

Araştırma Makalesi / Research Article

Görev Döngüsünün (Duty Cycle) Plazma Nitrürleme Üzerindeki Etkisi

Şükrü ÜLKER*

^{1*} Afyon Kocatepe Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Afyonkarahisar, Türkiye,
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-2561-3044>, ulker@aku.edu.tr

Geliş/ Received: 20.03.2025;

Revize/Revised: 12.04.2025

Kabul / Accepted: 23.05.2025

ÖZET: Makine parçalarının mikro yapısını iyileştirmek, aşınmaya karşı dayanıklılığını artırmak, korozyona karşı direnç kazandırmak ve yorulma ömrünü uzatmak için farklı yüzey sertleştirme yöntemleri uygulanmaktadır. Plazma nitrürleme işlemi, elde edilen sertleşmiş tabakaların hassas bir şekilde kontrol edilebilmesi ve diğer sertleştirme tekniklerine kıyasla sunduğu çeşitli avantajlar sayesinde endüstride geniş çapta kullanılmaktadır. Bu çalışmada AISI 5115 çeliğine %50 H₂+%50 N₂ gaz karışımı ortamında 500 °C sıcaklıkta 5 saat süreyle DC plazma nitrürleme, %75 ve %50 görev döngüsü ile darbeli (puls) plazma nitrürleme işlemi uygulanmıştır. Plazma nitrürlenmiş numunelerin faz özellikleri XRD ve optik mikroskop ile incelenmiştir. Mikrosertlik ölçümleri ile yüzey sertlikleri belirlenmiştir. Metalografik incelemeler sonucunda beyaz tabakanın oluştuğu, görev döngüsünün azalmasıyla tabaka kalınlığının azaldığı görülmüştür. X-ışınları incelemeleri sonucunda DC plazma nitrürleme ile Fe₃N, Fe₄N fazlarının oluştuğu %50 görev döngüsü ile yapılan çalışmada ise bu fazlara ek olarak yüzeyde α -Fe ve Fe₃O₄ fazları görülmüştür. Mikrosertlik incelemeleri sonucunda yüzey sertliğinde işleme bağı olarak yaklaşık 3-5 kat artış olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: 5115 çeliği, Plazma nitrürleme, Görev döngüsü, Mikrosertlik

*Sorumlu yazar / Corresponding author: ulker@aku.edu.tr

Bu makaleye atıf yapmak için /To cite this article

The Influence of Duty Cycle on Plasma Nitriding

ABSTRACT: Different surface hardening methods are applied to improve the microstructure of machine parts, increase wear resistance, provide resistance to corrosion and extend fatigue life. Plasma nitriding process is widely used in the industry due to the precise control of the hardened layers obtained and the various advantages it offers compared to other hardening techniques. In this research, DC plasma nitriding and pulsed plasma nitriding with 75% and 50% duty cycles were applied to AISI 5115 steel in a 50% H₂+50% N₂ gas mixture environment at 500 °C for 5 hours. The phase properties of plasma nitrided samples were examined by XRD and optical microscope. Surface hardness was determined by microhardness measurements. As a result of metallographic examinations, it was observed that a white layer was formed and the layer thickness decreased with the decrease in duty cycle. As a result of X-ray examinations, Fe₃N, Fe₄N phases were formed with DC plasma nitriding and in the study carried out with 50% duty cycle, α -Fe and Fe₃O₄ phases were observed on the surface in addition to these phases. As a result of microhardness examinations, it was determined that there was an increase of approximately 3-5 times in surface hardness depending on the process.

Keywords: AISI 5115 Steel, Plasma nitriding, Duty cycle, Microhardness

1. GİRİŞ

AISI 5115 (16MnCr5) çeliği, sementasyon işlemiyle yüzeyi sertleştirilebilen, değişken ve darbeli zorlamalara karşı dayanıklı, alaşımlı bir yapı çeliğidir. Bu özelliği sayesinde dişli çarklar, aktarma organları vb. parçaların imalatında tercih edilir (Cai ve ark., 2021).

Plazma nitrürleme çeşitli plazma difüzyon işlemleri arasında yaygın olarak kullanılan yüzey işlemleri arasındadır. Plazma nitrürleme teknolojisi, azot gazı ortamında plazma deşarjı yoluyla azot iyonlarını metale nüfuz eder ve yayar. Yüzeyde nitrürlenmiş bir tabaka oluşturur. Bu nitrürlenmiş tabaka mükemmel sertlik, aşınma direnci ve korozyon direnci gösterir (Chong ve Kim, 2017). Plazma nitrürlemenin bir sonucu olarak çeliğin yüzeyinde beyaz tabaka ve difüzyon tabakası olarak bilinen yapılar oluşur. Beyaz tabaka en dıştaki tabaka olup tek fazlı (γ' -Fe₄N veya ϵ -Fe₂₋₃N) veya çok fazlı (γ' -Fe₄N+ ϵ -Fe₂₋₃N) olabilir (Ohtsu ve ark., 2021; Shen ve Wang, 2019; Esfahani, 2007).

