piklerinin belirginleştiğini rapor etmektedir. Özellikle 90 dakika son oksidasyon süresinden sonra yüzeyde oluşan oksit pikleri daha belirgin olarak gözlenmektedir (Şekil 4).

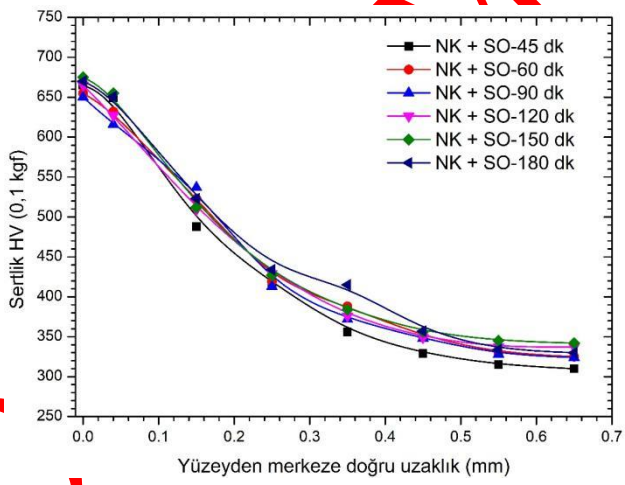


Şekil 4. Nitrokarbürleme sonrası son oksidayon süresine bağlı olarak AISI 4140 çelik numunelerin XRD desenleri (XRD patterns of AISI 4140 steel samples depending on the post-oxidation times after nitrocarburization)

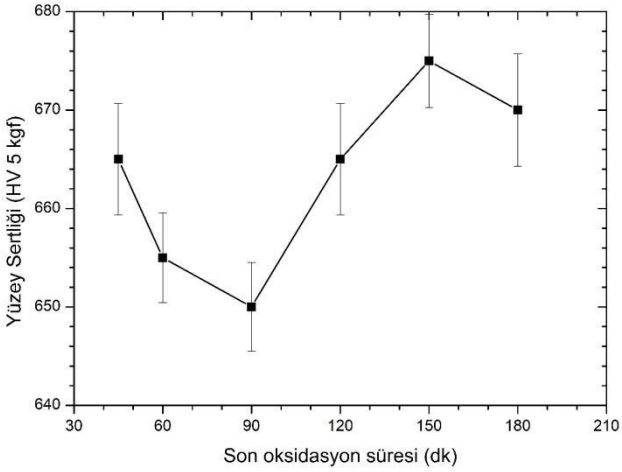
Oksidasyon tabaka kalınlığının ise 5-8 µm aralığında olduğu ve oksidasyon süresinin artırıldığında özellikle 90 dk üzerine çıkıldığında oksidasyon piklerinin varlığının XRD analizinde belirginleştiği tespit edilmiştir. Buna ek olarak, XRD deseni incelendiğinde oksidasyon işleminin beyaz tabaka üzerinde ε-fazının γ' fazına ayrışmasına ve nitrojenin yeniden dağılmasına neden olan bir tavlama etkisi sağladığı tespit edilmiştir [19]. Önceki çalışmalara göre, oksidasyon fazının büyümesi, γ' fazından ziyade ε beyaz tabakasının üstünde mümkündür. Bu, γ' fazına kıyasla ε fazının daha fazla oksijen tutulumu yapması ile açıklanabilir. Bu nedenle, oksidasyon işleminden önce işlemin ilk aşaması için CO_2 içeren atmosferde nitrokarbürleme seçilmiştir [20].

3.3. Sertlik sonuçları (Hardness results)

ÖO+N+NK+SO işlemi uygulanmış AISI 4140 çelik numunelerde mesafeye bağlı olarak sertlik değerleri ve yüzey sertliklerinin değişimi sırasıyla Şekil 5 ve Şekil 6'da gösterilmiştir.



