DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

PLAZMA DALDIRMA İYON İMPLANTASYON YÖNTEMİ İLE METALLERİN YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ

Murat YILDIRIM

Ekim, 2011 İZMİR

PLAZMA DALDIRMA İYON İMPLANTASYON YÖNTEMİ İLE METALLERİN YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ

Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi

Makina Mühendisliği Bölümü, Konstrüksiyon – İmalat Anabilim Dalı

Murat YILDIRIM

Ekim, 2011 İZMİR

YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

MURAT YILDIRIM, tarafından PROF. DR. SÜLEYMAN KARADENİZ yönetiminde hazırlanan "PLAZMA DALDIRMA İYON İMPLANTASYON YÖNTEMİ İLE METALLERİN YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ" başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Süleyman KARADENİZ

Yönetici

). 8 N.Se. Jüri Üyesi

TOPARY

Jüri Üyesi

Dog Dr. Mustore

Prof. Dr. Mustafa SABUNCU

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans çalışmam süresince değerli fikirleriyle benden yardımını esirgemeyen, saygıdeğer hocam, tez danışmanım Prof. Dr. Sayın Süleyman KARADENİZ'e, çalışmalarımın belirli evrelerinde bana destekte ve yardımda bulunan sevgili Dr. Fatih KAHRAMAN' a, yine desteklerinden ve yardımlarından dolayı sevgili arkadaşım Özer KARADENİZ'e teşekkür ederim.

Deneylerin yapılması ve numunelerin hazırlanması sırasında göstermiş olduğu sabır, alaka, iyi niyetten, çok değerli fikirlerinden ve yaptığı yardımlardan dolayı değerli ve çok saygıdeğer hocalarım Prof. Dr. Sayın Ayhan ÇELİK'e, Doç. Dr. Sayın Mustafa TOPARLI' ya, Arş. Gör. Sayın Emine Ebru DEMİRCİ'ye, saygıdeğer ağabeyim Mak. Tek. Sayın Faik SOYSAL'a, tüm tez çalışmam boyunca bana her konuda yardımcı olan, katkıda bulunan ve desteklerini benden asla esirgemeyen çok kıymetli arkadaşlarım Araş. Gör. Sayın Gökçe Mehmet GENCER'e, Sayın Serhat ESKİ'ye ve Sayın Karl BARUCKI'ye teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Yüksek lisans eğitimim süresince varlığıyla her daim destek olan ve varlığıyla güç veren Sn. Dilek ÖZEK' e teşekkür eder ve bu desteğinin ömür boyu devam etmesini dilerim.

Tüm öğrenim hayatım süresince olduğu gibi lisansüstü öğrenimim süresincede maddi ve manevi desteklerini benden bir an olsun esirgemeyen, tecrübelerine sürekli ihtiyaç duyduğum annem ve babama ve varlığı ile bana güç veren kardeşime teşekkürlerimi sunarım.

Murat YILDIRIM

PLAZMA DALDIRMA İYON İMPLANTASYON YÖNTEMİ İLE METALLERİN YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ

ÖΖ

Modern yüzey kalitesi geliştirme yöntemlerinden biri olan plazma daldırma iyon implantasyonu, iletkenlerin üretiminden, makine parçalarının varı yüzey özelliklerinin iyileştirilmesine hatta bio-uyumlu vücut içi protez malzemelerinin geliştirilmesine kadar pek çok uygulama alanına sahiptir. Iyon implantasyonu yöntemi uygulanmış malzeme yüzeylerinde, yüksek sertlik, yorulma ve aşınma dayanımı ile korozyon direnci yüksek bir tabaka elde edilir. Yöntemde, geleneksel nitrürlemede kullanılan sıcaklıklardan (beşyüz santigradtan yüksek) daha düşük sıcaklık değerlerinde işlem yapılır. Malzemeye bağlı olarak yüksek sıcaklıklarda nitrürlenemeyen alaşımlara ikiyüz, dörtyüzelli santigrad aralığındaki sıcaklıklarda da uygulamak mümkündür. Plazma iyon implantasyon yöntemi ile malzeme yüzeyine düşük işlem sıcaklıklarında kinetik enerjili nitrürleme yapmanın yanı sıra, konvansiyonel iyon ışını teknikleriyle nitrürlenmesi mümkün olmayan üç boyutlu yüzey modifikasyonu yapılabilir.

Bu tez çalışmasında AISI beşbinyüzonbeş (onaltıMnCrbeş) ıslah çeliği sekiz, kırk kilovolt arası, yüzelli, binbeşyüz hertz arası ve on, ellibeş mikrosaniye değerleri arasında farklı parametrelerde azot (N_{iki}) gazı kullanılarak iki saat sabit süreyle Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemine tabi tutulmuştur. İşlem parametrelerine bağlı olarak elde edilen tabakaların yapıları, bu yapıların değişimine etki eden faktörler SEM ve XRD analizleri ile incelenmiştir. Ayrıca oluşan tabakaların sertlik değişimleri mikrosertlik yöntemiyle incelenmiş ve tabakaların özellikleri üzerine işlem parametrelerinin etkisi araştırılmıştır.

XRD incelemeleri sonucunda AISI beşbinyüzonbeş çeliği üzerinde epsilon-Fe_{ikiüç}N, gama-Fe_{dört}N ve sert nitrürler içeren alfa-Fe (ana malzeme piki) olmak üzere üç farklı faz tespit edilmiştir. Bileşik tabaka epsilon ve gama fazlarından, difüzyon tabakası ise alfa-Fe sert nitrür fazlarından oluşmaktadır. SEM incelemeleri ile çekilmiş beşyüz X büyütmeli fotoğraflar bu fazların oluşumunu destekler. Maksimum sıcaklığın elliiki santigrada ulaştığı, deney parametrelerinin kırk kilovolt gerilim, yüzelli hertz frekans, on mikrosaniye periyot olduğu deneyde en kalın tabaka elde edilmiştir. Yapılan mikrosertlik ölçüm sonuçlarına göre deney parametrelerinin onbeş kilovolt gerilim, binbeşyüze hertz frekans, ellibeş mikrosaniye periyot olduğu deneyde en sert tabakalar oluşmuştur ve bu deneyde ulaşılan maksimum sıcaklık üçyüzyirmidokuz nokta iki santigradtır.

Anahtar sözcükler: implantasyon, iyon, metal plazması, plazma, plazma daldırma iyon implantasyonu ve biriktirme, vakum arkı, yüzey işleme.

IMPROVEMENT OF METALS SURFACE PROPERTIES BY PLASMA IMMERSION ION IMPLANTATION

ABSTRACT

As one of the modern surface quality development methods, plasma immersion ion implantation has many application fields from semi conductor manufacturing to improving surface characteristics of machine parts and even developing bio-medical implants. In ion implanted material surfaces, a layer that has high hardness, fatigue, wear and corrosion resistance is obtained. Application of the process is directed towards providing effective treatment at lower temperatures than those normally associated with nitriding (i.e., below five hundred centrigrade). Depending on the material, "nitriding" is possible in the temperature range from two hundred to four hundred and fifty centrigrade, where it can be applied to alloys and components that cannot support higher temperatures. At low temperatures, Plasma iom implantation provides a relative simple means of ion implanting components whose shape, size or number preclude the use of conventional ion-beam techniques.

In this thesis study, AISI five thousand a hundred and fifteen (sixteen MnCr five) steel was nitrided by Plasma Immersion Ion Implantation between eight and fourty kilovolt, one hundred and fifty and fifteen hundred hertz and ten and fifty five microsecond parameters by using nitrogen (N_{two}) for two hours. Depend on the treatment conditions, structures of nitrided layers and the factors which effect the changing of structures were examined by SEM and XRD analysis. Also the hardness changings of the nitrided layers were examined by microhardness and the affect of the treatment parameters on mechanical properties of nitrided layers were researched.

As a result of XRD researches, three different phases as epsilon-Fe_{two-three}N, gamma-Fe_{four}N and alpha-Fe with hard nitrides were determined. Compaund layer contains of epsilon and gamma phases, diffusion layer contains of alpha-Fe with hard nitrides. The five hundred X zoom photoghraphes taken by SEM researches support these phases existance. The most ideal layer thickness determined at fourty kilovolt

voltage, one hundred and fifty hertz frequence, ten microsecond period and fifty two centrigrade maximum temperature parameters. As a result of microhardness tests, fifteen kilovolt voltage, fifteen hundred hertz frequence, fifty five microsecond period and tree hundred and twenty two point two centrigrade temperature values constitute the most hard layers.

Keywords: implantation, ion, metal plasma, plasma, plasma immersion ion implantation and deposition, surface treatment, vacuum arc.

İÇİNDEKİLER

Sayfa
YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU ii
TEŞEKKÜR iii
ÖZiv
ABSTRACTvi
BÖLÜM BİR – GİRİŞ1
1.1 Giriş1
BÖLÜM İKİ – PLAZMA VE PLAZMANIN ELDE EDİLMESİ4
2.1 Plazma
2.2 Plazmanın Elde Edilmesi9
2.2.1 Elektrik Boşalma Mekanizması9
2.2.2 Parlak Boşalma (Glow Discharge)10
2.2.3 Plazma Çeşitleri11
BÖLÜM ÜÇ – PLAZMA İLE YÜZEY İŞLEMLERİ12
3.1 Yüzey Mühendisliği12
3.2 Yüzey İşlemleri17

3.2.1 Plazma Nitrürleme (İyonitrürasyon)	.18
3.2.1.1 Plazma Nitrürlemenin Mekanizması	.18
3.2.1.2 Plazma Nitrürlemenin Avantajları	.19
3.2.1.3 Plazma Nitrürleme Yöntemi Ekipmanları	.21
3.2.2 İyon İmplantasyonu (İyon Aşılama)	.23
3.2.2.1 İyon İmplantasyonunun Metalurjik Etkileri	.24
3.2.2.2 İyon İmplantasyonunun Diğer Yöntemlerden Farkları	.25
3.2.2.3 İyon İmplantasyonunun Avantaj ve Dezavantajları	.27
3.2.3 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu (Plazma Daldırma İyon	
Aşılama)	.28
3.2.3.1 Geleneksel İyon İmplantasyonu İle Plazma Daldırma İyon	
İmplantasyonunun Karşılaştırılması	.34
3.2.3.2 Plazma Nitrürleme İle Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun	
Karşılaştırılması	.36
3.2.3.3 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu'nun Avantajları	.38
3.2.3.4 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun Dezavantajları	.39
3.2.3.5 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun Uygulama Alanları	.39
BÖLÜM DÖRT - DENEYSEL ÇALIŞMALAR	.42
4.1 Çalışmada Kullanılan Malzeme Özellikleri	.42

4.1.2 Kimyasal bileşimi (%Ağırlık)	43
4.1.3 Ülke Standartlarında Yaklaşık Karşılıkları	43

4.1.4 Sıcak Şekillendirme ve Isıl İşlem44
4.1.5 Kullanıldığı Yerler44
4.1.6 Fiziksel Özellikleri45
4.1.7 Mekanik Özellikleri45
4.2 Numunelerin hazırlanması
4.3 Çalışma Parametreleri
4.4 Plazma Daldırma İyon İmplantasyon İşleminin Uygulanışı
4.4.1 PIII Sisteminin Uygulanışında Dikkat Edilmesi Gerekenler
4.4.2 PIII Sisteminin Uygulanışında İzlenmesi Gereken Adımlar
4.5 Parlatma ve Dağlama İşlemleri
4.6 XRD (X – Işını Kırınımı (Difraksiyonu)) Çalışması
4.7 SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) ile İnceleme ve Tabaka Kalınlıklarının Ölçümü
4.8 Mikrosertlik Ölçümü

BÖLÜM BEŞ - DENEY SONUÇLARI VE DEĞERLENDİRME......61

5.1 XRD (X – Işını Kırınımı (Difraksiyonu)) Analizi	61
5.2 Mikroyapı ve SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi	70
5.3 Mikrosertlik Analizi	85

BÖLÜM ALTI - SONUÇLAR	91
6.1 Sonuçlar	91
REFERANSLAR	93

BÖLÜM BİR GİRİŞ

1.1 Giriş

Günümüzde insanlığın iki büyük sorunu mevcuttur. Bunlardan birincisi hammadde (doğal kaynakların tükenme sorunu), diğeri enerji sorunudur ki, her ikisi de evrende sınırlıdır. Enerji sorununu hammadde içinde görmek mümkündür. Yani hammadde varsa genelde enerji de vardır. Sonuçta sorun hammadde sorununa indirgenmektedir. Bilim dünyası hammadde sorununa çözüm olarak bulunacak yeni yöntemlerle, daha az hammaddeden daha fazla yararlanmayı önermektedir. Bu da ancak mevcut hammaddelerden yeni ve daha yararlı maddeler üretmek veya üretilen maddelerin özelliklerini iyileştirmekle mümkün olabilecektir (Epik, Sever ve Karadeniz, 2004).

Malzemelerin uygulamada, dinamik yükleri karşılayabilmek için sünek bir içyapıya, aşınma ve yorulma dayanımı için sert bir yüzeye, korozyona karşı korozyon direnci yüksek bir dış yüzeye sahip olunması gerekli durumlarda yüzey sertleştirme işlemleri uygulanır. Uygulanan bu yüzey işlemleri, yüzeyde yeni bir tabaka oluşturan ve tabaka oluşturmayan işlemler olmak üzere iki ana gruba ayrılır. Yüzeyde yeni bir tabaka oluşturan bu işlemlere ince filmler, kaplamalar veya kaynaklı üst tabakalar (sert kaplamalar) girmektedir. Yüzeyde tabaka oluşturmadan, yüzey modifikasyonu sağlayan işlemlere ise, karbon, azot ve bor gibi sertleştirici elementleri kullanarak yüzeylerin kimyasal kompozisyonunun değiştirilmesini amaçlayan difüzyon yöntemleri girer. Bir parçanın yüzeyden içeriye doğru etkili bir şekilde sertliğini artırmak için, genellikle difüzyon teknikleri tercih edilir. Difüzyon yöntemleri de kendi içinde mikroyapısal, kimyasal difüzyon ve iyon implantasyonu olmak üzere üç grupta incelenebilir. İlk iki işlem çoğunlukla demir esaslı malzemelere uygulanır. Mikroyapısal difüzyonda, malzeme yüzeyinin mikroyapısı değişirken, malzemenin iç kısımlarında herhangi bir değişim olmamaktadır. hem yüzeyin mikroyapısı hem de Kimyasal difüzyonda, kompozisyonu değişmektedir. İyon aşılamada, katı metaller üzerine iyon bombardımanı yapılarak,

katı metal içine iyon enjekte edilir (aşılanır), yani iyon implantasyonu yapılır. Pratikte çeşitli iyon implantasyon yöntemleri mevcut olup, bunların hepsinde atomlara dışarıdan enerji vererek, onları iyonize etmek suretiyle oluşturulan iyonlar elektrik ve magnetik alan kuvvetleri ile yönlendirilip, hızlandırılarak, katı metaller üzerine bombardıman edilir. Buradaki iyonizasyon işlemi genellikle plazma ortamında, plazma enerjisi sayesinde gerçekleştirilmektedir.