Uygulamaya bağlı olarak, DC deşarjları, darbeli DC deşarjları, RF deşarjları ve mikrodalga deşarjları dahil olmak üzere çeşitli güç kaynakları plazma üretebilir (Anders, 2004; Conrads ve Schmidt, 2000). Nitrürleme sistemi genellikle DC güç kaynakları tarafından çalıştırılır (Conrads ve Schmidt, 2000). Ancak, puls frekansı veya puls görev döngüsü değiştirilerek nitrürleme performansı üzerinde ek kontrol sağlaması nedeniyle puls DC deşarjları tercih edilir (Alves ve ark., 1999; Sharma ve ark., 2006). Darbeli DC glow deşarjlarında, iyon bombardımanı ile saçılma, aktif puls sırasında (bir pulsun açık süresi $T_{açık}$) etkiliyken, plazmanın aktif türleri tüm döngü boyunca korunur ($T = T_{açık} + T_{kapalı}$) (Cooke ve ark., 2004). Bu nedenle, puls görev döngüsünün ($T_{açık} / (T_{açık} + T_{kapalı})$) plazma parametreleri ve nitrürleme performansının etkisini incelemek önemlidir (Fenili ve ark., 2017).

Puls plazma nitrürleme, puls süresi ve görev döngüsünün hassas ayarlanabilirliği sayesinde parçaların yüzeyinde dengeli bir sıcaklık dağılımı sağlayarak, aşırı ısınma riskini ortadan kaldırır ve yüksek plazma gücünün güvenle kullanılmasını mümkün kılar (Huchel, 1995). Yüksek plazma

gücünün kullanımı nitrürleme zamanını kısaltır (Leskovsěk, 1995). Bunun yanında puls güç kaynağı arkı önlemeye yardımcı olur (Podgornik ve Vizintin, 2003; Naem ve ark., 2016).

Birkaç çalışmada, geleneksel bir plazma nitrürleme sisteminde çeşitli altlık malzeme üzerinde darbeleri görev döngüsünün etkisi incelenmiştir. Bunlar arasında Menthe ve ark. (2000) farklı $N_2 - H_2$ gaz karışımları ve işlem süreleri ile darbeleri-DC plazma kullanılarak 375-475 ° C sıcaklık aralığında AISI 304L çeliği üzerinde plazma nitrürleme gerçekleştirmişlerdir. Alves ve ark. (1999) AISI 409 çeliğini plazma nitrürleyerek darbe genişliği $t_{açık}$ 'ın nitrürlenmiş tabaka üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Taherkhani ve Mahboubi (2013) nitrürlenmiş H13 çeliği üzerinde görev döngüsü (%40–%80) ve frekans (8–10 kHz) etkisini incelemişlerdir. Díaz-Guillén ve ark. (2009) darbeleri (puls) plazma nitrürleme işleminde, AISI 4340 düşük alaşımlı çeliğin yüzey özellikleri üzerinde görev döngüsünün (%10 – %80 $t_{açık}$ aralığı uygulayarak) yüzey sertliği, işlem derinliği, bileşik bölge genişliği ve kristalin faz bileşimi üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Díaz-Guillén ve ark. (2015) plazma nitrürlenmiş AISI 316L çeliğinin yüzey karakteristiklerine darbe zamanı değişiminin sertlik, kristalin fazlar ve elektrokimyasal korozyon duyarlılığı üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Durisic ve ark. (2006) C45 çeliğini puls plazma nitrürlemede görev döngüsü etkisini araştırmışlardır. Luo ve ark. (2017) puls plazma nitrürlenmiş östenitik paslanmaz çeliğinin aşınma davranışlarını incelemişlerdir. Yasir ve ark. (2024) AISI 321 paslanmaz çeliğini %10-%60 arasındaki görev döngülerinde plazma nitrürlemişlerdir. Cieslik ve ark. (2011), DIN 16MnCr5 çeliği için plazma nitrürleme işlem süreci üzerine bir çalışma yürütmüştür. Azot (N_2) ve Hidrojenin (H_2) farklı gaz bileşimlerini kullanarak ek bir difüzyon aşamasının, bileşik tabaka kalınlığı ve sertlik profili üzerindeki etkisini araştırmışlardır.

AISI 5115 çeliğinin mekanik ve tribolojik özelliklerini belirlemek amacıyla nitrürleme ve borlama gibi yöntemler kullanılarak farklı çalışmalar yapılmış olmasına rağmen, literatürde farklı görev döngülerinde nitrürlemenin malzeme yüzeyine etkisi üzerine çalışmaya rastlanılmamıştır. Bu çalışmada AISI 5115 çeliği 500 °C sıcaklıkta, 5 saat işlem süresinde, %50 N_2 -%50 H_2 karışımında DC plazma ve %75, %50 görev döngüsü oranlarıyla plazma nitrürlenerek mikroyapısal özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir. Nitrürlenen numunelerin mikroyapı, yüzey pürüzlülüğü, sertlik ve XRD analizleri yapılmıştır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada altlık malzeme olarak kullanılan AISI 5115 çeliğinin kimyasal bileşimi Çizelge 1’de görülmektedir.