Şekil 5. Nitrokarbürleme sonrası son oksidayon süresine bağlı olarak AISI 4140 çelik numunelerin mikrosertlik profilleri (Microhardness profiles of AISI 4140 steel samples depending on the post-oxidation times after nitrocarburization)



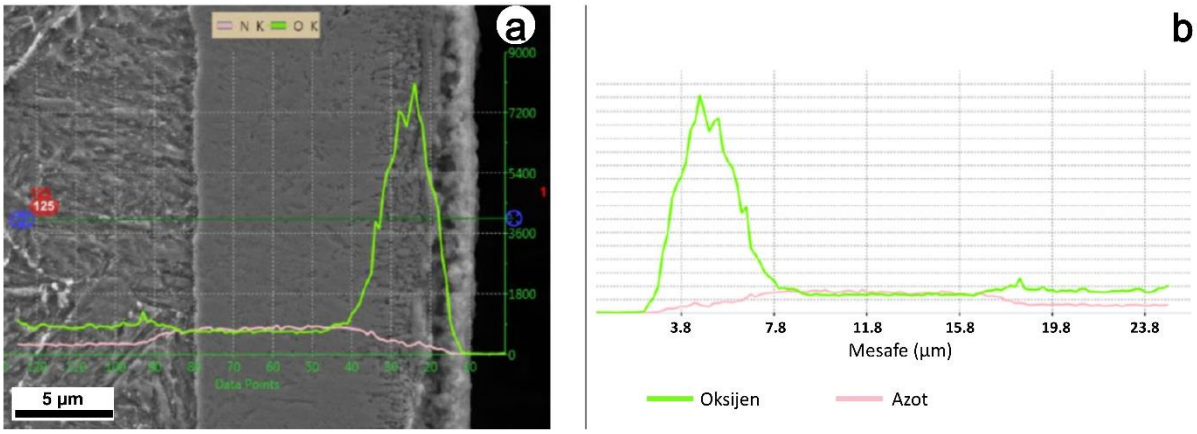
Şekil 6. Son oksidasyon süresine göre yüzey sertliği değişimi (Surface hardness change depending on the post-oxidation times)

ÖO+N+NK+SO işlemi uygulanmış numunelerde ise son oksidasyon süresine bağlı olarak yüzey sertlik değerleri 640-680 HV arasında sert doku derinliği ise 0,3-0,4 mm arasında değiştiği tespit edilmiştir (Şekil 4). Araştırmacılar [21] nitrokarbürleme sonrası son oksidasyon işleminin yüzey sertliğinde bir miktar azalmaya neden olduğunu bildirmektedir. Yüzey sertliği, sert doku derinliği, birleştirilmiş tabaka kalınlığı ve son

oksidasyon tabaka kalınlığı bakımından ÖO+N+NK+SO işlemi uygulanmış AISI 4140 çelik numuneler içerisinde optimum özellikler 150 dk son oksidasyon işlemi uygulanmış numunede elde edilmiştir.

3.4. EDX analizi (EDX analysis)

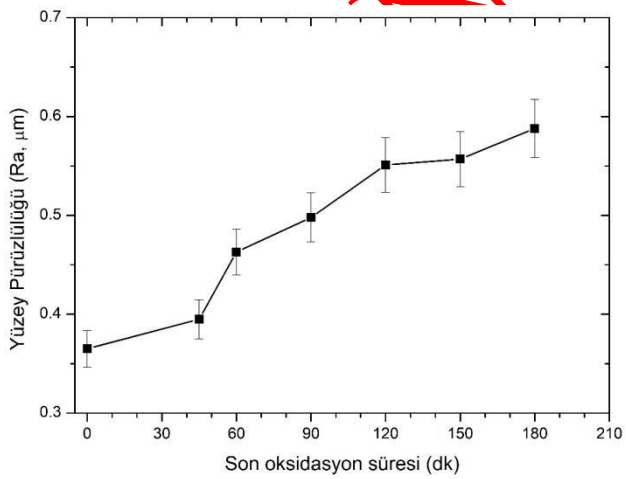
ÖO+N+NK+SO işlemi uygulanmış AISI 4140 çeliği numunelerin son oksidasyon süresine bağlı olarak birleşik tabaka kalınlığı (beyaz tabaka + oksidasyon tabakası) değişimlerinin SEM-EDX analizleri Şekil 7'de verilmiştir. SEM mikroyapı görüntülerinde nitrokarbürlenmiş tabaka ve oksidasyon tabakası belirgin olarak gözlenmiş olup (Şekil 7.a), EDX analizlerinde yüzeye yakın bölgelerde oksijen konsantrasyonun yüksek olması (Şekil 7.b) oksit tabakasının varlığını kanıtlamaktadır [16]. Yüzeyden merkeze doğru ise azot konsantrasyonun yüksek olması bu bölgelerde nitrokarbürlemenin başarılı olduğunun kanıtıdır. Şekil 7'ye göre oksijenin dağılımı, yüzeyde yüksek miktardadır ve merkeze doğru hızlı bir azalma göstermektedir. Oksitleme aşaması sadece işlem sonunda gerçekleştiğinden yüzeyde daha yüksek konsantrasyona sahiptir. Azot için eğim çok daha düşüktür, bu da azotun tüm süreç boyunca yüzeyden çekirdeğe kademeli olarak difüzlendiğini göstermektedir.