Malzeme yüzeyine yapılan iyon implantasyonu ve plazma nitrürleme (iyonitrürasyon) gibi yüzey işlemlerinin melezi olan plazma daldırma iyon implantasyonu da modern yüzey kalitesi geliştirme yöntemlerinden biridir. Plazma daldırma iyon implantasyonu (PIII) ile plazma özelliklerinden yararlanarak metallerin yüzey kaliteleri, özellikle aşınma dirençleri arttırılmaktadır. Bu sayede yüzeyleri aşınmaya dayanıklı, uzun ömürlü makine parçaları elde edilmektedir. Sonuçta hem malzemeden hem de maliyetten tasarruf edilerek hem ucuz hem de kaliteli mamuller elde edilmektedir. Üretimdeki hedef de zaten budur.

İyon implantasyonu, bir elementin, diğer bir malzemenin yüzey bölgelerinin içine sokulması olup, malzemenin en dış tabakalarının bileşimini ve özelliklerini değiştirmek amacıyla uygulanan bir yöntemdir. Plazma daldırma iyon implantasyonu (PIII, PI³) yöntemi ise, geleneksel doğrusal ışın-hattı implantasyonunun görüşü dışında kalan, çizgi sınırlamalarını aşmak için ve düzlemsel olmayan parçaların iyon ışın işlemleri için yüksek gerilimli darbeli doğru akım ya da saf doğru akım uygulanmasıyla hızlandırılmış iyonların plazmadan çıkartıldığı ve aşılamanın yapılabilmesi için bu iyonların uygun bir numune içine hedeflendiği bir yüzey modifikasyon tekniğidir. Literatürde, Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu (PIII veya PI³), Plazma Ortamında İyon İmplantasyonu yöntemi, Plazma Kaynak İyon İmplantasyonu (PSII), Plazma Bazlı İyon İmplantasyonu (PBII), Plazma İyon İmplantasyonu (PII) veya Plazma Daldırma İmplantasyonu (PII) ve Plazma

Plazma daldırma iyon implantasyonunda (PIII) implantasyon (aşılama) derinliği çok küçük olmasına rağmen; malzemelerin aşınma, sürünme direnci ve korozyon dirençlerinde çok büyük iyileşmeler görülmüştür. Plazma daldırma iyon implantasyonu yöntemi, yarı-iletken malzemeleri elde etmek ve işlemek için geliştirilmiş olmakla beraber günümüzde metallerin ve alaşımların yüzeylerini işlemekte kullanılmaktadır.

PIII (plazma daldırma iyon implantasyonu) için gerekli plazma, çeşitli plazma kaynakları (İndüktif bağlı RF plazma kaynakları, Kapasitif bağlı plazma kaynakları, Mikrodalga plazma kaynakları, Uzaktan gaz plazma kaynakları, Katodik ark Metal Plazma Kaynakları ve diğerleri) ile vakum çemberi içinde oluşturulur.

BÖLÜM İKİ

PLAZMA VE PLAZMANIN ELDE EDİLMESİ

2.1 Plazma

Endüstride maddenin kendine has özellikleri olan katı, sıvı, gaz ve plazma halleri (konumları) olmak üzere dört hali ile karşılaşılır ve bu dört hali kullanılır. Maddenin bu dört halinin enerji konumları ve dolayısıyla özellikleri farklıdır. Maddenin katı haline ergitme enerjisi verilirse sıvı, sıvı haline buharlaştırma enerjisi verilirse gaz, gaz haline de iyonizasyon enerjisi verilirse madde plazma haline geçer. Verilen bu enerjiler geri alınırsa madde eski hallerine sırasıyla geri döner. Bu durumu şu şekilde formüle edebiliriz (Karadeniz, 1990).



Moleküller ve atomlar maddelerin farklı enerji konumlarına tekabül eden (karşılık gelen) halleridir. Dolayısıyla bunları da birinden diğerine geçirmek mümkündür. Yani bir moleküle, toplam olarak o moleküle özgü disasyasyon enerjisi kadar bir enerji verilirse o molekül atomlarına ayrılır, verilen bu enerji geri alınırsa atomlar tekrar birleşip molekül oluştururlar. Yani olay tersinirdir (geri dönüşlüdür). Moleküllerin atomlarına ayrılmasına disasyasyon adı verilirken, atomların birleşerek molekül oluşturmasına genel anlamda rekombinasyon (tekrar kombine olma= tekrar birleşme) denir (Karadeniz, 1990).

Azot gazı örnek olarak verilecek olursa, olayın formülasyonu şu şekilde verilebilir:

$$N_2^0 + E_{disasyasyon}$$

Rekombinasyon
 $N^0 + N^0$

Buradaki sıfır üst indisleri molekül ve atomların nötral molekül ve nötral atom olduğunu belirtmektedir. Bir molekül veya bir atomda artı yük sayısı (proton sayısı) eksi yük sayısına (elektron sayısına) eşitse, o molekül veya atoma nötral molekül veya nötral atom adı verilir. Nötral atom veya moleküller dışa karşı elektriki olarak nötrdürler ve dışa karşı bir elektriki (elektrik ve manyetik) etki göstermezler (uygulamazlar).

Nötral bir atoma, dışardan o atoma özgü iyonizasyon enerjisi kadar bir enerji verilirse, o atomdan bir elektron (atomun en dışındaki elektron) atomu terk eder. Bu olaya iyonizasyon, bir elektronunu kaybetmiş atoma da iyon denir. Çünkü bir elektronunu kaybeden bir atom, içerde bir artı yük fazlasına sahip olur, yani bir pozitif yüklü hale gelir. Atoma dışarıdan enerji verilmeye devam edilip, yeterli enerji verilirse atomdan tüm elektronlar kopartılıp uzaklaştırılabilirler ve hatta daha ileri kademede atomun çekirdeği parçalanabilir. Atomdan ne kadar adet elektron çıkarılırsa (kopartılırsa), atom (yani pozitif yüklü hale gelen atom = iyon) o kadar adet fazla pozitif yükle sahip olur ve o kadar adet pozitif yüklü hale gelir.

Bir atomun çekirdeği çevresindeki her elektron, toplam olarak [mevcut iç enerjisi + dıştan (elektrona=atoma) verilen enerji] o atoma özgü sabit bir eşik enerjisi (elektronun atomdan kopma enerjisi) kadar bir enerjiye sahip olunca atomu terk eder. Ancak iyonizasyon sırasında elektronların atomu terk etmesi, en dıştan içe doğru sırayla olur. Atomun çekirdeğinden daha uzak konumda bulunan elektronlarının atomdan kopartılması, çekirdeğe daha yakın olanlara göre daha kolaydır. Yani daha dıştaki (çekirdeğe daha uzak) elektronlar dışardan (atoma) daha az enerji verilerek atomdan (daha kolay) kopartılabilirler. Dıştan verilen en az enerjiyle atomun en dışındaki (çekirdeğinden en uzaktaki) elektron, en fazla enerji ile de atomun en içindeki (çekirdeğine en yakın) elektron atomdan kopartılabilir. Bu durumu kavrayabilmek için atom çekirdeği çevresinde bulunan elektronların bulundukları konumlarda sahip oldukları iç enerjilerin (enerji konumlarının) bilinmesi gerekmektedir.

Bir atomun çekirdeği çevresinde dönen elektronlar, çekirdekten farklı uzaklıklardaki yörüngeler üzerinde bulunmaktadırlar ve bulundukları yörüngelere bağlı olarak elektronların sahip oldukları mevcut iç enerjileri farklıdır. Elektronların mevcut iç enerjileri çekirdekten uzaklaştıkça artar. Bir atomdan bir elektronun koparılabilmesi için o elektronun bulunduğu konum gereği sahip olduğu iç enerji ile dışarıdan verilecek enerjinin toplamı o atoma özgü sabit bir eşik enerjiye ulaşması gerekir. Bu nedenle atom çekirdeğine daha uzak olan elektronların iç enerjileri, çekirdeğe yakın olanlara göre daha fazla olduğundan, atomdaki her elektron için sabit olan eşik (kopma) enerjisine ulaşmak ve daha uzaktaki elektronu atomdan koparabilmek için dışarıdan daha az enerji vermek gerekmektedir ve bu nedenle bu elektronlar atomdan daha kolay koparılabilmektedirler Şekil 2.1. Bu durum Argon atomu üzerinde şu şekilde formüle edilebilir (Karadeniz, 1990).

$$Ar^{0} + E_{iAr1} \quad \longleftarrow \quad Ar^{+1} + e^{-}, \qquad E_{iAr1} = 15,76 \text{ eV}$$

$$Ar^{+1} + E_{iAr2} \quad \longleftarrow \quad Ar^{+2} + e^{-}, \qquad E_{iAr2} = 27,64 \text{ eV}$$

$$Ar^{+2} + E_{iAr3} \quad \longleftarrow \quad Ar^{+3} + e^{-}, \qquad E_{iAr3} = 49,94 \text{ eV}$$

Burada $E_{iAr1} < E_{iAr2} < E_{iAr3}$ tür ve E_{iAr1} nötral Argon atomunun en dışındaki elektronu atomdan koparmak için dışarıdan verilmesi gereken enerji olup, bu enerji argonun iyonizasyon enerjisi olarak adlandırılır.

Atomun en dışındaki elektronun atomdan çıkarılması, atomun daha içerideki elektronlarının çıkarılmasına göre dışarıdan atoma daha az enerji verilerek gerçekleştirilebilir. Genel anlamda ifade edilecek olursa, atomun daha dışındaki elektronlar daha içindekilere göre dışarıdan atoma daha az enerji verilerek çıkarılabilir. Bir atoma (elektrona) dışarıdan verilen enerji, o elektronu atomdan koparmaya yetmeyecek bir enerji ise, elektronlar atomu terk etmez, bir veya birkaç elektron bir iç yörüngeden (bir alt enerji seviyesinden) bir üst yörüngeye(bir üst enerji seviyesine) sıçrarlar. Bu durumdaki atoma uyarılmış atom denir. Uyarılmış

atoma uyarılma için dışarıdan verilmiş olan enerji atomdan geri alınırsa elektronlar tekrar eski alt yörüngelerine (alt enerji konumlarına) geri dönerler (Karadeniz, 1990).



Şekil 2.1 Bir elektronun atom çevresindeki bulunduğu yörüngedeki enerji seviyesi ve elektronun atomdan koparılması için dışarıdan verilmesi gerekli enerji (Karadeniz, 2008).

Maddenin dört halinden en yüksek enerjili konumu plazma halidir. Bir atoma iyonizasyon enerjisinden daha büyük bir enerji verilirse atom iyonize olur. Bu işlem eğer gaz kütlesi için gerçekleştirilirse plazma elde edilmiş olur. Plazma yapı (içerik) olarak bir karışımdır ve bu karışım içerisinde elektron, iyon, uyarılmış atom, nötral atom veya molekül ve fotonlar bulunur. Maddenin tüm hallerinde olduğu gibi, plazma halinin de kendine has özellikleri vardır (Mierdel, G. 1972).

a. Plazma dış ortama karşı elektriki olarak nötrdür. Yani plazma içerisindeki pozitif yüklerin sayısı, negatif yüklerin sayısına eşittir.
b. Plazma içerisinde disasyasyon, iyonizasyon ve bu olayların tersi olan kombinasyon olayları sürekli meydana gelir. Bu olaylar kendi aralarında plazma içerisinde bir dinamik denge halinde bulunurlar.

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

d. Plazmaya dışardan bir etki olmazsa, silindirsimetrik bir yapıya sahip olur. Buradaki silindir simetrisini sağlayan katoddan çıkıp anoda kadar kendini idame ettiren ve plazmayı çepeçevre saran plazma akışıdır.

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

f. Plazmaya elektrik ve manyetik alanla etki edilebilir. Elektrik ve manyetik alan içerisindeki bir yüklü parçacığa etkiyen kuvvet

 $\overline{F} = q.\overline{E} + q.(\overline{V}X\overline{B})$ olarak verilir.

Burada q. \overline{E} elektrik alanının yüklü parçacığa etki ettirdiği kuvvet olup, bu kuvvet, yüklü parçacıkları anod-katod arasında hareket ettiren kuvvettir. Bu kuvvet yüklü parçacık transportu olan elektrik akımını oluşturan (akıtan) kuvvet olup, \overline{E} alanının pozitif yüklü parçacığa (iyona) etki ettirdiği kuvvet $\overline{F} = +e.\overline{E}$ olup \overline{E} alanı yönünde, negatif yüklü parçacığa (elektron) etki ettirdiği kuvvet $\overline{F} = -q.\overline{E}$ dir ve \overline{E} alanı yönünün tersi yöndedir. \overline{E} alanının yönü pozitif kutuptan negatif kutba doğrudur Şekil 2.2, e ise bir elektronun yükü olan elementer yüktür.

 $q.(\overline{VXB})$ ise, \overline{B} indüksiyonuna sahip bir manyetik alan içerisindeki \overline{V} hızına sahip bir q yüküne etkiyen kuvvet olup, bu, Lorentz kuvveti olarak bilinir. Lorentz Kuvveti, daima hız yönüne diktir. Bu nedenle elektrik alanının aksine magnetik alan yüklü parçacığın enerjisine etki etmez. Sadece yüklü parçacığın hızının yönünü değiştirir. Hızın büyüklüğüne bir etkisi olmaz. Magnetik alanın iyona (+e yüküne) etki ettirdiği Lorentz kuvveti (F_i), elektrona (-e yüküne) etki ettirdiği kuvvetin (F_{el}) ters yönündedir. Elektrik alanı ve magnetik alan elektrik yüklü parçacıklara kuvvet etki ettirmektedir. Plazma da elektrik yüklü parçacıklardan oluştuğuna göre, plazmayı oluşturan yüklü parçacıklara etki etmek plazmanın kendisine etki etmek demektir. Bu nedenle plazmaya dışardan (yabancı) elektrik ve magnetik alan etki ettirilerek, plazma istenilen şekle sokulabilir.