Çizelge 1. AISI 5115 Çeliğinin Kimyasal Bileşimi, %

C	Mn	Cr	Si	P	S	Fe
0.14-0.19	1-1.3	0.8-1.1	0.15-0.4	0.02-0.035	0.02-0.035	Kalan

24 mm çapındaki AISI 5115 çeliği 1 metre boyunda kesilmiş halde temin edilmiştir. Çelikler 25'er cm aralıklarla hidrolik testere ile kesilerek 900°C sıcaklıkta 45 dakika süreyle tam tavlama işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra çeliğin çapı torna ile 20 mm ye düşürülerek 10 mm kalınlığında kesilmiştir. Sonrasında numuneler metalografik olarak parlatılmıştır.

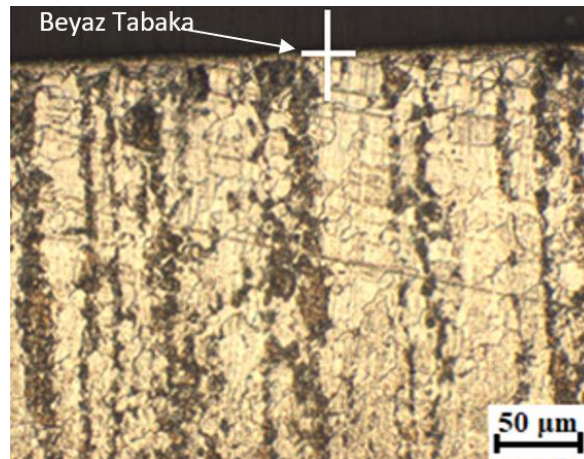
Numuneler alkolle temizlendikten sonra katot üzerine yerleştirilmiş ve haznenin kapağı kapatıldıktan sonra havası 8.4×10^{-2} mbar basınca boşaltılmıştır. Nitrürleme işlemine geçilmeden önce numuneler 5 mbar basınç altında 30 dakika H_2 gazı ile saçılma işlemine tutulmuştur. Plazma

nitürleme işlemi DC, %75 ve %50 görev döngüsü uygulayarak 500 °C sıcaklıkta, 5 mbar vakum basıncında %50 H₂-% 50 N₂ gaz karışımında ve 5 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Deney süresince sıcaklık, numuneye temas halinde olan bir termokupl ile ölçülmüştür. İstenilen sıcaklığa ulaşıncı nitürleme süresi başlatılmıştır. Plazma nitürlenen numuneler üzerinde XRD analizi, mikrosertlik ve metalografi yüzey pürüzlülüğü incelemeleri yapılmıştır. Nitürlenmiş numunelerin sertlikleri malzeme yüzeyinden, Vickers ucuyla 50 gr yük altında 10 saniye süre ile ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülüğü ölçümleri Taylor-Hobson Rugosimeter Surtronic 25 marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Nitürlenmiş yüzeylerdeki mevcut fazların analizi Shimadzu XRD-6000 cihazında CuK α ($\lambda = 1,5418$ Å) radyasyonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

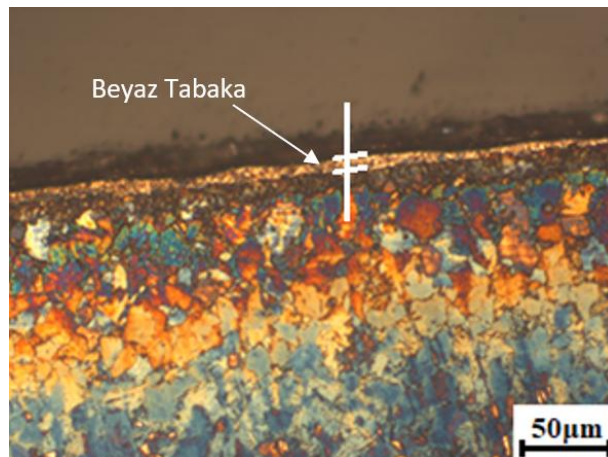
3.1 Nitür Tabakasının Karakterizasyonu

Şekil 1’de DC plazma nitürlenen AISI 5115 çeliğinin iç yapı fotoğrafı görülmektedir. Numunelerin dış yüzeyinde ortalama 5 μ m kalınlığında beyaz tabaka oluşmuştur. Numune üzerinde oluşan tabaka düzgün bir şekilde yayılmıştır. Cieslik ve ark. (2011) %30 N₂-%70 H₂ gaz karışımında 5 saat plazma nitürleme sırasında 1.5 μ m kalınlığında beyaz tabaka oluştuğunu tespit etmişlerdir.



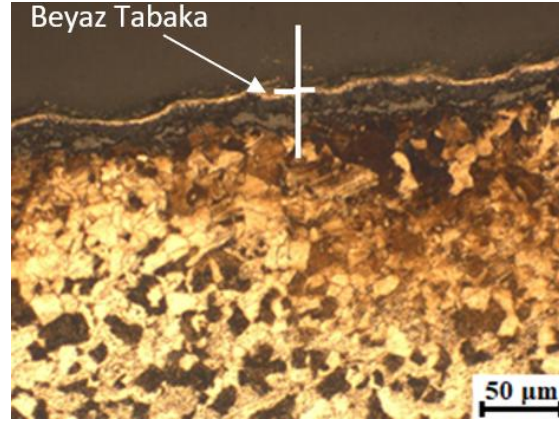
Şekil 1. Nitürlenmiş AISI 5115 çeliğinin optik mikroskopta görünümü

Şekil 2’de %75 görev döngüsü ile plazma nitürleme sonrası mikroyapı fotoğrafı görülmektedir. Beyaz tabaka kalınlığı ortalama 4 μ m olarak tespit edilmiştir.