Şekil 7. 120 dk son oksidasyon uygulanmış numunede nitrükarbürlenmiş tabakanın; a) SEM mikroyapısı ve b) çizgisel EDX analizi
(a) SEM microstructure and b) EDX line analysis of nitrocarburized layer in the sample that was post-oxidized for 120 min)

3.5. Yüzey Pürüzlülüğü (Surface roughness)

Nitrokarbürlenmiş ve farklı oksidasyon sürelerinde oksitlenmiş numunelerin yüzey pürüzlülüğü (Ra, µm) ortalama değerlerinin değişimi Şekil 8'de gösterilmektedir.



Şekil 8. Son oksidasyon süresine bağlı olarak yüzey pürüzlülüğünün değişimi (The change of surface roughness depending on the post oxidation time)

Şekil 8'den de görüldüğü gibi nitrürlenmiş numunenin pürüzlülüğü (son oksidasyon süresi= 0) en düşük iken nitrokarbürleme ve son oksidasyon süresiyle yüzey pürüzlülüğünde belirgin artış gözlenmiştir. Artan son oksidasyon süresiyle yüzey pürüzlülüğünün artışı yüzeyde oluşan Fe3O4 katman kalınlığının artışı ile ilgilidir. Araştırmacılar artan oksit katman kalınlığının gözenekli katman oluşumuna neden olduğunu rapor etmektedir [17, 22, 23]. Ayrıca araştırmacılar, nitrokarbürleme sonrası artan son oksidasyon süresiyle AISI 4140 çeliğinin yüzey pürüzlülüğünün arttığını bildirmektedirler [17, 21-27].

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmada, ön oksidasyon + nitrürleme + nitrokarbürleme ve farklı sürelerde (45 dak, 60 dak, 90 dak, 120 dak, 150 dak ve 180 dak) son oksidasyon işlemi ıslah edilmiş AISI 4140 çelik numunelere uygulanmış, optik, SEM, EDX analizi, XRD analizi, yüzey sertliği, sertlik derinlikleri ve yüzey pürüzlülüğü incelerek karakterizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Basamaklı olarak uygulanan nitrokarbürleme prosesi sıcaklık ve süreleri sabit tutulmuş, son oksidasyon sıcaklığı sabit tutularak oksidasyon süresinin çeliğin mikroyapı ve yüzey özelliklerinin nasıl değiştiği araştırılmıştır. Su buharı ile gerçekleştirilen son oksidasyon süresi arttıkça demir oksit (Fe3O4) tabakasının kalınlığının arttığı optik mikroyapı ve XRD analiziyle tespit edilmiştir. Özellikle 90 dk son oksidasyondan süresinden sonra oksit tabakasının belirginleştiği ve kalınlığının 5-6 µm arasında değiştiği belirlenmiştir. Son oksidasyon süresine bağlı olarak yüzey sertlik değerleri 640-680 HV arasında sert doku derinliği ise 0,3-0,4 mm arasında değiştiği tespit edilmiştir. Nitrokarbürleme sonrası artan son oksidasyon

süresiyle AISI 4140 çeliğinin yüzey pürüzlülüğünün arttığı belirlenmiştir. Altı farklı son oksidayon süresi uygulanmış AISI 4140 çelik numuneler içerisinde en iyi yüzey sertliği, yüzey pürüzlülüğü ve sertlik birleşimi 150 dakikada son oksidasyon uygulanmış numunelerde elde edilmiştir. Ayrıca en yüksek birleştirilmiş tabaka kalınlığı, son oksidasyon süresi 150 dakika olarak uygulandığında elde edilmiştir. Islah edilmiş AISI 4140 çeliğinde nitrokarbürleme sonrası 150 dk son oksidasyon uygulanarak iyi yüzey özellikleriyle birlikte 680 HV yüzey sertliği elde edilebilmektedir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)
Bu çalışma KOSGEB tarafından Ar-Ge ve İnovasyon Destek Programı (Karar No: 2019/10/6;6570) ile desteklenmiştir.