Şekil 2.2 İki iletken plaka arasındaki elektrik alanı (Karadeniz, 1990).

Maddenin plazma haline geçiş için gerekli olan enerjiyi gaz kütlesine mekanik, 1sı, 1şın, magnetik ve elektrik enerjisi şeklinde vermek mümkündür. Pratikte en çok kullanılan ve önemli olan elektrik enerjisi ile elde edilen plazmadır. Burada gaz kütlesine enerji bir elektrik boşalması aracılığı ile verilir. Bu nedenle plazmanın mekanizmasını kavrayabilmek için, bir elektrik boşalmasının mekanizmasını bilmek gerekir.

2.2 Plazmanın Elde Edilmesi

2.2.1 Elektrik Boşalma Mekanizması

Bir elektrik gerilim kaynağı gaz içinde bulunan iki iletken plaka arasına bağlanırsa, belirli şartlar gerçekleştirildiği takdirde, tatbik edilen gerilim plakalar arasındaki gazın delinme geriliminin üzerinde ise, bu iki plaka arasında bir elektrik boşalması olur ve bu iki iletken plaka arasında bir elektrik akımı akar. Burada akan akımın büyüklüğüne göre ortaya çıkan elektrik boşalması sistemleri sınıflandırılmıştır. Eğer akımın şiddeti 10 amperden büyük ise elde edilen sistem elektrik arkı adını alır.

Elektrik boşalmaları akım ve gerilimlerine, dolayısıyla özelliklerine bağlı olarak çeşitlere ayrılır. Tüm elektrik boşalmaları bölgeleri akım-gerilim karakteristiğine bağlı olarak Şekil 2.3'de görülmekte olup, iyon implantasyonu, iyonitrürasyon ve plazma daldırma iyon implantasyonu (PIII veya PI³) sistemleri için kullanılan boşalma şekli parlak (ışıklı) boşalma bölgesinin üst normal (instabil) boşalma şeklidir (Epik v.d., 2004).



Şekil 2.3 Tüm gaz boşalmaları bölgelerinin akım-gerilim karakteristiği (Karadeniz, 1990).

2.2.2 Parlak Boşalma (Glow Discharge)

Yüzey mühendisliği uygulamalarında parlak boşalma bir doğru akım kaynağından veya bir alternatif akım kaynağından oluşturulmaktadır. Yüzey sertleştirme işlemlerinde yalnız doğru akım parlak boşalması yaygın olarak kullanılmaktadır. Bir parlak boşalma plazması, iki elektrod arasına birkaç yüz voltluk potansiyel farkı uygulanmasıyla 10 mbar kadar düşük bir basınçta oluşturulabilir. İlave edilen gaz, meydana gelen elektrik alanı içerisinde iyonlaşır ve glow discharge ile beraber bir parlama olayı görülür. Bu bölge Şekil 2.3'de eğrinin üst normal elektrik boşalması

bölgesi olarak gösterilen instabil plazma bölgesidir. Nüfuziyetin yüksek olması ve işlemin kısa sürede yapılabilmesi için eğrinin F noktasına yakın çalışmak gerekir. Fakat plazma bu nokta civarında instabil olduğundan sık sık ark teşekkül edebilir. Ark oluşumu malzemenin yüzeyini bozar. Bu nedenle ark olaylarını önlemek ve stabilitenin temin edilebilmesi amacıyla güç kaynağında çeşitli kontrol sistemleri kullanmak gereklidir. Bu kontrol sistemleri; çıkış gerilimini, akımını, gerilim artış hızını, akım artış hızını ve sıcaklığı kontrol altında tutarlar. Bu ayar olanakları sayesinde nitrürlenen tabaka kalınlığı ve yapısı istenen en iyi sonucu verecek şekilde değiştirilebilir.

2.2.3 Plazma Çeşitleri

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

- a. Düşük basınç plazmaları P<1,3.10² Pa
- b. Orta basınç plazmaları 1,3.10² < P<1,33.10⁴ Pa
- c. Yüksek basınç plazmaları P>1,33.10⁴ Pa

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

Basıncı 1 bar'dan küçük olan plazmaları, pozitif iyonlar, nötral atomlar ve elektronların oluşturduğu üç gazdan meydana gelmiş olarak düşünebiliriz. Bu durumda nötral atomlarla iyonların sıcaklığı, elektronların sıcaklığından küçüktür. Bu durumdaki plazmada termik denge yoktur. Plazmanın basıncı atmosfer basıncına yaklaştırılırsa, plazmanın sıcaklığı artar ve elektronların sıcaklığına yaklaşır. Eğer elektronların sıcaklığı, plazma sıcaklığına eşit ise plazmada termik denge vardır. Yüksek basınç plazmalarında termik denge vardır (Karadeniz, 1990).

BÖLÜM ÜÇ

PLAZMA İLE YÜZEY İŞLEMLERİ

3.1 Yüzey Mühendisliği

Yüzey mühendisliği, fonksiyonlarını ve çalışma ömrünü arttırmak için mühendislik malzemelerinin özelliklerini uygun hale getirmeyi amaçlayan disiplinler arası mühendislik faaliyetidir. Bir başka deyişle yüzey mühendisliği, kalite, performans, ömür ve maliyet açısından mühendislik ürünleri farklılaşmasının en önemli uygulamalarından biridir. Yüzey mühendisliğinin bu başarılı uygulaması, tasarım aşamasında bütünleşmiş karma bir bilgiye ihtiyaç duyar, yani tasarım ve yüzey mühendisleri arasındaki işbirliğini kapsar (Bell, 2000).



Şekil 3.1 Yüzey mühendisliği yol haritası: disiplinler arası teknoloji (Bell, 2000).

Yüzey mühendisliğindeki amaç, en uygun maliyetli yöntemde özel uygulamalar için tasarlanmış optimum yüzey özelliği elde etmek için uygun teknolojileri kullanmaktır. Yüzey mühendisliği bu sebeple köprü gibi davranma özelliğine sahiptir. Teknolojiyi ve belirli bir alandaki spesifik bilgileri normalde bunlardan yararlanamayacak son kullanıcı sektörlere transfer eder. Tasarım, özellikler, yüzey mühendisliği teknolojileri ve endüstriyel sektörler arasındaki etkileşim yol haritası kullanılarak özetlenmiştir Şekil 3.1

<u>Fonksiyon</u>		<u>Görünüş</u>	Boyut Düzenlemesi
		* Boyamalar	* Kaplama
		* Anodlama	* Sert kaplama
		* Sert kaplama	* Aşınma kaplamaları
		* Siyah oksit	* Takviye bağlayıcılar
		* Kaplamalar	* Termal püskürtme
		* PVD	
		metaller/bileşikler	
		* Fosfatlama	
Korozy	on Kontrolü	Aşınma Direnci	Diğerleri
Kaplama	lar	* Kaplamalar	* Kaplamalar-RF kontrol
Sert kapl	ama	* Sert kaplama	* PVD-katkılama
İyon imp	lantasyonu	* Difüzyon işlemleri	* Alaşımlandırma-lazer
Nitrürasy	von	* Lazer/Elektron ışını	* Amorf yapı-lazer
Dönüşüm	ılü kaplamalar	sırlama	
Termal p	üskürtme	* İyon implantasyonu	
Boyamal	ar		RF: Radyo Frekansı

*

*

*

*

*

*

Şekil 3.2 Yüzey mühendisliği işlemlerinin kullanılma sebepleri (Budinski, 1999).

Yüzey mühendisliğinde ilk adım amacı belirlemektir. "Bir malzemenin yüzeyine ne amaçla özel işlem uygulanıyor?" sorusuna cevap aramaktır. Şekil 3.2'de bir mühendislik malzemesinin yüzeyine uygulanan işlemler gösterilmektedir. Bir mühendislik malzemesinin yüzeyini geliştirmek, performansını ve kalitesini arttırmak için yüzey işlemi uygulanmasının en genel sebepleri ise;

- Korozyon direncini arttırmak,

- Sürtünme ve aşınmayı kontrol altına almak,

- Ölçüleri değiştirmek (boyutları düzenlemek),

- Fiziksel özellikleri (renk, iletkenlik, yansıma vs.) değiştirmek veya görünümü geliştirmek,

- Maliyeti azaltmak ve diğer amaçlardır.

Bir sonraki aşama ise uygulanacak olan kaplama ya da iyileştirmenin, boyutları değiştirip değiştirmeyeceğinin kararıdır. Kaplamalar, PVD ve CVD biriktirmeler, sert kaplamalar, boyamalar ve diğer yüzey işlemlerinin tümü yüzeye kalınlık kazandıran işlemlerdir. İyon aşılama, difüzyon işlemleri, lazer sırlama vb. gibi işlemler ise orijinal yüzeye herhangi bir malzemenin eklenmediği işlemlerdir. Bu işlemlerde orijinal yüzeyin altında malzeme değiştirilmiştir. Eğer amaç aşınmış bir malzemeyi onarmak ise seçilecek olan işlem, malzemeye boyut kazandıran bir işlem olmalıdır. Bu işlem için termal püskürtme, sert kaplama ve çeşitli kaplamalar düşünülebilir. Eğer aşınma 250 µm'den az ise kaplama ya da termal püskürtme, fazla ise sert kaplama ve tel püskürtme seçilmelidir. Boyutların düzenlenmesi için kalın kaplamaların kullanılmasında dikkat edilecek bir husus: kalın kaplamaların maliyeti arttıran ve temizlenmesi zor büyük partikülleri (nodülleri) oluşturduğudur. Bu partiküller, kaplamalar 250 µm'nin üzerine çıktıktan sonra sorun haline gelmeye başlarlar.

Eğer yüzey mühendisliği işleminin amacı iyi bir görünüm ise, dekoratif kaplamalar, PVD kaplamalar, siyah oksit, boyamalar ve diğerleri bu uygulamaya aday işlemlerdir.

Çoğu kaplama atmosferik korozyona karşı dirençlidir. Endüstriyel bir ortamda, çeliğin korozyonu bağıl nem %20'nin üzerinde olmadığı sürece gerçekleşmeyecektir. Çoğu fabrikada nem miktarı bu değerin önemli ölçüde üzerinde olduğu için, eğer korozyon makina elemanlarının işleyişine olumsuz etkiyebiliyorsa, bu parçalar korozyon korumasına ihtiyaç duyarlar. Açık havada çalışma için, koruyucu kaplamaların gerekliliği açıktır. Atmosfer korozyonu koruması için en önemli kaplamalar kadmiyum, krom, çinko, elektriksiz nikel, anodlama, siyah oksit, kromlama ve fosfatlama kaplamalarıdır. Kadmiyum ve çinko her ikisi de demir esaslı malzemeler için koruma olarak kullanılır. Çizikler ve bozukluklar kaplamanın anodik davranışı ile paslanmadan korunur. Eşit kalınlıklar ve kıyaslanabilir çevreler için, bu iki kaplamanın korozyon karakteristikleri yaklaşık aynıdır. Çinko endüstriyel ortamlar için biraz daha iyi olabilir ve kadmiyum sahil ortamlarında çinkodan daha iyi olabilir.

Kaplamaların en önemli uygulamalarından biri de hiç şüphesiz kayar sistemlerdeki aşınmayı azaltmaktır. Ömürlerini arttırmak için kesici takımlar üzerindeki kaplamalar yaygın hale gelmektedir. Çoğu el takımları abrazyonu azaltmak için kaplanmaktadır. Yüksek performanslı otomobil motorlarında motor silindirleri ve krank mili muylu çıkıntıları kaplanır. Aşınmayı azaltmak için yüzey mühendisliği işlemlerinin uygulamaları çok ve çeşitlidir.

Amaç, yüzeyin dayanıklılığını parça boyutlarını değiştirmeden geliştirmek olduğunda difüzyon işlemleri genellikle tercih edilen yüzey işlemleridir. Nitrürleme nitrür çeliğinin yüzeyini 70 HRC yapabilir. Karbürleme, uygun çeliklerde, 62 HRC'ye kadar yüzey sertliği oluşturabilir ve özel vanadyum ve titanyum karbür difüzyon işlemleri 20.000 Mpa'dan fazla yüzey sertlikleri üretebilirler (sementit, yani demir karbürden sert). Neden bu işlemler arttırılmış aşınma direncine ihtiyaç duyan tüm yüzeyler için kullanılmıyor? Tüm yüzey mühendisliği işlemleri gibi bu işlemler için de önemli olan tasarım hususu uygulama sıcaklığıdır. Şekil 3.3'te gösterildiği üzere difüzyon işlemleri için 870-1100 °C aralığında işlem sıcaklıkları gereklidir. Bu sıcaklık aralığı çoğu çeliğin rekristalazisyon sıcaklığı ve gerilim giderme sıcaklığının üzerindedir. Bu durum, işlemin malzemede çarpılmaya (distorsiyona) neden olabileceği anlamına gelmektedir.

Eğer yüzey mühendisliği işlemi numuneyi malzemenin gerilim giderme sıcaklığına yakın ya da üzerinde bir sıcaklığa ısıtılmasına ihtiyaç duyarsa parçanın çarpılma olasılığı bulunmaktadır. Bu durum bazı plastikler için 65 °C, bazı

alüminyum alaşımları için 150 °C civarında, bakır alaşımları için yaklaşık 260 °C ve çoğu çelik için 650 °C civarı anlamına gelmektedir.

Seçme işlemi özetlenecek olursa, tasarımcı yüzey işleminin amacı hakkında karar vermek zorundadır. Yüzey işleminin tolare edilip edilemeyeceği, hangi özelliklerin gerekli olduğu ve hangi işlem sıcaklığının uygun olabileceği gibi hususlar belirlenmelidir. Belirli bir parçanın belirli bir işleme uygun olduğunun kararı da aynı zamanda tasarımcının sorumluluğudur. Kaplamalar çoğu metale uygulanabilir ancak titanyum gibi bazı metallerin kaplanması zordur. PVD kaplamalar işlem sıcaklığına dayanabilen her hangi bir malzemeye uygulanabilir. Aynı durum termal püskürtme içinde geçerlidir. Sert tabakalar çoğu metal için uygundur fakat katı çözünürlülük hususlarının dikkate alınması şarttır. Difüzyon işlemleri demir esaslı malzemelere uygulanır. Önemli nokta, tartışılan işlemin seçilen malzemeye uygulanabileceği, yani ona uygun olup olmadığıdır (Budinski, 1999).