Şekil 2. %75 görev döngüsü ile plazma nitürlenmiş AISI 5115 çeliğinin optik mikroskopta görünümü

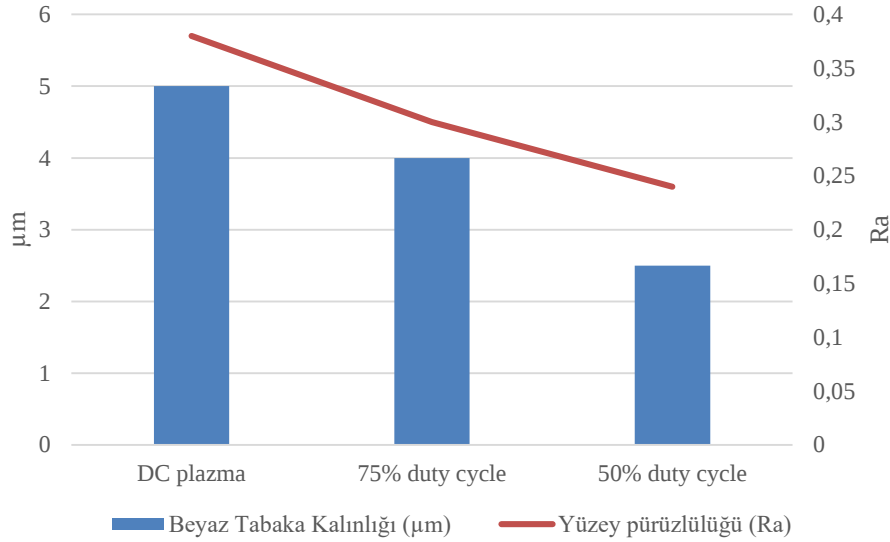
Şekil 3'te %50 görev döngüsü ile plazma nitrüleme sonrası mikroyapı fotoğrafı görülmektedir. Beyaz tabaka kalınlığı ortalama 2.5 µm olarak tespit edilmiştir.



Şekil 3 %50 görev döngüsü ile plazma nitrülenmiş AISI 5115 çeliğinin optik mikroskopta görünümü

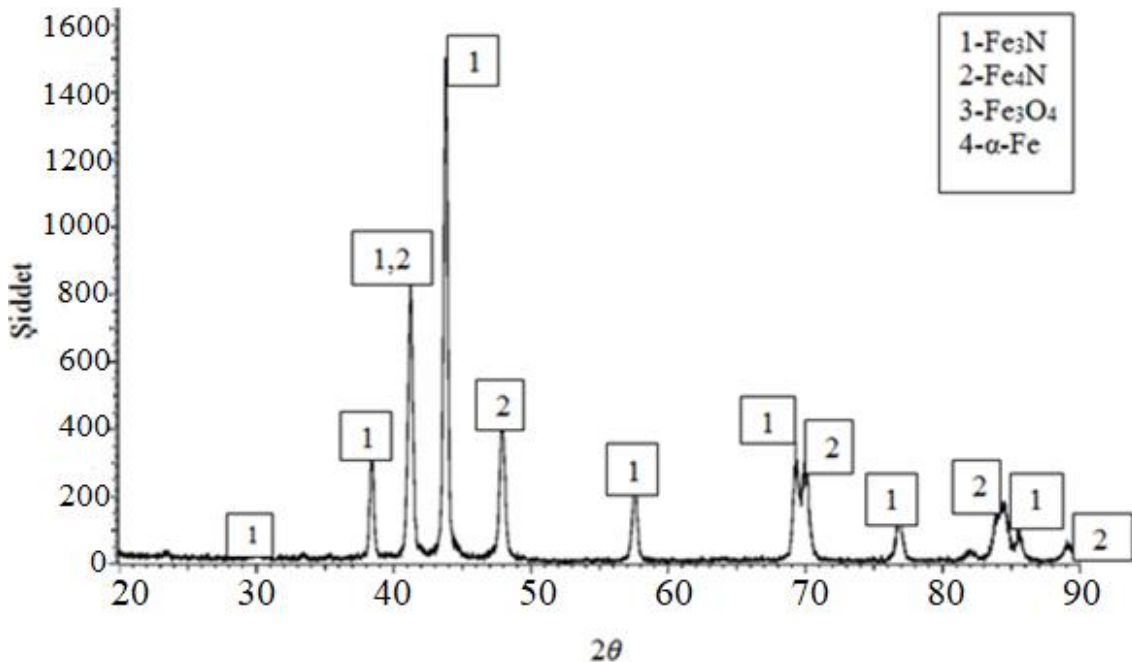
Beyaz tabaka nispeten yüksek bir sertliğe sahip olmasına rağmen, iç gerilimler onu kırılgan hale getirir. Bu katman belirli uygulamalarda kayma aşınmasını ve yorulma direncini korumak için en aza indirilir. Buna karşılık, beyaz tabaka malzemeye aşınma ve yuvarlanma sürtünmesine karşı iyi fiziksel özellikler sağlar (Çelik ve Karadeniz, 1996), bu da daha sonra homojen ve daha kalın bir beyaz tabakanın istendiği anlamına gelir. Beyaz tabakanın plazma nitrülenmiş sert kaplama sonrası işlemden üstün kayma aşınması özelliklerine yol açan ara sert bir katman olarak hareket ettiği bulunmuştur (Podgornik ve ark., 2001). Bu nedenle, tabakanın kalınlığı malzemenin kullanımına göre belirlenmelidir ve sonuçlardan görev döngüsünün bir beyaz tabaka kontrol yöntemi olarak kabul edilebileceği çıkarılabilir (Díaz-Guillén ve ark., 2009).