ETİK STANDARTLARIN BEYANI
(DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)
Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler.

YAZARLARIN KATKILARI (AUTHORS' CONTRIBUTIONS)
Ümmihan T. YILMAZ: Makale yazma, proje yazma-yönetimi ve finansman edinimi.
Burak PEHLİVANLI: Deneysel çalışmalar (nitrokarbürleme ve son oksidasyon işlemleri), şekilleri oluşturma, literatür araştırma, makale yazma.
Ayşe ERKAN: Deneysel çalışmalar (optik mikroskopi ve SEM ile mikroyapısal karakterizasyon çalışmaları), araştırma, yazma.
Volkan KILIÇLI: Deneysel çalışmalar (XRD analizleri), makale yazma ve düzenleme.

ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST**)**
Bu çalışmada herhangi bir çıkar çatışması yoktur.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

[1] Aycan M. "Farklı Martenzit Hacim Oranlarında Kırılma Tokluğu Değerlerinin İncelenmesi", ***Politeknik Dergisi,*** 23(2): 277-282, (2020).
[2] Maj, S., "Development of Compound Layer and Diffusion Zone during Nitriding and Nitrocarburizing of Iron and Steels", ***Technical University of Denmark***, Kgs. Lyngby, Denmark.
[3] Bell T., "ASM Handbook", vol. 4, Heat Treating, Ohio: ***ASM International***; 425–36 (1994).
[4] Uma Devi M., Chakraborty T. K., Mohanty O.N., "Wear behaviour of plasma nitrided tool steels", ***Surface and Coatings Technology***, 116–119: 212-221 (1999).
[5] Sola R., Giovanardi R., Veronesi P., Poli G., "Improvement of wear and corrosion resistanceof ferrous alloys by post-nitrocarburizing treatments", ***Metallurgical Science and Tecnology*** 29(2): 14-24, (2011).
[6] Steyer P., Millet J. P., Mazille H., Peyre J. P., Jacquot P. and Hertz D., "Influence of Post-Treatments on Corrosion Behaviour of Gas Nitrocarburised Steels", ***Surface Engineering*** 19(3): 173-178, (2003).
[7] Qiang Y. H., Ge S. R., Xue Q. J., "Microstructure and tribological properties of complex nitrocarburized steel", ***J. Mater. Process. Technol.*** 101: 180 (2000).
[8] Mandkarian N., Mahboubi F. "Effect of gas mixture of plasma postoxidation on corrosion properties of plasma nitrocarburised AISI 4130 steel" ***Vacuum,*** 83: 1036-1042 (2009).
[9] Jones T. Oxidation Pretreatment of Steels for Nitriding, http://www. industrialheating.com/articles/91660-oxidation Pretreatment of steels for nitriding, (2014).
[10] Mittemeijer E. J., "Fundamentals of Nitriding and Nitrocarburizing" In: Dossett J, Totten G E (Ed) ***ASM Handbook, ASM International*** 4: 619-646 (2013).
[11] Li J. C., Yang X. M., Wang S. K., Wei K. X., Hu J., "A rapid D.C. plasma nitriding technology catalyzed by pre-oxidtion for AISI4140 steel", ***Mater. Lett***. 116: 199–202 (2014).
[12] Von der Ohe C. B., Johnsen R., Espallargas N. "Hydraulic cylinders for offshore splash zone operation a review of failure cases and alternative concepts", ***Proceedings of the ASME 2009, 28th International Conference on Ocean, Offshore and Arctic Engineering***, 2009-79039, Honolulu, Hawaii USA 1-14 (2009).
[13] Holzapfel H., Schulze V., Vohringer O., Macherauch E., "Residual stress relaxation in an AISI 4140 steel due to quasistatic and cyclic loading at higher temperatures", ***Materials Science and Engineering A,*** 248:9-18 (1998).
[14] Starke P., Walther F., Eifler D., "New fatigue life calculation method for quenched and tempered steel SAE 4140", ***Materials Science and Engineering A,*** 523:246-52. (2009).
[15] Yilmaz U., "Gaz Ortamında Nitrürleme ve Nitrokarbürleme Yüzey Sertleştirme İşlemlerinin AISI 4140, 1.7131 ve 1.8550 Çeliklerinin Aşınma, Mekanik ve Mikroyapı Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi", ***Yüksek Lisans Tezi***, Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü (2016).
[16] Kaplan Y., Yıldırım A. ve Aksöz S., "Nitrokarbürizasyon sonrası oksidasyon işlemlerinin AISI 4140 çeliğinin tribolojik özelliklerine etkisi", ***Politeknik Dergisi***, 23(4): 1357-1362, (2020).
[17] Deshpande S.S., Deshpande P. P., and Rathod, M.J., "Effect of gas nitrocarburizing post oxidation on electrochemical behaviour of AISI 4140 steel in neutral medium", ***Materials Today: Proceedings,*** 50: 1979-1982, (2022).
[18] Alsaran, A., Yildiz, F., and Çelik, A., "Effects of post-aging on wear and corrosion properties of nitrided AISI 4140 steel", ***Surface and Coatings Technology,*** 201(6): 3147-3154, (2006).
[19] Jutte, R.H., Kooi, B.J., Somers, M.A.J., Mittemeijer, E.J. "On the oxidation of α-Fe and ε-Fe2N1−z : I. Oxidation kinetics and microstructural evolution of the oxide and nitride layers", ***Oxidation of Metals,*** 48(1-2): 87-109, (1997).
[20] Esfahani A., Sohi H.M., Rassizadehghani J., Mahboubi F., "Effect of treating atmosphere in plasma post-oxidation of nitrocarburized AISI 5115 steel" ***Vacuum,*** 82 (3): 346-351, (2007).
[21] Fares, M.L., Chaoui, K., Le coze, J., "Post-oxidizing effects on surface characteristics of salt bath nitrocarburized AISI 02 tool steel type", ***Surface and Interface Analysis,*** 41 (7): 549-559, (2009).