Şekil 3.3 Çeşitli yüzey mühendisliği işlemlerindeki işlem sıcaklıkları (Budinski, 1999).

Şekil 3.4'te yaygın bir şekilde kullanılan kaplama ve yüzey işlem teknikleri görülmektedir.



Şekil 3.4 Kaplama ve yüzey işlem tekniklerinin sınıflandırılması (Karakan, 1998).

3.2 Yüzey İşlemleri

Tez kapsamında plazma ile yüzey sertleştirme işlemlerinden plazma ile borlama, plazma ile nitrokarbürlerme, plazma ile karbürleme ve plazma ile nitrürleme gibi

başlıca yüzey modifikasyonu yöntemlerinden plazma ile nitrürleme ile yüzey sertleştirme işlemi üzerinde durulmuştur.

3.2.1 Plazma Nitrürleme (İyonitrürasyon)

3.2.1.1 Plazma Nitrürlemenin Mekanizması

Plazma nitrürlemenin mekanizması ile ilgili henüz kesin bir model mevcut değildir. Ancak plazma nitrürleme olayını en iyi açıklayan modellerin başında Edenhofer'in modeli gelmektedir (Edenhofer, 1974). Bu modele göre anod-katod arasına tatbik edilen gerilim(u) nedeni ile anod-katod (iş parçası) arasında (l uzunluğunda) oluşan elektrik alan şiddetinin ($E = \frac{u}{l}$) plazma içindeki elektrik yüklü parçacıklara (q) etki ettirdiği kuvvet ($\overline{F} = q.\overline{E}$) sonucu hızlanan yüklü parçacıklar, özellikle katod (iş parçası) çevresinde çarpışma ile gaz atomlarını (N ve H) iyonize ederler. Bu sayede oluşan azot ve hidrojen iyonları da mevcut elektrik alanı etkisiyle gidip metal (iş parçası) yüzeyine çarparlar.



Şekil 3.5 Plazma nitrürleme işlemi süresince yüzey reaksiyonları (Karadeniz, 1990).

Anormal boşalma şeklinde, anod-katod arasına tatbik edilen gerilimin anod-katod arasındaki dağılımı lineer olmayıp, gerilim düşümünün hemen hemen tamamı katodun (iş parçası) birkaç mm çevresinde (önünde) gerçekleştiğinden bütün çarpışma ve iyonizasyonun tamamına yakını bu bölgede gerçekleşir Şekil 3.5 Bu olay iş parçasının tüm dış yüzeyine yayılır ve sonuçta iş parçasının dış yüzeyi ne şekilde (delikli, düz, karmaşık, pürüzlü v.s.) olursa olsun iş parçasının tüm dış yüzeyine bombardımanı, dolayısıyla iş parçası yüzeyinde homojen bir sertlik ve sertlik derinliği elde edilir.

Metal yüzeyine iyon bombardımanı sonucunda üç olay gerçekleşir (Karadeniz, 1990).

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

b) Isınma: Yüzeye çarpan iyonların kinetik enerjilerinin bir kısmı ısı enerjisine dönüşür ve bir kısmını iş parçasının içine doğru nüfuz ettirir. Bu ısı enerjisi parçanın istenilen sıcaklığa kadar ısınmasını sağlar.

c) Birikme: Yüzeye çarpan iyonların bir kısmı iş parçasına yayınırken, bir kısmı saçılma olayını sağlar. Saçılan demir atomları ile yüksek enerjili azot atomları yüzey civarında FeN şeklinde birleşip metal yüzeyinde birikebilirler. FeN bileşikleri sıcak metal yüzeyinde kararsızdır, bundan dolayı kararlı diğer nitrürlere dönüşürler (Fe₂₋₃N, Fe₄N). Dönüşme sırasında serbest kalan azot atomları metal içine veya yüzeye yayılır veya plazmaya döner.

3.2.1.2 Plazma Nitrürlemenin Avantajları

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

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

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

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

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

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

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

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

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

9) Yüzey sertleştirme işlemi istenmeyen yerleri maskeleme kolaylığı vardır.

10) Otomasyona uygundur.

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

3.2.1.3 Plazma Nitrürleme Yöntemi Ekipmanları

Genel olarak plazma nitrürleme düzeneği vakum kabı, vakum pompası, azot ve hidrojen gazı vericileri (tüpler) ve ayar sistemleri ile yüksek gerilim çıkışına sahip doğru akım kaynağından oluşmuştur. Plazma nitrürleme sistemi elemanları Şekil 3.6'da görülmektedir.



Şekil 3.6 Plazma nitrürleme sistemi şematik resmi.

- Vakum pompası: Plazma nitrürleme düzeneğinin temel elemanlarından birisi olan vakum pompası istenen vakumu kısa bir sürede sağlayacak şekilde seçilir. Vakum pompaları 1,013 - 1,013 \cdot 10⁻³ bar (760-1 Torr) kaba vakum, 1,013 \cdot 10⁻³ – 1,013 \cdot 10⁻⁶ bar (1 - 10⁻³ Torr) ince vakum, 1,013 \cdot 10⁻⁶ – 1,013 \cdot 10⁻⁹ bar (10⁻³ - 10⁻⁶ Torr) yüksek vakum ve 1,013 \cdot 10⁻⁹ - 1,013 \cdot 10⁻¹⁶ bar (10⁻⁶ - 10⁻¹³ Torr) çok yüksek (ultra) vakum olarak tanımlanır (Bengisu, 1983).

- Vakum kabı: Vakum kabı, içerisine işlevi olan elemanları alabilecek minimum büyüklükte olmalıdır. Bunun nedeni, vakuma alınacak hacmin mümkün olduğunca küçük tutulmasıdır. Vakum kabı, birbirleriyle sızdırmazlık elemanıyla birleştirilen biri sabit, diğeri hareketli (hareketli kısım fanustur) iki temel kısımdan ibarettir. Hareketli kısım işlem esnasındaki olayları izleyebilmek için vakuma dayanıklı camdan olabileceği gibi, üzerine cam pencere takılmış metal bir silindir de olabilir. Bu durumda, fanus anod (+ uç) olarak kullanılabilir. Vakum kabının en önemli elemanı sabit kısım olan ve üzerine bağlantıların yapıldığı kısımdır. Bu sabit kısım tabla olarak adlandırılır. Tabla, paslanmayı önlemek açısından paslanmaz çelikten imal edilebileceği gibi karbonlu çelikten de olabilir. Bir tabla üzerinde şu elemanlar bulunmalıdır.

- * Vakum girişi
- * Elektriki bağlantılar
- * Gaz girişleri ve hava girişi
- * Basınç ölçme bağlantısı
- * Sıcaklık ölçme bağlantısı

Sistemde istenilen vakum değerine ulaşılması sistemi oluşturan elemanların birbirlerine bağlantılarının sızdırmaz olması ile mümkündür.

Vakum girişi, pompa ile vakum kabını birleştiren bir borudan ibarettir. Azot, hidrojen ve hava girişleri tablaya tek bir bağlantıyla yapılmış ve gaz karışımı daha önceden sağlanarak vakuma verilmiştir. Gaz girişlerinin vakum girişinden gazların kısadevre şeklinde görevini yapmadan atılmaması için mümkün olduğunca uzak tutulması gerekir. Parlak boşalmanın iş parçası ile anod olarak kullanılan çubuğun ucu arasında oluşmasını sağlamak için anod ve katodun kap içerisindeki kısımlarının (gövdelerinin) üzeri seramik ile izole edilmelidir. Kullanılan seramik malzeme mevcut sıcaktan etkilenmemektedir.

- Güç kaynağı: Plazma nitrürleme düzeneğinin sağlıklı çalışmasını sağlayan en önemli kısımlardan birisidir. Yüzey mühendisliğinde doğru akım güç kaynakları kullanılmaktadır, fakat günümüzde darbeli doğru akım (pulsed DC) veren güç kaynakları da kullanılmaktadır.

- Gaz vericileri: Plazma nitrürlemede kullanılan gazlar N_2+H_2 , N_2+H_2+Ar karışımları olabildiği gibi, amaca göre bunlara hidrokarbon gazı ilave edilmiş

karışımlarda kullanılabilir. Azot gazı nitrürlemeyi sağlarken, hidrojen gazı da azottan daha düşük disasyasyon ve iyonizasyon enerjisine sahip olduğundan dolayı parlak boşalma olayını başlatabilmek ve malzeme yüzeyinin temizlenmesi açısından gereklidir.

3.2.2 İyon İmplantasyonu (İyon Aşılama)

İyon implantasyonu bir elementin iyonize edilmiş atomlarının, diğer malzemenin yüzeysel bölgelerinin içine sokulması olup, malzemenin en dış tabakalarının bileşimi ve özelliklerini değiştirmek amacıyla uygulanan bir yöntemdir. İyon implantasyonu, seçilmiş atomların iyonize olmuş partiküllerinin katıların yüzey tabakasına girmesi ile yakın-yüzey bölgelerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin değiştirilmesi esasına dayanır.

Çeşitli amaçlara yönelik, çeşitli iyon implantasyon yöntemleri mevcuttur. Bunlar içerisinde yüzey ıslahında pratik değeri olan ve uygulama alanı bulan tek yöntem ışıklı boşalma bölgesinin üst normal (instabil) boşalma bölümü içinde oluşan plazma ortamında yapılan iyon implantasyonudur.

Günümüzde, iyon implantasyonu malzemelerin mekanik ve kimyasal özelliklerinin iyileştirilmesinde güçlü bir metot olarak tanımlanmaktadır. Bir veya birden fazla elementin atomları iyon haline (pozitif yüklü atomlar) getirilerek ortamında (havası alınmış, çok düşük basınçlı ortamda) yüksek gerilim altında (10.000 ile 150.000 Volt) hızlandırılarak bir malzeme yüzeyine büyük kinetik enerjilerle bombardıman edilerek yüzeyden içeri doğru (0.1- 3 mikron) derinliğe nüfuz ettirilir.

Pratikte çeşitli iyon implantasyon yöntemleri mevcut olup, bunların hepsinde atomlara dışardan enerji vererek, onları iyonize etmek suretiyle oluşturulan iyonlar elektrik ve magnetik alan kuvvetleri ile yönlendirilip, hızlandırılarak, katı metaller üzerine bombardıman edilir. Buradaki iyonizasyon işlemi genellikle plazma ortamında, plazma enerjisi sayesinde gerçekleştirilmekte ve metale çarpan iyonların meydana getirdiği atomik yer değişim, kafes hasarına yol açmaktadır. İyon implantasyonu malzeme yüzeyinde basma gerilimleri oluşturur. Bu gerilimler var olan çatlakları kapatır ve yeni çatlak oluşumunu engeller.



Şekil 3.7 İyon implantasyonu sisteminin şematik şekli.

Gelen iyonun malzemede oluşturacağı yeni yüzey, işlem sırasında iyonlarla gelen enerjinin miktarına büyük oranda bağlıdır. Her bir etki, farklı enerji aralığında oluşur. Nüfuz eden iyonlar yüzey malzemesiyle etkileşerek, yakın yüzey bölgesinin bileşim ve yapısının değişimine neden olur. Gelen iyonlarca oluşturulan çarpışma şelalesi, atomların kafes konumlarının değişmesine neden olurlar.

İyon implantasyon işlemi kaplama işleminden farklıdır, meydana getirilen tabaka malzemenin iç kısımlarında difüzyonla tabaka oluşturma esasına dayanmaktadır.

3.2.2.1 İyon İmplantasyonunun Metalurjik Etkileri

Şekil 3.8'de şematik olarak görüldüğü gibi, bir elementin iyonu aynı cinsten veya farklı cinsten bir malzemenin yüzeyine çarptığında şu olaylar olabilir;

-İyon geriye yansıyabilir, bu sırada muhtemelen nötrleşebilir,
-İyonun çarpması ile numuneden elektron firlayabilir (ikincil emisyon),

-İyonun çarpması, numune atomlarının kendi aralarında çarpışarak yüzeyden dışarı bir atom fırlamasına neden olabilir (iyon emisyon),

-İyon numune içine girebilir (iyon aşılama),

-İyon çarpması numunenin yapısal düzenlenmelerine neden olabilir. Bunlar; boşluk oluşumu, atomların yerinden oynaması ve kafes kusurları oluşumu şeklinde sıralanabilir.



Şekil 3.8 Metal yüzeye çarpan yüksek enerjili iyonun davranışı.

İmplante edilmiş malzemedeki değişmeler;

-İmplante edilmiş iyonlar dislokasyonlar gibi yapı hatalarıyla etkileşerek bunların hareketeni zorlaştırır ve önler,

-Yüzeye yakın bölgeye zorla enjekte edilen atomlar kalıcı basma gerilmeleri oluşturur. Bu da, yüzey çatlaklarının aşınma koşullarında açılma eğilimini azaltır,

-İşlem esnasında azot iyonlarının krom ve vanadyum gibi alaşım elementleriyle birleşmesi sonucu yüksek sertliğe sahip nitrürler oluştururlar,

-İyon implantasyonu metallerin en üst yüzey bölgelerinin kimyasal afinitelerini azaltır, normal oksit gelişmesini teşvik eder, şeklinde sıralanabilir.

3.2.2.2 İyon İmplantasyonunun Diğer Yöntemlerden Farkları

İyon implantasyonu ile alaşım oluşumunu, nitrürasyon ve geleneksel ermokimyasal işlemlerden ayıran çeşitli özellikler mevcuttur. Bu özellikler şöyle sıralanabilir;

-Yüksek enerjiye sahip (> 10 keV) iyon implantasyonu bileşiminde termodinamik bir sınırlama olmadan yüzeye yakın bir bölgede özel bir atomik karışım oluşturur.

-Elde edilen derinlik ve yoğunluk profilleri, iyon akışı ve kinetik enerjinin optimize edilmesi ile kontrol edilebilir.

-Çarpan iyonlarının neden olduğu atomik yer değişimi ve atomik taşınımını teşvik eden büyük kafes hasarları ortaya çıkabilir.

-İşlem, kafes yapısı içinden önemli derecede atom çıkarma işlemidir.

-İyon implantasyonu atermal (ısıl olmayan) bir prosestir.

-İyon implantasyon işleminin en önemli özelliği malzeme sınırlaması olmamasıdır, tüm metalik malzemelere uygulanabilir olmasıdır.



Şekil 3.9 Enerjilerine göre iyon bombardımanı etkileri.