Şekil 4'te plazma nitrülenmiş çeliğin beyaz tabaka kalınlığı ile yüzey pürüzlülüğü grafiği birlikte verilmiştir. Görev döngüsünün artmasıyla beyaz tabaka kalınlığının arttığı görülmüştür (Taherkhani ve Mahboubi, 2013). En yüksek beyaz tabaka DC plazma ile elde edilmiştir (Arul Mozhi Varman ve Huchel, 2017). Tabaka kalınlığının azalmasıyla birlikte yüzey pürüzlülük değerleri de düşmüştür. Benzer bir çalışmada da Taktak ve ark. (2014) %75 görev döngüsü ile yaptıkları çalışmada da beyaz tabaka kalınlığının azaldığını tespit etmişlerdir. Görev döngüsü oranının artmasıyla birlikte yüzey pürüzlülük değerleri de artmıştır (Jeong ve ark., 2000). Plazma nitrülenmiş numunenin yüzey pürüzlülüğü Ra değeri 0.38, %75 görev döngüsü ile plazma nitrüleme sonucu Ra değeri 0.3, %50 görev döngüsü ile plazma nitrüleme sonucu Ra 0.24 olarak tespit edilmiştir.



Şekil 4. Plazma nitrülenmiş çeliğin beyaz tabaka kalınlığı ve yüzey pürüzlülüğü grafiği

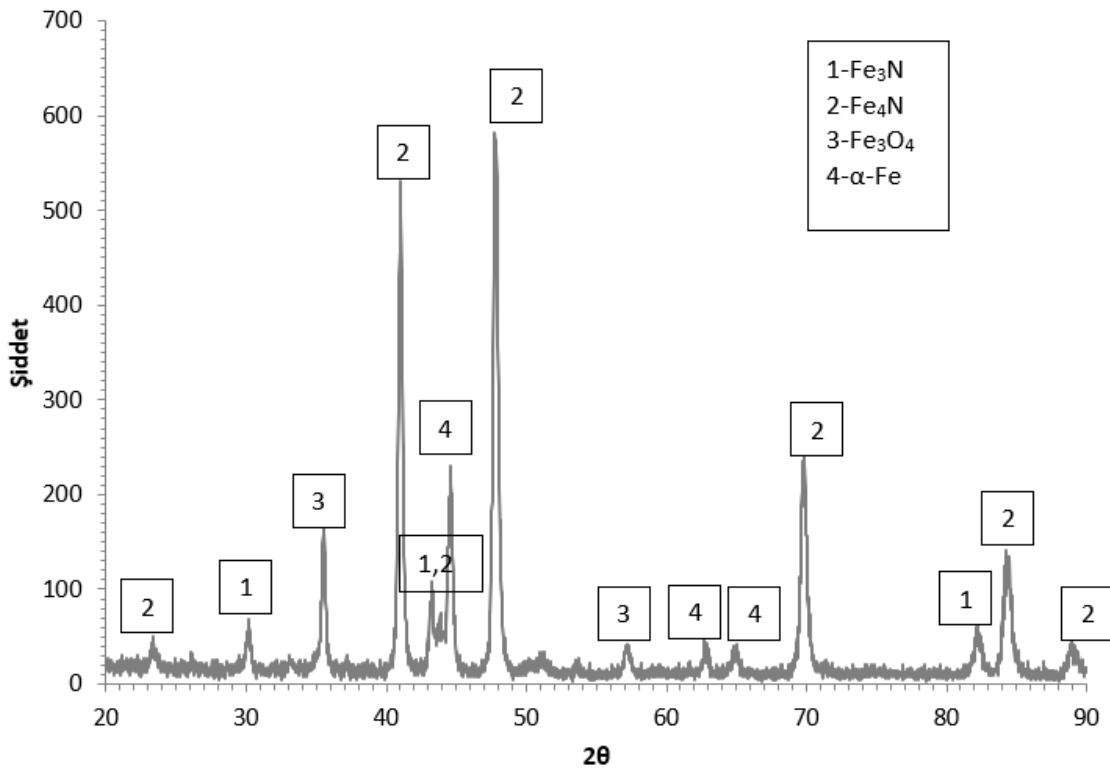
Şekil 5'te DC plazma nitürleme işlemine tabi tutulmuş çeliğin XRD analizi görülmektedir. Tabaka ağırlıklı olarak Fe_3N (Ref.No: 86-0232 (29.964, 41.215, 43.705, 57.515, 69.234, 76.857, 85.558)) ve Fe_4N (Ref.No: 86-0231(41.223, 47.969, 70.180, 84.767, 89.508)) fazlarından oluşmaktadır (Espinoza ve ark., 2024; Esfahani ve ark., 2007). Bu durum literatürle de uyumludur. Esfahani ve ark. (2007) 5115 çeliğini 550 °C'de 5 saat boyunca %80 N_2 +%20 H_2 gaz karışımlarında DC plazma nitürlemiş ve yapısında Fe_3N ve Fe_4N fazlarının oluştuğunu tespit etmişlerdir. Arul Mozhi Varman ve Huchel (2017) 4340 çeliğini puls plazma nitürleme sonucunda Fe_3N , Fe_4N ve Cr_2N fazlarını tespit etmişlerdir.