HENÜZ GÖRÜNÜM

[22] Boztepe, E., Alves, A. C., Ariza, E., Rocha, L. A., Cansever, N., and Toptan, F., "A comparative investigation of the corrosion and tribocorrosion behaviour of nitrocarburized, gas nitrided, fluidized-bed nitrided, and plasma nitrided plastic mould steel", ***Surface and Coatings Technology,*** 334: 116-123, (2018).

[23] Rogers P. M., Hutchings I. M., Little J. A., "Coatings and surface treatments for protection against low-velocity erosion-corrosion in fluidized beds", ***Wear***, 186-187: 238-246 (1995).

[24] Muñoz-Castro, A.E., De La Piedad-Beneitez, A., Valencia-Alvarado, R., López-Callejas, R., Mercado-Cabrera, A., Peña-Eguiluz, R., & Rodriguez-Mendez, B.G., "The corrosion enhancement due to plasma post-oxidation subsequent to plasma nitriding of a steel AISI 4140", ***Acta Physica Polonica A,*** 128(5), 824-827, (2015).

[25] Taweejun, N., Praditja, T., Bootchai, S., & Kanchanomai, C. "Effect of Multi-Cycle Nitrocarburizing on the Microstructure and Surface Hardness of Low-Carbon Steel", ***Metal Science and Heat Treatment***, *63*(7): 380-387, (2021).

[26] Sohi M.H., Ebrahimi M., Raouf A.H., Mahboubi F., "Comparative study of the corrosion behaviour of plasma nitrocarburised AISI 4140 steel before and after post-oxidation", ***Materials & Design,*** 31(9): 4432-4437, (2010).

[27] Moon, K.I., Kim, S.K., Kim, S.W., "A Study on the Corrosion Resistance of Free Cutting Steels after Oxy-Nitriding", ***Journal of Korean Society of Heat Treatment,*** 19(2): 90-95, (2006).

ERKEN GÖRÜNÜM