3.2.2.3 İyon İmplantasyonunun Avantaj ve Dezavantajları

İyon aşılama işleminin avantajlarını şu şekilde belirtmek mümkündür;

-Hemen hemen her elementin malzeme içerisine aşılanması mümkündür.

-Malzeme sınırlaması yoktur, tüm metalik malzemelere uygundur.

-Herhangi bir termodinamik sınırlama olmadığından, difüzyon için yüksek sıcaklıklara ve kimyasal reaksiyonlara ihtiyaç yoktur.

-İşlem sıcaklığı düşük olduğundan (150 °C' nin altında) malzemede herhangi bir çarpılma ve kırılganlık meydana gelmez.

-Son yapılan işlemdir, yüzeylerin parlaklığı işlem sırasında bozulmadığından tekrar parlatma gerektirmez.

-İyon aşılama bir kaplama yöntemi olmadığından yapışma, sıyrılma, dökülme gibi problemleri yoktur.

-Malzeme boyutlarında herhangi bir değişiklik meydana getirmediğinden, hassas toleranslara sahip parçalara uygulanabilir.

-Malzeme boyutunda büyüme ve yüzeyde aşınma işlemleri yoktur.

-İşlem vakum altında uygulandığından, malzemenin oksitlenme tehlikesi yoktur.

-Vakum işlemi temizdir, çevreye karşı zararlı değildir.

-Bu yöntemle katı çözünebilirlik sınırı aşılabilir.

-Difüzyon tabakası yüzeyi ve iyon türlerine göre değişkendir.

-Alaşımlama difüzyon sabitinden bağımsızdır.

-Keskin ara yüzey olmaması nedeniyle adhezyon sorunu yoktur.

-Otomasyona elverişli olduğundan yüksek kontrol özelliği vardır.

-İşletme maliyeti düşüktür.

İyon aşılama işleminin dezavantajlarını şu şekilde belirtmek mümkündür;

-Yöntem bir vakum sistemi gerektirir.

-İyon aşılama sisteminin ilk kurulum maliyeti oldukça yüksektir.

-İyon aşılama oldukça sığ bir bölgede gerçekleşir.

-İşlem ışık hattı boyunca doğrusal gerçekleştiğinden karmaşık geometrili parçaların aşılanması mümkün değildir. Bu nedenle sadece görünen düzlemsel ışına dik yüzeyler işlem görebilir. Bu problemin giderilmesine yönelik çalışmalar plazma ortamında iyon aşılama (PIII) tekniğinin gelişmesini sağlamıştır.

3.2.3 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu (Plazma Daldırma İyon Aşılama)

Plazma daldırma iyon implantasyonu (PIII veya PI³) yöntemi, yüksek enerjiye sahip iyonların yüzeye bombardımanı ile iyi bir yüzey modifikasyonu sağlar. PIII yüksek enerjili iyon destekli biriktirmede de (deposition) kullanılmaktadır. PIII tekniği üzerine çalışmalar ilk olarak metal yüzeylerin paslanma ve aşınmaya karsı dayanıklılıklarının arttırılması ve iletkenlerin elektriksel iletkenliklerinin arttırılması ile başlamıştır. PIII yönteminin en önemli avantajı karmaşık geometrili parçaların yüzeylerinin iyileştirilebilmesidir. PIII, iyon implantasyonu ile plazma nitrürleme yöntemlerinin karma bir tekniği olarak ortaya çıkmıştır. PIII tekniği, iyon implantasyonu yönteminin çok sığ işlem tabakası oluşturması, karmaşık parçalarda işlemin uygulanmasının zorluğu gibi dezavantajları ortadan kaldırmak ve aynı zamanda plazma nitrürlemeden daha düşük sıcaklıklarda uygulanabilen bir yöntem geliştirme çalışmaları sonucu ortaya çıkmıştır.

PIII ile metal yüzeylerin ıslahında azot, karbon ve bor gibi elementlerin iyonları metal yüzeylerine enjekte edilmektedir (aşılanmaktadır). PIII işleminde vakum ortamında bir darbeli doğru akım kaynağının negatif kutbu (katot) işlem görecek parçaya bağlanır ve bir plazma üreteci aracılığıyla plazma oluşturulur. Plazmanın oluştuğu işlem odasına işlem gazı verilir. İşlem gazı olarak genellikle N₂ (azot) kullanılmaktadır. Plazma içine giren N₂ molekülleri öncelikle plazma içindeki hareketli parçacıklara (örneğin elektron ve iyonlara) çarparak disose olup atomlarına ve akabinde de iyonize olup iyon ve elektronlarına ayrılmaktadırlar. Oluşan işlem gazının iyonları (N⁺¹) anod-katod (iş parçası arasına) tatbik edilen gerilim (u) sonucu oluşan elektrik alan şiddeti ($E = \frac{u}{l}$) etkisinde kalarak $F=q \cdot E$ kuvveti (yüklü parçacığı hareket ettiren kuvvet) ile katoda (iş parçasına) yönelerek, belirli bir hız ve kinetik enerji ile iş parçasına (katoda) çarparlar. Pozitif iyonlar negatif kutup olan iş parçasına çarparak parça yüzeyinden içeriye doğru difüze girme olurken, bir kısım enerji ısı enerjisine dönüşür ve iş parçasını ısıtır.

Plazma daldırma iyon implantasyonu (PIII), karmaşık geometrili nesnelere geleneksel ışık-hattı yöntemi ile doğrusal iyon implantasyonu yapılamadığı için geliştirilmiştir. İyon implantasyonunda, üreteçten çıkan iyonlar bir ışık hattı (görüş hattı) boyunca doğrusal bir yol izleyerek implantasyonu yapılacak parçaya ulaşırlar. Bu durumda arzu edilen implantasyon gerçekleştirilebilmesi, parçanın ve iyon ışınının uygun şekilde yönlendirilmesine bağlıdır ve ışının işlem görecek yüzeye dik olması gerekir. Eğer parça yüzeyi düz değil de ayrıntılı bir geometriye sahip ise, iyonlar doğrusal yol izledikleri için yönlendirmeler yeterli olmaz ve yüzeyin her yerinde istenilen implantasyon sağlanamaz. Plazma daldırma iyon implantasyonunda ise işlem görecek parça ne kadar karmaşık geometride olursa olsun, parça plazma halindeki iyon bulutu içerisine daldırıldığı için parçanın yüzeyine veya yüzeylerine istenildiği gibi implantasyon işlemi yapılabilir.

Şekil 3.10'da PIII sisteminin şeması görülmektedir. Burada vakum odası, gaz besleme ünitesi ve vakum oluşturma sistemi, plazma üreteci, elektriki izoleli numune tutucu ve yüksek gerilimli darbe (darbe gönderme) generatörü vardır.



Şekil 3.10 Plazma daldırma iyon implantasyonu sistemi şeması.

- Vakum odası: Vakum odası ölçüleri, plazmayı, plazma kılıfını, parçayı ve bağlama elemanı ölçülerini içerecek şekilde dizayn edilir. Vakum odası geometrisi silindir, dikdörtgen, kare veya zil formunda olabilir ve yere düşey veya yatay olarak yerleştirilerek dizayn edilir. Vakum odası paslanmaz çelik, karbonlu çelik ve alüminyum malzemeden yapılmaktadır.



Şekil 3.11 Vakum odası ölçülerinin şematik gösterimi (X: mesafe) (Anders, 2000)

- Vakum oluşturma sistemi: Vakum odası (işlem odası) içindeki basıncı $10^{-5} - 10^{-3}$ mbar ($10^{-3} - 10^{-1}$ Pa) değerlere kadar düşürmeyi sağlar.

- Gaz besleme sistemi: İyonizasyonu sağlanacak gazı vakum odası içine vermeye yarar.



Şekil 3.12 PIII vakum ortamı oluşturmada yapılan pompalama işleminin üç aşaması (Anders, 2000).

- Yüksek gerilimli darbe (şok gönderme) generatörü: İş parçasına bu generatör ile birkaç kilovolttan 100kV'a kadar değişen negatif darbeli yüksek gerilimli uygulanır. Uygulanan negatif gerilimin oluşturduğu elektrik alan şiddeti \overline{E} elektronları, $\overline{F} = +q - \overline{E}$ iş parçasından uzaklaştırırken, artı iyonları plazmadan iş parçasına doğru hızlandırır. Literatürde darbe süresi birkaç saniyeden 150 µs'ye kadar verilmiştir. Bu darbe tekrarlama frekansları birkaç Hertz'den 3kHz'e kadar değişmektedir. Plazma içindeki iyonlar iş parçasına doğru hızlandırılırlar ve numuneye implante edilirler. Bu işlem numune yüzeyinin her tarafına aynı zamanda yapılır. İş parçasının yalnızca numune tutucuya temas eden kısmı korunmuş olur. Şekil 3.13'te yüksek gerilim darbeleri esnasındaki işlem gösterilmiştir. Darbe esnasında meydana gelen elektrik alanında, iyonlardan daha hızlı hareket eden elektronlar negatif öngerilim ile kutuplanmış numuneden uzağa hızlandırılmaktadır.



Şekil 3.13 Plazma kılıfı oluşturmanın (Yüksek gerilim darbesi sırasındaki süreç) gösterim şeması; yüksek gerilim darbeleri numuneye uygulanıp; elektronlar geri püskürtülerek; iyonlar numuneye doğru hızlandırılmış ve plazma kılıfı genişlemiştir (Ensinger, 1998).

- Plazma üreteci: Plazma birkaç teknik ile elde edilmektedir. En önemlileri öngerilim ince telle d.c. parlak boşalma, mikrodalga uygulama, çoğunlukla elektron atom savurucu rezonans biçimi ve kapasiteli veya indüktiveli bağlantılı radyo frekansıdır. En basit ve pahalı olmayan metot d.c. parlak boşalma metodudur. Öngerilim ince telle d.c. parlak boşalmalı yöntem, ilk plazma kaynaklı iyon implantasyonu (PSII) deneyleri için kullanılmıştır. Tipik olarak oldukça düşük iyon yoğunluğu sağlar. İnce tel plazma içerisinde metal kirlenmesi oluşturabilir. Bu tez çalışmasında kullanılan PIII sistemi bir mikrodalga üretece sahiptir. Mikrodalga ile plazma elde edildikten sonra deney parametreleri girilerek işleme başlanmaktadır. Mikrodalga üretecinin amacı tablanın üzerinde kalan bütün yüzeylerin homojen bir şekilde iyon implantasyon işlemine tabi tutulmasını sağlamaktır.

İyon implantasyon tekniklerinin tipik özellikleri temel olarak düşük işlem sıcaklıklı teknikler olmalarıdır. Bununla birlikte, işlenmiş bölge çok derin değildir. PIII aracılığıyla iyon implantasyonu çok düşük sıcaklıkta iyi şekilde gerçekleştirilebilir, fakat bu durumda iyon enerjisi, iyon akım yoğunluğu ve güç girişi düşük tutulmalıdır. Ayırıcı mıknatıslı doğrusal ışın-hattı iyon implantasyonuyla kıyasla PIII 'nin tipik özelliği, iyon kütle ayrımının olmamasıdır. PIII temel olarak, görünüşü doğrusal olmayan bir tekniktir. Kompleks şekilli iş parçaları işlenebilir. Üç boyutlu numune işleme, iyon ışın demeti kullanma, ayırıcı mıknatıslı ışın-hattı gerektirmez. PIII ekipmanı geleneksel iyon implantasyon ekipmanından böylece daha basittir ve daha ucuzdur. Büyük ve ağır nesneleri kontrol altında tutmak oldukça kolaydır. Sadece iş parçalarının, parça tablası üzerine yerleştirilmeleri zorunludur.

PIII işleminde yarı iletken eldesi için düşük gerilim değerleri kullanılırken, metalurjik(biyouyumluluk, korozyon direnci vb...) uygulamalar için yüksek değerler kullanılır. Fiziksel açıdan bakıldığında iş parçasına uygulanan gerilimin bir alt sınırı olmamakla birlikte, ark oluşumu gibi nedenlerle üst sınırı vardır. Gerilimin puls şeklinde uygulanmasının temel sebebi, yüzeydeki ark oluşumunun önlenmesidir. Bu nedenle puls süresi, ark oluşumu için gerekenden kısa olmalıdır. Diğer bir sebep ise plazmanın yeniden toparlanmasına izin vermek yani iş parçası etrafındaki plazma kılıfını taze iyonlarla doldurarak, işlemin sürekliliğini sağlamaktır. Şekil 3.14'te plazma kılıfı içindeki iyon ve elektronların zamana bağlı davranışları şematik olarak gösterilmiştir.

Şekil 3.14 (a)'da homojen bir plazmaya daldırılmış iş parçası görülmektedir. PIII işleminde, iş parçası plazmaya daldırılır ve plazma potansiyeline göre daha yüksek negatif gerilim darbesine bağlanır. Uygulanan yüksek negatif gerilim elektronları iş parçasından uzaklaştırırken, pozitif iyonları plazma üreticisinden iş parçasına doğru yönlendirir, bu sayede iş parçası etrafında plazma kılıfı oluşturularak implantasyon gerçekleştirilir. (Şekil 3.14 b) Zaman geçtikçe Şekil 3.14(c) ve Şekil 3.14 (d)'de görüldüğü gibi iyonlar implante edilir ve plazma homojenliğini yitirir. Plazmanın yeniden homojen hale gelmesi, gerilimin kesilip tekrar yüklenmesi (puls edilmesi) ile mümkündür ve PIII işlemi bu şekilde devam eder.



Şekil 3.14 Plazma kılıfı içindeki iyon ve elektronların zamana bağlı davranışları (Anders, 2000).

3.2.3.1 Geleneksel İyon İmplantasyonu İle Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunın Karşılaştırılması

Geleneksel iyon implantasyonu yöntemi, plazmadaki iyonların hızlandırma ızgaralarından geçirilerek hızlandırılması ve iyon ışını demeti halinde bir ışık hattı boyunca iş parçası yüzeyine bombardıman edilmesi esasına dayanır. Bir başka deyişle; iyonlar malzeme yüzeyine dik gelirler ve görüş hattı boyunca yüzeyden içeriye girerler. Eğer iş parçası düzlemsel değilse, yani karmaşık bir geometriye sahipse, bütün yüzeylerinin aşılanabilmesi için iş parçasının implantasyonu sırasında parça geometrisine uygun olarak döndürülmesi gerekir. Bu da yönteme karmaşıklık katar ve işlem maliyetini yükseltir (Şekil 3.15 a). Plazma daldırma iyon implantasyonu, geleneksel iyon implantasyonu teknolojisinden farklı bir sistemdir. PI³ yöntemi, geleneksel iyon ışını implantasyonu yönteminde bulunan görüş hattı kısıtlamasını giderir. PIII tekniğinde, yüzeyi implantasyona tabi tutulacak iş parçası plazma ortamına daldırılır. Parçaya darbeler (puls) halinde uygulanan yüksek negatif

gerilimin oluşturduğu elektrik akan şiddeti ile, artı yüklü numune yüzeyine çarptırılarak implantasyon gerçekleştirilir (Şekil 3.15 b).