Şekil 5. DC plazma nitürleme işlemine tabi tutulmuş çeliğin XRD analizi sonucu

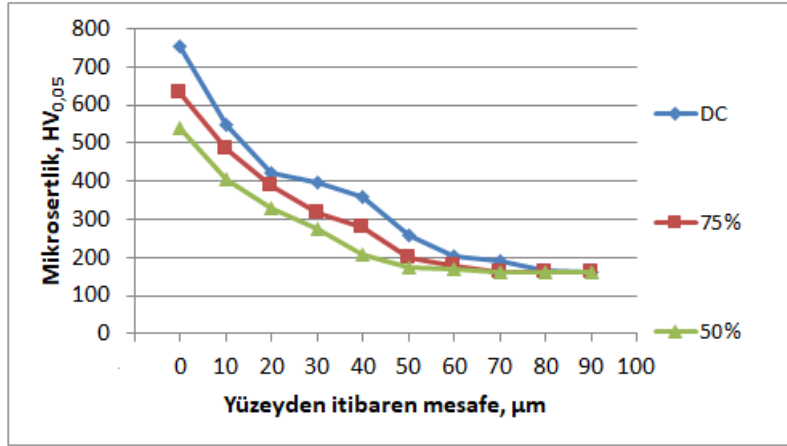
Şekil 6'da %50 görev döngüsü ile plazma nitürleme işlemine tabi tutulmuş çeliğin XRD analizi sonucu görülmektedir. Fe_4N (Ref. No: 86-0231(23.454, 41.223, 47.969, 70.180, 84.767, 89.508)), Fe_3N (Ref.No: 86-0232 (29.964, 38.293, 41.215, 43.705)), Fe_3N (Ref.No:020389 (82,242)), Fe_3O_4

(Ref.No: 85-1436 (35.443, 56.964)) fazları tespit edilmiştir. En şiddetli fazın Fe_4N olduğu ve az da olsa Fe_3O_4 olduğu tespit edilmiştir. Fernando ve ark. (2019) AISI 8620 çeliğini puls plazma nitrürlenmişler ve yüzeyde Fe_3N ve Fe_4N fazlarının yanında Fe_3O_4 ve Fe_2O_3 fazlarını da görmüşlerdir. Cieslik ve ark. (2011) 16MnCr5 çeliğini farklı süre ve gaz karışımlarında plazma nitrürlenmişler ve tabakanın Fe ve Fe_4N fazlarından oluştuğunu gaz karışım oranının artmasıyla birlikte Fe_4N oranının daha fazla görüldüğünü tespit etmişlerdir. Díaz-Guillén ve ark. (2009) 4340 çeliğini puls plazma nitrürlenerek görev döngüsünün etkisini inceledikleri çalışmada tek fazlı Fe_4N den oluşan tabaka tespit etmişlerdir. Naem ve ark. (2023) orta karbonlu çeliği %15 ile %75 görev döngüsü arasında katot kafesi içinde plazma nitrüleme yaparak oluşan tabakada Fe_3N ve Fe_4N fazlarını tespit etmişlerdir.



Şekil 6. %50 görev döngüsü ile plazma nitrülenmiş çeliğin XRD analizi sonucu

Şekil 7’de plazma nitrülenmiş numunelerin yüzeyden itibaren sertlik değerleri verilmiştir. Görev döngüsü değerinin artmasıyla yüzey sertlik değerlerinin arttığı görülmüştür (Taherkhani ve Mahboubi, 2013). En yüksek yüzey sertliği DC plazma nitrüleme sonucunda elde edilmiştir (Arul Mozhi Varman ve Huchel, 2017). Plazma nitrülenmiş numunenin yüzey sertliği 755 $\text{HV}_{0.05}$, %75 görev döngüsü ile plazma nitrüleme sonucu yüzey sertliği 630 $\text{HV}_{0.05}$, %50 görev döngüsü ile plazma nitrüleme sonucu yüzey sertliği 540 $\text{HV}_{0.05}$ tespit edilmiştir. DC plazma nitrülemeye sertliğin daha yüksek olmasının sebebi oluşan Fe_3N fazından kaynaklı olduğu düşünülmektedir (Naeem ve ark., 2023). Malzemenin işlem görmeden önceki sertliği 160 $\text{HV}_{0.05}$ iken plazma nitrüleme sonrasında sertlik değerlerinde yaklaşık 3-5 kat aralığında artış sağlanmıştır. Difüzyon derinliği olarak altlık malzeme sertliğinin %10 fazlası kabul edildiğinde (Sirin ve ark., 2008) beyaz tabakanın haricinde yaklaşık 65 μm lik bir difüzyon derinliği elde edilmiştir. Sabit sıcaklıkta tüm numunelerde aynı difüzyon derinliği görülmüştür (Díaz-Guillén ve ark., 2009).