(a) Geleneksel iyon aşılama sisteminin şematik gösterimi



(b) Plazma ortamında iyon aşılama sisteminin şematik gösterimi

Geleneksel iyon implantasyonunda gelen iyon ışını yüzeye dik çarptığı zaman implantasyon en iyi seviyede gerçekleşir. İyon ışının gelme açısının iyon ışınının çarptığı düzlemsel yüzeye göre en fazla 20° ile 30°'lik sapma yapmasına izin verilebilir ve bunun için iş parçasında maskeleme kullanılmalıdır. Geleneksel iyon implantasyonunda, yüzeydeki iyon dozunun homojenliğini sağlamak için maskeleme yapmak gerekir (Şekil 3.16 a). Aksi halde implantasyon sırasında implantasyondan ziyade yüzeyden saçılma meydana gelir. İş parçası maske kullanımı için yeterince simetrik bir yapıya sahip olsa bile, maskeleme işlemi sistem performansını düşürür,

Şekil 3.15 Geleneksel iyon implantasyonu ve PIII sistemlerinin şematik olarak karşılaştırılması (Saklakoğlu, 2004).

çünkü maskenin üstünden ayrılan ışın parçası üretim veriminde bir kayıp oluşturur. Bunun yanında, maskenin malzemesi iş parçası malzemesinin aynısından yapılmadığı taktirde maskenin saçılması iş parçasını kirletebilir. PIII sisteminde iyonlar, yüzeye dik gelir. Dolayısıyla PIII sistemi, geleneksel ışık hattı sisteminin ışık hattı sorununu giderdiği gibi doz sorununu da çözmüş olur (Şekil 3.16 b) (Anders, 2000).



Şekil 3.16 İyon implantasyonu ve PIII 'nın şematik olarak karşılaştırılması (Anders, 2000).

3.2.3.2 Plazma Nitrürleme İle Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun Karşılaştırılması

Plazma daldırma iyon implantasyonu, ilk olarak büyük parçaların azot iyon implantasyonu için geliştirilmiştir. İlk bakışta bir azot PIII sistemi, metal parçaların yüzey sertleştirilmesinde yaygın olarak kullanılan plazma nitrürleme sisteminden farksızmış gibi görünebilir. İki yöntem arasındaki fark, iş parçası yüzeyine gelen gerilim ve ortalama güç yoğunluğudur. Plazma nitrürlemede nispeten düşük gerilim ve çok yüksek akım gücüne sahip DC üreteci kullanır. Bu durum, iş parçası üzerinde oldukça büyük bir ortalama güç yoğunluğu oluşturarak iş parçasını 500°C 'tan daha yüksek sıcaklıklara ulaştırır. Bu yüksek sıcaklık, azotun iş parçası yüzeyinden içeriye birkaç milimetreden daha fazla difüzyonla girmesine neden olur. PIII 'da çok yüksek bir gerilim üreteci kullanılır, tepe akımı yeterince büyük olmasına rağmen puls

monitörünün (darbeli akımın ayarlanabileceği makine üzerindeki ekran) DC (Doğru Akım) şarj ünitesi zaman ortalamalı akımı sınırlandırır ve böylece iş parçası üzerindeki ortalama güç yoğunluğunu azaltır. Nitrürleme yöntemiyle yüzey sertleştirmenin getirileri tartışılmazdır. İşlem teorik olarak 400-600 °C sıcaklıklarda gerçekleştirilen, elektriksel olarak iletken malzeme yüzeyine azot arayer atomunun yayınma işlemidir.



Şekil 3.17 Nitrürlemenin şematik tanımı (Saklakoğlu, 2004).

PIII yöntemi, plazma nitrürlemeye göre daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Bu ise ana malzemenin yapısını değiştirmeden ve hemen hemen hiç çarpılma gerçekleşmeden işlemin tamamlanması anlamına gelir. Yani, son işlem olarak uygulanabilir. PIII yönteminde genellikle saf azot kullanılır ve işlem plazma nitrürlemeden yaklaşık üç kat daha düşük basınçta gerçekleştirilir. İyonlar yüksek gerilim darbeleri ve düşük basınç ortamında iş parçası yüzeyine hızla çarparak yüzeyden içeriye girerler. Şekil 3.18 (a)' da iyon enerjileri ve işlem sıcaklığı açısından plazma nitrürleme, geleneksel iyon implantasyonu ve PIII yöntemi karşılaştırmalı olarak gösterilmektedir.

Şekil 3.18 (b)' de PIII' de işlem sıcaklığına bağlı olarak yüzey kalitesi değişimi diğer yöntemlerle karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Yüzey kalitesinin oda sıcaklığı yöntemi olan iyon implantasyonuna (aşılamaya) çok yakın olması, yöntemin büyük bir avantajını oluşturmaktadır.



Şekil 3.18 PIII sıcaklığına göre (a) iyon enerjisi ve (b) yüzey kalitesinin karşılaştırılması (Saklakoğlu, 2004).

3.2.3.3 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu'nun Avantajları

Plazma daldırma iyon implantasyonu'nun avantajları şu şekilde sıralanabilir:

-Düşük sıcaklıkta uygulanabildiğinden malzemenin şekil değişikliği (deformasyonu) söz konusu değildir. İhmal edilebilir düzeyde distorsiyona sebep olur.

-Vakumda uygulandığı için malzemenin oksitlenme tehlikesi yoktur. İşlemden sonra mikro çatlaklar kapandığından malzemenin korozyon direnci yükselir.

- İşlem sıcaklıkları ayarlanabilir ve kontrol edilebilir.

-150 – 500 °C arasında işlem gerçekleştirilebilir.

-Bu bir katmanlama ve kaplama yöntemi değildir. Katmanlama ve kaplama yöntemlerindeki yapışma sorunu ve kullanım sırasında kaplanan malzemenin dökülmesi problemi implantasyon tekniğinde yaşanmaz. Çünkü Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu'nda yapışma söz konusu değildir. İyon implantasyonunda yüzeyde meydana gelen yapısal değişiklik ile implante edilen malzeme ana malzemenin bir parçası durumunu alır.

-Cilalanmış yüzeylerin parlaklığı bozulmaz, işlemden sonra tekrar parlatmak gerekmez.

-Malzeme boyutlarında hiçbir şekilde değişikliğe neden olmadığı için çok sıkı toleranslara sahip hassas aletlere, makine parçalarına da uygulanabilir. Son işlem olarak uygulanabilir.

-İmplante edilen malzemelerin çalışma ömürleri fevkalade artar (Ortalama olarak 6-20 kat artar).

-Temiz ve çevreci bir işlemdir, siyanürlü kimyasallar ve amonyak gazı kullanılmaz.

3.2.3.4 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun Dezavantajları

Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu'nun dezavantajları ise şunlardır:

-Termomekanik işlemlerde değişime uğramış bölgenin derinliğinin 20-3000 μm olduğu düşünülürse, plazma daldırma iyon implantasyonu'nda değişime uğramış bölgenin derinliği çok sığdır (0.1-2 μm).

-Yüksek yatırım maliyetinden dolayı belirli ürünlerin imalat süreçlerinde kullanılabilmektedir.

-Geleneksel iyon aşılamada yarı iletken uygulamalarda kullanılan kütle ayırıcı sistem PIII'de yoktur.

-Pratik uygulamalarda gerilim belirli sınırlar içerisinde uygulanabilmektedir.

-Aşılanan iyon dozunun işlem sırasında tam olarak tespiti zordur.

3.2.3.5 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun Uygulama Alanları

Tüm dünyada ileri araştırma laboratuvarlarında plazma daldırma iyon implantasyonu tekniği üzerinde araştırmalar sürdürülmektedir. Günümüzde, iyon aşılama malzemelerin mekanik ve kimyasal özelliklerinin iyileştirilmesinde güçlü bir metot olarak tanımlanmaktadır. Yarı iletken endüstrisinde iyon aşılama uygulaması transistörlerin, metal oksit yarı iletkenlerin, diyodların ve kapasitörlerin imalinden bugünün mikroişlemci cihazlarının üretimine kadar yaygın şekilde uygulanmaktadır. Yeni aşılama tekniklerinin geliştirilmesi ile iyon aşılamanın kullanım maliyetleri daha ekonomik hale getirilmiş ve endüstriyel uygulamaları artmıştır.

Aşınma dayanımı, sertlik, sürünme, yorulma ömrü, kırılma gevrekliği, oksidasyon (korozyon) dayanımı, hidrojen kırılganlığına karşı dayanım ve optik özellik gibi bazı yüzey karakteristiklerinin iyileştirilmesi için başta metal malzemeler olmak üzere daha çok çelik, seramik, titanyum ve cam malzemelere uygulanan PIII yöntemi oldukça iyi yüzey özellikleri sağlamıştır.

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

-Medikal alanda; kalça, diz protezlerinde, total eklem implantlarında (bilek, omuz, parmak) 316L paslanmaz çelikten yapılan kırık kalça ve uzun kemiklerde kullanılan sıkıştırma protezlerinin bio-uyumlulukları iyileştirilir. Bu uygulamalarda 10–20 kat ömür artışı sağlanır.

-Plastik sanayinde, ekstrüzyon kalıplarında, vida ve kovanların korozif aşınmaya maruz kalan kısımlarında, plastik ürünlerin kesilmesinde kullanılan kesicilerdeki uygulamalarda 5 ila 10 kat ömür artışı sağlanır.

-Tekstil sanayinde kullanılan kılavuz ve kesici bıçaklardaki ugulamalarda 3 ila 6 ömür artışı sağlanır.

-Hassas rulman ve rulman yataklarında, dişlilerde (helikopter, uçak, roket) uygulamalarda 10 kat ömür artışı sağlanır.

-Cerrahi bıçaklarda, protezlerdeki uygulamalarda implantların (parçaların) verimleri, biyouyumları artar ve dokuların enfeksiyon kapma riski azalır.

-Elektronikte kullanılan çeşitli metallerden elde edilen tellerin tungsten karbürden yapılmış tel çekme kalıpları implantasyon yapılarak ömürlerinde 4-5 kat iyileşme sağlanabilir.

Kaplama teknikleri ile PIII'nın kombinasyonu bugünkü endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır. Son zamanlarda, bir krom kaplama şirketi gerçek bir uygulamada nitrojen-PIII'sı geliştirmiştir. Kalın elektrot kaplanmış sert kromun ömrü yeteri kadar çok arttırılabilir. Şu anda değerlendirme safhasında olan diğer başarılı örnek, otomotiv endüstrisinde alüminyum alaşımlı motor parçalarının sert karbon filmlerinin kimyasal buhar prosesi ile PIII'nın kombinasyonu olan işlemdir. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) ve kimyasal buhar biriktirme (CVD) teknikleri ile PIII'ün kombinasyonu PIII için beklenilebilir en iyi olanaktır.

PIII ile malzemenin iç kısmına difüzyon belli bir yere kadar ulaşır. Kaplama teknikleri ile PIII'ün kombinasyonunda hem implantasyon, hem de metal buharlaşmayla film oluşturma işlemleri beraber kulllanılır. Kaplama teknikleri ile PIII'ün kombinasyonunda, ince bir tabakanın işlenmiş bir yüzey üzerinde birikmesiyle, tabaka ve parçanın iç karışımını sağlamak amacıyla iyon bombardımanına maruz bırakılması işlemi gerçekleştirilir.

BÖLÜM DÖRT

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1 Çalışmada Kullanılan Malzeme Özellikleri

Bu deneysel çalışma sırasında deney numunesi olarak DIN 16MnCr5 (AISI 5115) çeliği kullanılmıştır. Numunenin kimyasal bileşimi ve özellikleri aşağıdaki gibidir.

4.1.1 Genel Özellikleri

Kategori : Çelik

Sınıfı : AISI 5115 serisi çeliği, Düşük alaşımlı yapı çelikleri, Dövme kalite çelikler, Orta karbonlu çelik, Alaşımlı çelik

Tipi : Standard

Yaygın adı : Sementasyon Çeliği

Sementasyonla sertleştirme işlemi makine yapımında yüzey sertliğinde, aşınma dayanımında ve sürekli dayanımda artma yaptığı gibi, çekirdek dayanımı ve sünekliliği iyileştirdiği için çok yaygın olarak kullanılır. Böylece, büyük kuvvetler taşınabilir ve darbe tarzındaki yükler kırılma olmadan karşılanabilir.



Şekil 4.1 Demir-Karbon Faz Diyagramı

AISI 5115 sementasyon çeliği Şekil 4.1 de ferritik+perlitik yapıdadır ve ötektoid altı bir çeliktir.

4.1.2 Kimyasal bileşimi (%Ağırlık)

Tablo 4.1 AISI 5115 çeliği kimyasal bileşimi

Element	С	Mn	Fe	Р	S	Si	Cr	Mo	Ni	V	
Ağırlık	0,14-	1,00-	Geri	0,035	0,040	0,15-	0,80-	-	-	-	Min.
%W	0,19	1,30	Kalan%	(max.)	(max.)	0,40	1,10				Max.

4.1.3 Ülke Standartlarında Yaklaşık Karşılıkları

Tablo 4.2 Ülke Standartlarında Karşılıkları

Fransa	: AFNOR	: 16 MC 5
Almanya	: DIN	: 1.7131
	: Sembol	: 16 MnCr 5
İtalya	: UNI	: 16 MnCr 5
İngiltere	: B.S.	: 527 M 17
USA	: SAE	: 5120
Rusya	: GOST	: 18 ChG

4.1.4 Sıcak Şekillendirme ve İsıl İşlem

Tablo 4.3 Sıcak şekillendirme ve ısıl işlem sıcaklıkları

Sıcak şekillendirme sıcaklığı	1150 °C (Baslangıç) max.		
(dövme sıcaklığı)	850 °C (Bitiş)		
Sementasyon öncesi belirli bir dayanım değeri için tavlama sıcaklığı	850 – 950 °C		
Yumuşak tavlama sıcaklığı	670-700 °С		
Belirli bir yapı durumu için tavlama sıcaklığı	900-1000 °C		
Sementasyon sıcaklığı	900 – 950 °C		
	Yağda : 830 – 860 °C		
Çekirdek Sertleştirme Sıcaklığı (yağda sulama yöntemi ile)	850 – 880 °C		
Meneviş Sıcaklığı	170 – 210 °C (en az 1 saat)		

4.1.5 Kullanıldığı Yerler

AISI 5115 başta dişli çarklar, çeşitli kuvvet aktarma parçaları, kardan yuvası, mil, pim, burç ve benzeri parçalar dahil olmak üzere hareketli mekanizmalarda kullanılan parçaların imalinde yaygın olarak kullanılmaktadır.