Şekil 7. Plazma nitrülenmiş numunelerin yüzeyden itibaren mikrosertlik değerleri

4. SONUÇ

Deneyssel 5115 çeliği 500 °C sıcaklıkta, 5 saat işlem süresinde, %50 N₂-%50 H₂ karışımında DC plazma, %75 ve %50 görev döngüsü oranlarıyla plazma nitrürleyerek;

- Metalografik incelemeler sonucunda DC, %75 ve %50 görev döngüsü ile beyaz tabakanın oluştuğu, sırasıyla tabaka kalınlıkları 5 µm, 4 µm, 2.5 µm olarak belirlenmiştir.
- X-ışınları incelemeleri sonucunda DC plazma nitrürleme ile Fe₃N, Fe₄N fazlarının oluştuğu %50 görev döngüsü ile yapılan çalışmada ise bu fazlara ek olarak yüzeyde α-Fe ve Fe₂O₃ fazları görülmüştür.
- Plazma nitrülenmiş numunenin yüzey sertliği 755 HV_{0.05}, %75 Görev döngüsü ile plazma nitrürleme sonucu 630 HV_{0.05}, %50 Görev döngüsü ile plazma nitrürleme sonucu 540 HV_{0.05} olarak tespit edilmiştir.
- Plazma nitrülenmiş numunenin yüzey pürüzlülüğü Ra değeri 0.38, %75 görev döngüsü ile plazma nitrürleme sonucu Ra değeri 0.3, %50 görev döngüsü ile plazma nitrürleme sonucu Ra 0.24 olarak tespit edilmiştir.

5. TEŞEKKÜR

Bu çalışma Afyon Kocatepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından 13.FEN. BİL.45 nolu proje kapsamında desteklenmiştir.

6. ÇIKAR ÇATIŞMASI

Yazar, bilinen herhangi bir çıkar çatışması veya herhangi bir kurum/kuruluş ya da kişi ile ortak çıkar bulunmadığını onaylamaktadırlar.

7. YAZAR KATKISI

Şükrü ÜLKER, çalışmanın kavramsal ve/veya tasarım süreçlerinin belirlenmesi ve yönetilmesi, verilerin toplanması, verilerin analizi ve sonuçların yorumlanması, makalenin hazırlanması ve fikrîsel içeriğin eleştirel incelenmesi ve son onay konusunda tam sorumluluğa sahiptir.

8. KAYNAKLAR

- Alves C., Rodrigues J., Martinelli A., The Effect of Pulse Width on the Microstructure of DC-Plasma-Nitrided Layers. *Surface and Coatings Technology* 122, 112-117, 1999.
- Anders A., Fundamentals of Pulsed Plasmas for Materials Processing. *Surface and Coatings Technology* 183, 301–311, 2004.
- Arul Mozhi Varman J. P., Huchel U., Effect of Pulse Repetition Time on Surface Properties of Pulsed Plasma Nitrided AISI 4340 Steel. *Indian Journal of Science and Technology* 10 (38), 1-8, 2017.
- Cai S., Sun J., He Q., Shi T., Wang D., Si J., Yang J., Li F., Xie K., Li M., 16MnCr5 Gear Shaft Fracture Caused by Inclusions and Heat Treatment Process. *Engineering Failure Analysis* 126, 105458, 1-9, 2021.
- Cieslik J., Jacquet P., Tlili B., Mulin H., Decrease of Compound Layer Thickness Obtained in Plasma Nitriding of Alloyed Steels by Diffusion Stage. *Journal of Materials Science and Engineering A*, 1, 974-980, 2011.
- Chong S O, Kim S J., Corrosion Characteristics of 16Cr-10Ni-2Mo Stainless Steel with Plasma Ion Nitriding Temperatures by Galvanostatic Experiment. *Journal of Surface Science and Engineering* 50 (2), 91–97, 2017.
- Conrads H., Schmidt M., Plasma Generation and Plasma Sources. *Plasma Sources Science and Technology* 9, 441, 2000.
- Cooke K. E., Hampshire J., Southall W., Teer D. G., The Industrial Application of Pulsed DC Bias Power Supplies in Closed Field Unbalanced Magnetron Sputter Ion Plating. *Surface Engineering* 20(3), 189-195, 2004.
- Çelik A., Karadeniz S., Investigation of Compound Layer Formed During Ion Nitriding of AISI 4140 Steel. *Surface and Coatings Technology* 80, 283-286, 1996.
- Díaz-Guillén J. C., Campa-Castilla A., Pérez-Aguilar S. I., Granda-Gutiérrez E. E., Garza-Gómez A., Candelas-Ramírez J., Méndez-Méndez R., Effect of Duty Cycle on Surface Properties of AISI 4340 Using a Pulsed Plasma Nitriding Process. *Superficies y Vacío* 22(1) 1-4, 2009.
- Díaz-Guillén J., Vargas-Gutiérrez G., Granda-Gutiérrez E., González M., Díaz-Guillén J., Alvarez-Contreras L., Effects of Pulse Length on Low Frequency Plasma Nitrided 316L Steels. *Surface Engineering* 31 (8), 2015.
- Durisic Z., Kunosic A., Trifunovic J., Influence of Process Parameters in Pulse Plasma Nitriding of Plain Carbon Steel. *Surface Engineering*, 22(2), 147-152, 2006.
- Esfahani A., Sohi M. H., Rassizadehghani J., Mahboubi F., Effect of Treating Atmosphere in Plasma Post-Oxidation of Nitrocarburized AISI 5115 Steel. *Vacuum* 82(3), 346-351, 2007.
- Espinoza R. C., Vera M., Wettlaufer M., Kerl M., Barth S., Garibaldi P.M., Díaz Guillen J.C., García H. M. H., Arroyo R. M., Ortega J. A., Study on the Tribological Properties of DIN 16MnCr5 Steel after Duplex Gas-Nitriding and Pack Boriding. *Materials* 17(13), 3057, 2024.
- Fenili C. P., Souzab F.S., Marina G., Probst S. M. H., Binder C., Klein A. N., Corrosion Resistance of Low-Carbon Steel Modified by Plasma Nitriding and Diamond-Like Carbon. *Diamond & Related Materials* 80, 153-161, 2017.
- Huchel U., Crummenauer J., Stramke S., Dressler S., Pulsed Plasma Nitriding and Combined Processes, Proceedings of the 5th World Seminar on Heat Treatment and Surface Engineering, Iran, 329–335, 1995.
- Jeong G. H., Hwang M. S., Jeon B. Y., Kim M. H., Lee C., Effects Of The Duty Factor on The Surface Characteristics of The Plasma Nitrided And Diamond – Like Carbon Coated High Speed Steel. *Surface and Coatings Technology* 124, 222–227, 2000.