4.1.6 Fiziksel Özellikleri

Tablo 4.4 AISI 5115 çeliğinin fiziksel özellikleri

Özellikleri	Değeri	T(°C)
Yoğunluğu (x 1000 kg/m ³)	7.7- 8.03	
Poisson Oranı	0.27- 0.30	25
Sertlik, HB (156 – 207) HV (156– 207)	156-207	25

4.1.7 Mekanik Özellikleri

Tablo 4.5 AISI 5115 çeliğinin mekanik özellikleri

Özellikleri	Değeri		Koşullar		
	2 egen	T (°C)		Isıl İşlem	
Elastiklik Modülü, GPa	190-210				
Darbe Mukavemeti , İzod (J)	37	25	Sementasyo sertleştirme	n ve yağda sulama ile işleminden sonra	
Max. Çekme Mukavemeti, MPa	780-1080	25	Sementasyo sertleştirme	n ve yağda sulama işleminden sonra	
Akma Mukavemeti, Mpa	550	25	Sementasyo sertleştirme	n ve yağda sulama işleminden sonra	
Uzama %	10	25	Sementasyo sertleştirme	n ve yağda sulama işleminden sonra	
Kesit Daralması %	40	25	Sementasyo sertleştirme	n ve yağda sulama işleminden sonra	

4.2 Numunelerin hazırlanması

AISI 5115 malzemesi Ø 20 mm çapında birer metrelik silindirik çekme çubuklar şeklinde alınmıştır. Daha sonra testere tezgahında bor yağı soğutmasıyla yaklaşık

12 – 13 mm uzunluğunda kesilerek numune boyutuna indirgenmişlerdir. Kesilen bu numuneler CNC torna tezgahında üzerlerinden 1 mm'lik talaş kaldırılmak suretiyle numune üzerinde oluşmuş olabilecek herhangi bir çapak korozyon tabakasından temizlenmişlerdir. Ayrıca numunelerin düzlem yüzeyleri CNC torna ile yaklaşık 1 mm talaş alınarak düzleştirilmiştir. Son olarak numunelerin tüm yüzeyleri polisajdan geçirilerek tamamen pürüzsüz numune yüzeyleri elde edilmiştir. Sonuçta yaklaşık Ø 18 – 19 mm çapında, 12 mm uzunluğunda silindirik pürüzsüz numuneler elde edilmiş ve deneye hazır hale getirilmiştir.

4.3 Çalışma Parametreleri

Yapılmış olan deneyler numaralandırılmıştır ve aşağıda Tablo 4.6'da verilmiş olan parametrelerde gerçekleştirilmiştir:

Deneyler	Gerilim (kV)	Frekans (Hz)	Periyot (µs)	Akım (mA)	Zaman (saat)	Gaz
1	8	150	10	3-2	2	Azot
2	8	600	25	17-8	2	Azot
3	8	1500	55	57-25	2	Azot
4	12	150	10	4-3	2	Azot
5	12	600	25	24-14	2	Azot
6	12	1500	55	80-44	2	Azot
7	15	150	10	5-4	2	Azot
8	15	600	25	33-20	2	Azot
9	15	1500	55	100-72	30 dk	Azot
10	20	150	10	5-4	2	Azot
11	20	600	25	40-24	2	Azot
13	30	150	10	5-3	2	Azot
14	30	600	25	12-10	2	Azot
16	40	150	10	5-3	2	Azot

Tablo 4.6 Deney Parametreleri

Vakum basıncı : 5,5.10⁻⁵ mbar (işleme başlamadan önceki basınç)

Çalışma basıncı (İşlem basıncı) : $3,0.10^{-2}$ mbar

Azot ile nitrürasyon yapacağımız için, vakum odasını belirli bir vakum altına alarak diğer gazları minumum seviyeye indirmemiz (nitrürasyonu daha verimli yapabilmemiz) için vakum basıncına ulaşırız. Ardından vakum odasına azot vererek ortamdaki azot miktarını arttırırız.

Yukarıda Tablo 4.6'da verilmiş olan deneyler esnasında sıcaklık parametresinin değişimleri aşağıda grafikler halinde, maksimum sıcaklık değerleri ise bir tablo halinde verilmiştir. Bu grafikler PIII sisteminin pürometre cihazına bağlı bir bilgisayar aracılığıyla MICRON / IMPAC programı kullanılarak elde edilmiştir. Pürometre cihazı işlem odası içerisindeki numune tutucu üzerinden sıcaklık ölçümü yapmıştır.



Şekil 4.1 Deney 1 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 4.2 Deney 2 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 4.3 Deney 3 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 4.4 Deney 4 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 4.5 Deney 5 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 4.6 Deney 6 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 4.7 Deney 7 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 4.8 Deney 8 için sıcaklık - zaman değişim grafiği



Şekil 4.9 Deney 9 için sıcaklık - zaman değişim grafiği







Şekil 4.11 Deney 11 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 4.12 Deney 13 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 4.13 Deney 14 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 4.14 Deney 16 için sıcaklık – zaman değişim grafiği

Tablo 4.7 Her bir deney için ulaşılan maksimum sıcaklık değerleri

	Deney	Deney	Deney	Deney	Deney	Deney	Deney
	1	2	3	4	5	6	7
Maksimum	51,2	81,2	218,3	53,8	149,3	278,3	66,7
Sıcaklık (°C)							
Sıcaklık	Deney	Deney	Deney	Deney	Deney	Deney	Deney
(°C)	8	9	10	11	13	14	16

İşlem sıcaklıkları genlik, frekans, darbe süresi ve gerilime bağlı olarak değişmektedir. Genlik, birim zamanda numuneye verilen enerjidir. Genlik arttıkça sıcaklık artar. Frekans, darbe süresi ve gerilim ile doğru orantılı olarak sıcaklık artmaktadır.

4.4 Plazma Daldırma İyon İmplantasyon İşleminin Uygulanışı

Aşağıda Şekil 4.15'te deneylerin yapılmış olduğu PIII sistemi genel hatlarıyla gösterilmiştir:



Şekil 4.15 Genel Hatlarıyla Plazma Daldırma İyon İmplantasyon Sistemi.

4.4.1 PIII Sisteminin Uygulanışında Dikkat Edilmesi Gerekenler

Sistemin çalışması sırasında sistemin zarar görmemesi için dikkat edilmesi gereken hususlar şunlardır :

- Deney sırasında soğutma işlemini sağlayan soğutma suyunun bağlı olduğu vana açık tutulmalıdır. Suyun sıcaklığının 25-26 °C üzerine çıkmaması ve su filtresinin içindeki pervanenin döndüğünün gözle takip edilmesi gerekmektedir. Pervane dönmüyorsa sistem durdurularak filtre sökülerek temizlenmelidir. Soğutma suyu turbo pompa, mikrodalga ve kuvars camını soğutmaktadır.
- 2) Deney sırasında kompresörden gelen hava basıncı 5 barın altına düşmemesi gerekmektedir. Kompresörden gelen hava primary pompanın devreden çıkması veya deney bitiminde turbo pompadan önce yanlışlıkla primary pompanın kapatılması durumunda çok daha yüksek devirle dönmekte olan turbo pompanın primary pompanın içinde yağı çekmesini önlemek için iki pompa arasındaki ventili harekete geçirmektedir.
- 3) Deney bitiminde vakum çemberini açmak için vakum çemberi içindeki basıncı atmosfer basıncına dengelememizi sağlayan dengeleme gazının argon gibi bir soygaz olması önemlidir. Deney sonunda vakum odası içindeki sıcaklıktan dolayı tahliye gazının soygaz olmaması durumunda deney sonunda elde edilecek olan yüzeylerin yollanan tahliye gazıyla etkileşime girme sorunu ortaya çıkabilir.
- 4) Sistem içerisinde üzerinden yüksek gerilim geçen kuvars camının 500 saat ömrü vardır. Kuvars camı soğutma suyu vasıtasıyla soğutulduğu için soğutma suyu sıcaklığına ve devir daimine dikkat edilmelidir. Kuvars camı zaman içinde incelerek ömrünü tamamlamaktadır. Kuvars camı ömrünü tamamladığında, kuvars camında oluşan çatlaktan dolayı vakum odası, vakuma alınamayacağından dolayı deney yapmakta mümkün olmamaktadır.

4.4.2 PIII Sisteminin Uygulanışında İzlenmesi Gereken Adımlar

Tablo 4.7'de belirtilmiş olan deneylerin her biri kullanım kılavuzuna uygun olarak, belirlenmiş parametreleri PIII sistemi üzerinde ayarlanarak gerçekleştirilmiştir. Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemi aşağıda belirtilen sırayla gerçekleştirilmiştir:

- İyon implantasyonu yapılacak numuneler alkol ile temizlenip işlem odası içerisindeki numune tutucu üzerine yerleştirilir. Pirometrenin konumu kontrol edilir. İşlem odasının kapağı kapatılır. Sisteme bağlı olan bilgisayar açılır ve işlem odası içindeki pirometre aracılığıyla sıcaklığı ölçen MICRON / IMPAC programı hazır hale getirilir.
- Gaz, su ve hava tesisatları kontrol edildikten sonra gaz tüpleri (bu çalışma için Ar ve N₂), su vanası ve kompresör açılır.
- PLC kontrol ünitesi üzerinde bulunan ana elektrik şalteri açılır. Bu durumda PLC kontrol ünitesi üzerindeki ekranlar aktif ve çalışır durumdadır.
- Kontrol ünitesi üzerindeki birincil pompa düğmesine basılarak çalıştırılır ve vakum çemberindeki basınç 1,3*10⁻² mbar seviyesine ulaşıncaya dek beklenir (yaklaşık 15 dk).
- 5) Daha sonra turbo pompa aktif hale getirilir ve vakum çemberindeki basınç 5,5*10⁻⁵ mbar mertebesine ulaşıncaya kadar beklenir (yaklaşık 30 dk).
- 6) Vakum ortamı sağlanınca İşlem Gazı düğmesine basılarak vakum çemberi içerisine işlem gazı gönderilmeye başlanır. İçerideki basınç 3,0*10⁻² mbar seviyesine ulaşıncaya kadar gaz akış ayarı yapılır. Basınç istenen değere ulaşınca gaz akış seviyesi o konumda bırakılır ve implantasyon işlemine geçilir.
- 7) İşlem odasında ilk plazmanın oluşturulması için Mikrodalga güç kaynağı düğmesine basılır ve plazma oluşturulur. Oluşan ilk plazma vakum çemberi arkasındaki gözetleme penceresinden kontrol edilerek stabil hale gelinceye kadar Mikrodalga kaynağının gücü artırılır.

- 8) Sonrasında Yüksek Gerilim Darbe Jeneratörü'nün şalteri açılır. Gerilim, frekans ve periyot ayarları deney parametrelerine göre ayarlanır. Filament düğmelerine basılarak yüksek gerilim aktif hale getirilir. Numune yüzeyinde oluşmuş olabilecek oksit tabakalarını temizlemek amacıyla 5 dk süre ile düşük bir gerilim değerinde beklenilmesi ve daha sonra asıl gerilim parametresine geçilmesi uygundur. MICRON / IMPAC programı deney başlatıldığı anda bilgisayar üzerinde aktif hale getirilerek sıcaklık-zaman grafiğinin elde edilmesi sağlanır.
- 9) Bu şekilde belirlenmiş deney süresi tamamlanana kadar beklenir.
- 10) Deney tamamlandıktan sonra yukarıda anlatılan sıranın tam tersi uygulanmak suretiyle cihaz kapatılır ve iyon implantasyonuna maruz kalmış numuneler alınır. İşlem sonunda tahliye gazı olarak Argon (Ar) soygazı kullanılmıştır.

4.5 Parlatma ve Dağlama İşlemleri

Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işleminden geçmiş numune yüzeyinin yapısal değişimlerinin araştırılması için implantasyon işleminden sonra yaklaşık \emptyset 18 x 12 mm boyutlarındaki AISI 5115 silindirik numuneler hem yan yüzeylerindeki hem de üst yüzeylerindeki değişikliklerin araştırılması ve karşılaştırılması maksadıyla CNC frezede soğutma sıvısı uygulanarak dikine yarım silindir şeklinde kesilmişlerdir. Daha sonra metalografik numune hazırlama metodları ile hazırlanmışlardır. Numuneler sırasıyla 600, 800, 1200 ve 2000 kum SiC su zımparada zımparalanmış ve daha sonra 0,25-1 mikronluk parlatıcılar (elmas süspansiyon diğer ismiyle Alümüna tozu veya Al₂O₃) ile kullanılan (parlatma kumaşı) keçe yardımıyla parlatma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Numune yüzeylerinin (hem üst hem de yan yüzey) daha hassas duruma gelmesi için 0.05 µm partikül boyutlu alümina pasta ile parlatılmıştır, hemen sonrasında parlatma işleminden çıkan numune yüzeylerinde leke oluşmaması için etil alkol ile numune yıkanmış ve kurutma makinesinde yüzeyler kurutulmuştur. Sonrasında mikroyapının incelenmesi numunenin özel bir solüsyonla dağlanması için işlemi gerçekleştirilmiştir. Parlatılan numuneler %1-2 nitrik asit (HNO₃), geri kalan oranın

tamamı etil alkol çözeltisinde dağlanmıştır. Dağlama için yaklaşık 25 saniye zaman aralığı yeterli olmaktadır.