- Leskovsěk V., Pulse Plasma Ionitriding. *Vakuumist* 15(2), 4-10, 1995.
- Luo Q., Oluwafemi O., Kitchen M., Yang S., Tribological Properties and Wear Mechanisms of DC Pulse Plasma Nitrided Austenitic Stainless Steel in Dry Reciprocating Sliding Tests. *Wear* 376-377, 1640-1651, 2017.
- Menthe E., Bulak A., Olfe J., Zimmermann A., Rie K. T., Improvement of the Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steel after Plasma Nitriding. *Surface and Coatings Technology* 133-134, 259-263, 2000.
- Naeem M., Waqas M., Jan I., Zaka-ul-Islam M., Díaz-Guillén J. C., Rehman N. U., Shafiq M., Zakaullah M., Influence of Pulsed Power Supply Parameters on Active Screen Plasma Nitriding. *Surface and Coatings Technology* 300, 67-77, 2016.
- Naeem M., Qadeer M., Mujahid Z. İ., Rehman N.U., Díaz-Guill'en J. C., Sousa R. R. M., Shafiq M., Time-Resolved Plasma Diagnostics of Cathodic Cage Plasma Nitriding System with Variable Pulsed Duty Cycle and Surface Modification of Plain Carbon Steel. *Surface & Coatings Technology* 464, 129542, 2023.
- Ohtsu N., Miura K., Hirano M., Kodama K., Investigation of Admixed Gas Effect on Plasma Nitriding of AISI 316L Austenitic Stainless Steel. *Vacuum* 193, 110545, 2021.
- Podgornik B., Vizintin J., Wear Resistance of Plasma and Pulse Plasma Nitrided Gears. *Gear Technology* 20, 33-37, 2003.
- Podgornik B., Vižintin J., Wänstrand O., Larsson M., Hogmark S., Ronkainen H., Holmberg K. Tribological Properties of Plasma Nitrided and Hard Coated AISI 4140 Steel, *Wear* 249, 254-259, 2001.
- Sharma M., Saikia B., Phukan A., Ganguli B., Plasma Nitriding of Austenitic Stainless Steel in N₂ and N₂-H₂ Dc Pulsed Discharge. *Surface and Coatings Technology* 201, 2407-2413, 2006.
- Shen H., Wang L., Influence of Temperature and Duration on The Nitriding Behavior of 40Cr Low Alloy Steel in Mixture of NH₃ and N₂. *Surface and Coatings Technology*, 378: 124953, 2019.
- Sirin S. Y., Sirin K., Kaluc E., Effect of the Ion Nitriding Surface Hardening Process on Fatigue Behavior of AISI 4340 Steel. *Materials Characterization* 59, 351-358, 2008.
- Taherkhani K., Mahboubi F., Investigation Nitride Layers and Properties Surfaces on Pulsed Plasma Nitrided Hot Working Steel AISI H13. *Iranian Journal of Materials Science & Engineering* 10(2), 29-36, 2013.
- Taktak S., Gunes I., Ulker S., Effect of Pulse Plasma Nitriding on Tribological Properties of AISI 52100 and 440C Steels. *International Journal of Surface Science and Engineering*, 8(1), 39, 2014.
- Yasir H R M., Naeem M., Abrar M., Mahmood S., Enhancement of Hardness and Tribological Properties of AISI 321 by Cathodic Cage Plasma Nitriding at Various Pulsed Duty Cycle. *Journal of Alloys and Compounds* 1002, 175280, 2024.