4.6 XRD (X – Işını Kırınımı (Difraksiyonu)) Çalışması

Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu uygulanmış numune yüzeylerindeki tabaka yapılarını ve fazlarını tespit etmek amacıyla numuneler XRD çalışması yapılmıştır. X-Işınları Difraksiyon Analizi, RIGAKU D/MAX-2200 marka X-Işınları Difraksiyon Analizi cihazında yapılmıştır. Faz analizleri x-ışınları difraktometresinde CuK- α / 40 kV/ 20 mA (X-Işını) kullanılarak yapılmıştır. Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu uygulanmış numunelerin tabaka yapıları x-ışınları difraksiyon analizleri ile incelenmiştir.

4.7 SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) ile İnceleme ve Tabaka Kalınlıklarının Ölçümü

Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu uygulanmış numuneler üzerinde oluşmuş tabaka yapıları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir ve numune yüzeyi üzerinde oluşan tabaka kalınlıkları SEM incelemelerine bağlı olarak çekilmiş iç yapı fotoğrafları üzerinden ölçülmüştür. SEM incelemeleri JEOL JSM-6060LGS + EDS cihazıyla 500X büyütme altında yapılmıştır.

4.8 Mikrosertlik Ölçümü

Numunelerin kesit yüzeylerinde oluşan tabakaların sertliklerinin hassas bir şekilde ölçümünde mikrosertlik ölçüm yöntemi kullanılmıştır. Ölçümler deney numunelerinin üst yüzeyinden yapılmıştır. Ölçümler Beuhler MicroMet 5100 Series Microindentation Hardness Tester cihazında yapılmıştır. Ölçümlerde tepe açısı 130° ve 173° 30' olan piramit şekilli elmas uç (Knopp ucu) kullanılmıştır.

Knopp sertliğinde bir boyutu diğerinin yaklaşık olarak 7 katı olan bir iz oluşur ve sertlik değeri bu iz ölçülerek bulunur. Knopp sertlik deneyi gevrek malzemelerin sertliğinin ölçülmesi için uygundur.



Şekil 4.16 Knoop sertlik ölçümünde izin görünümü ve ölçü oranları

Ölçümlerde Knopp sertlik ölçüm yöntemi tercih edilmiştir çünkü Vickers sertlik ölçme yöntemine göre daha düşük kuvvetler uygulanır böylece numuneler üzerinde oluşmuş olan ince ve sert tabakaların ölçümü yapılabilmiştir. Ölçümlenmiş olan serlik değerleri daha sonra Vickers sertliğine dönüştürülmüş ve kıyaslamalar şeklinde verilmiştir. Sertlik ölçümleri 10 gr yük 15 sn boyunca uygulanarak gerçekleştirilmiştir.
BÖLÜM BEŞ

DENEY SONUÇLARI VE DEĞERLENDİRME

5.1 XRD (X - Işını Kırınımı (Difraksiyonu)) Analizi

Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemine tabi tutulmuş AISI 5115 çeliğinin yüzeyinde oluşan nitrür ve difüzyon tabakalarını tespit etmek amacıyla numunelerin üst düzlemsel yüzeyleri CuK-α radyasyon kullanan X-Ray difraktometrede 10-90 derece 2θ açısı arasında taratılarak, X-Ray ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümler ışığında tüm numunelere ait Yoğunluk(Keskinlik, Şiddet)-Açı verileri elde edilmiştir. Bu veriler Matlab 6.5 programı kullanılarak grafik haline getirilip çizdirilmiştir. Grafikler literatür bilgilerinden yararlanılarak incelenmiş ve aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır:



Şekil 5.1 İşlem görmemiş AISI 5115 çeliğine ait X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.2 Numune 1 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.3 Numune 2 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.4 Numune 3 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.5 Numune 4 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.6 Numune 5 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.7 Numune 6 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.8 Numune 7 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.9 Numune 8 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.10 Numune 9 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.11 Numune 10 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.12 Numune 11 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.13 Numune 13 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.14 Numune 14 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 5.15 Numune 16 için X-Işını Difraksiyon Analizi

XRD analiz sonuçlarına göre tüm işlem görmüş numuneler için farklı sıcaklık noktalarına ulaşılmasına rağmen elde edilen tabakaların aynı faz kompozisyonlarına sahip olduğu ve benzer kırınım açısı değerlerinde tespit edildiği grafiklerden görülmektedir. Grafikler üzerinde oluşmuş olan her pik bir fazı tespit etmektedir. İyon İmplantasyonuna maruz kalmış numunelerde üç farklı faza rastlanmıştır. Bunlar; α -Fe (malzeme piki), ϵ -Fe₂₋₃N ve γ -Fe₄N (beyaz tabaka pikleri) fazlarıdır. α -Fe fazı HMK kafes yapısına sahip ferritik çelik fazıdır. ε ve γ sert nitrürlerini barındıran bölge bileşik tabaka (beyaz tabaka) olarak adlandırılır. Bileşik tabakanın hemen altında ise difüzyon tabakası mevcuttur ve bu tabaka içerisinde arayer atomları şeklinde veya ince dağılmış çökeltiler şeklinde kristal kafes içerisinde bulunmaktadır. α -Fe piki XRD analizleri incelendiğinde yaklasık olarak 45, 65 ve 82,5 ,20 açılarında ortaya çıkmıştır ve ana malzemeye ait piktir. Bileşik tabakanın varlığı SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) incelemeleri vardımıyla desteklenmektedir. XRD analizlerine göre ɛ-Fe₂₋₃N fazının yaklaşık 37, 44, 57.5 ve 77 derece 20 kırınım açılarında ve γ -Fe₄N fazının ise yaklaşık 41, 47.5, 70 ve 84 derece 20 kırınım açılarında tespit edilmiştir. Bu iki faz birbiri içerisinde birlikte bileşik bir tabaka şeklindedir.

Malzeme nitrürlendiğinde oluşan nitrürler nedeniyle yapı içerisinde yüksek iç gerilimler oluşacaktır (Kahraman ve Karadeniz, 2011, Djouadi ve diğer., 2002). Nitrürlenmis tabakada cok yüksek ic gerilmelerin olusmasına neden olan bu nitrürler XRD analizlerinde oluşan nitrür fazlarının yükselmesi (dikleşmesi) ile kendilerini gösterirler. Fakat nitrür oluşumuna bağlı olarak yapı içerisinde yüksek gerilim oluştuğu düşünüldüğünde ana yapının piklerinin de artan iç gerilmeler nedeniyle yükselmesi gerekir ve deneyden deneye farlılık göstermekle birlikte yaklaşık olarak α-Fe piklerinin Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu sonucunda oluşmuş ε-Fe₂₋₃N ve γ-Fe₄N pikleri ile birlikte ufak değişimler gösterdiği (yoğunluk değerlerinin değiştiği) grafikler incelendiğinde görülecektir. Dolayısıyla nitrür oluşumuna bir diğer kanıt olarak bu ana yapı piklerindeki intensity artısını da gösterebiliriz. Piklerin grafikler üzerinde gözlenmesi fazların yani tabakaların oluşumuna bir kanıt olmasına rağmen farklı parametrelerde ve farklı maksimum sıcaklık değerlerinde işlem görmüş numunelerin faz yoğunluk (şiddet, keskinlik) değerlerinde büyük değişimlerin gözlemlenmediği yani büyük pik farklılıklarının olmadığı grafikler incelendiğinde görülmektedir. Buna göre oluşmuş olan faz yani tabaka yoğunlukları (şiddet, keskinlik) tüm işlem görmüş numuneler için yaklaşık olarak benzerdir ve kayda değer büyük farklılıklar gözlenmemiştir. Bunun sebebi de işlem parametrelerine bağlı olarak elde edilen tabaka kalınlıklarının inceliğidir.

Tüm deneyler içerisinde en yüksek pik değerleri (yoğunluk değerleri) 10 numaralı 20 kV, 150 Hz, 10 µs, 85,5°C maksimum sıcaklık parametrelerine sahip numune ile 11 numaralı 20 kV, 600 Hz, 25 µs, 275,8°C maksimum sıcaklık parametrelerine sahip numunelerde gözlenmiştir. Buna göre yoğun tabakalar (şiddeti yüksek, keskinliği fazla) elde etmek amacıyla 20 kV darbeli doğru akım geriliminde, 600 Hz frekans ve 25 µs periyot değerlerini aşmayan parametre ölçülerinin en ideal ölçüler olduğu söylenebilir. Eğer düşük yoğunluklu tabakalar (şiddeti düşük, keskinliği az) elde etmek istenirse, 3 numaralı 8 kV, 1500 Hz, 55 µs, 218,3°C maksimum sıcaklık parametrelerine sahip numune en düşük pik değerlerine (yoğunluk değerleri) sahip olduğundan, bu parametre değerlerinin ideal değerler olduğu söylenebilir.

5.2 Mikroyapı ve SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi

Farklı maksimum sıcaklık değerlerine ulaşmış, sabit 2 saat süreyle N₂ gazı kullanılarak Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemine tabi tutulmuş AISI 5115 çeliğinin nitrürlenmesi sonucunda, farklı işlem parametrelerine bağlı olarak farklı tabaka kalınlıkları fakat benzer mikroyapılar görülmüştür. İmplantasyon deneyleri esnasında darbeli doğru akımın gerilim, frekans ve periyot değerleri değiştirilmiş ve buna bağlı değişimler gözlemlenmiştir. PIII işlemi sonucunda numune yüzeylerinde meydana gelmiş tabaka yapıları ve mikroyapısal değişimler aşağıdaki 500X büyütme ile çekilmiş SEM resimlerinde verilmiştir:



Şekil 5.16 İşlem görmemiş AISI 5115 çeliğine ait optik mikroskop resimleri



(a)
(b)
Şekil 5.17 Numune 1 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey
(b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



(a)

(b)

Şekil 5.18 Numune 2 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b)Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



Şekil 5.19 Numune 3 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



Şekil 5.20 Numune 4 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



Şekil 5.21 Numune 5 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



(a)

(b)

Şekil 5.22 Numune 6 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit silindirik yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



(a)

(b)

Şekil 5.23 Numune 7 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



Şekil 5.24 Numune 8 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



Şekil 5.25 Numune 9 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



Şekil 5.26 Numune 10 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



Şekil 5.27 Numune 11 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



Şekil 5.28 Numune 13 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



Şekil 5.29 Numune 14 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (C) Difüzyon tabakası



Şekil 5.30 Numune 16 için SEM ile elde edilmiş mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Kesit yüzey, (C) Difüzyon tabakası

Silindirik tüm numunelerin Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemi sonrasında çap üzerinden talaş alınmak suretiyle yarım silindirik numuneler şekline getirildiğini ve zımparalama, parlatma ve dağlama işlemlerinden geçirilip incelemeye hazır hale getirildiğini belirtmiştik. Böylece yukarıdaki resimlerden de anlaşılacağı üzere tüm numuneler geometrik olarak hem üst düzlemsel yüzeylerinden hem de yan silindirik yüzeylerinden incelenme imkanına kavuşmuştur.

İmplantasyon işlemi sonucunda AISI 5115 çeliğinin bütün yüzeylerinde tüm deneyler ve numuneler için daha önce açıklamış olduğumuz ve XRD sonuçlarıyla desteklediğimiz bileşik tabaka ya da diğer ismiyle beyaz tabaka (ϵ -Fe₂₋₃N ve γ -Fe₄N) ve difüzyon tabakalarının (α -Fe ve sert nitrürler) varlığı SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) incelemeleri sonucunda da görüldüğü üzere desteklenmektedir. Sadece 16 numaralı numune için yan silindirik yüzeyde bileşik tabaka oluşmamıştır.

Üstte gelişmiş olan tabaka bileşik tabakadır ve ε -Fe₂₋₃N ve γ -Fe₄N fazlarının karışımını içermektedir. Onun hemen altındaki tabaka ise pozitif yüklü azot iyonlarının yüksek bir enerji ile difüze olarak çeliğin iç yapısına girdiği ve burada α -Fe ferritik çeliğiyle birleşerek sert nitrürleri oluşturduğu difüzyon tabakasıdır. Difüzyon tabakası α -Fe ve sert nitrür yapılarının karışımını ihtiva eder. Difüzyon tabakasından daha derinlere indiğimizde ise sadece α -Fe yapısından oluşan ferritik AISI 5115 çeliğinin yapısıyla karşılaşmaktayız.

Yukarıdaki resimlerde gördüğümüz tabaka kalınlıkları SEM fotoğraflarından yararlanılarak ölçülmüştür. Bütün numuneler için ölçümler numulerin hem üst düzlemsel yüzeylerinden hem de yan silindirik yüzeylerinden gerçekleştirilmiştir. Ölçümler her tabaka için üç farklı noktadan yapılmış ve ortalamaları alınarak aşağıda tablo halinde verilmiştir.

	Bileşik Tabaka (Beyaz Tabaka)(µm)		Difüzyon Tabakası (µm)	
DENEY NO				
(NUMUNE NO)	Üst	Yan	Üst	Yan
	Düzlemsel	Silindirik	Düzlemsel	Silindirik
	Yüzey	Yüzey	Yüzey	Yüzey
1	6,25	5	32,9	35,32
2	12,9	6,16	23,75	60
3	5,62	5	34,16	10,83
4	5,58	3	28,33	17
5	5,41	8	18,75	27
6	6,6	2,33	22	36
7	2,91	4,66	18,3	12
8	12,91	4,33	22,5	31,328
9	3,75	5	27,5	34
10	5,21	2,33	48,3	20,66
11	5	6,33	30	18,33
13	12,08	3	70,83	60
14	5,83	3,66	58,3	14
16	4,16	YOK	54,16	55,32

Tablo 5.1 Bileşik tabaka ve Difüzyon tabakası Kalınlıkları

Her bir numunenin geometrik açıdan düzlemsel yüzeyi ile silindirik yüzeyi arasında oluşan tabaka kalınlık farkları aşağıda karşılaştırmalı grafikler şeklinde verilmiştir:



Şekil 5.31 Tüm numuneler için Bileşik tabaka Kalınlıklarının Üst düzlemsel yüzey ile Yan silindirik yüzey arasında geometrik açıdan karşılaştırılması





Her bir numune için üst düzlemsel yüzeylerinde ve yan silindirik yüzeylerinde oluşan tabakaların kalınlık kıyaslaması aşağıda grafikler şeklinde verilmiştir:



Şekil 5.33 Tüm numuneler için Üst düzlemsel yüzeyde oluşan tabakaların kalınlık kıyaslamaları



Şekil 5.34 Tüm numuneler için Yan silindirik yüzeyde oluşan tabakaların kalınlık kıyaslamaları

PIII işlemi ile yapılan deneylerde deney parametreleri incelendiğinde, darbeli doğru akım için gerilim değerinin yükselmesi ile ulaşılan maksimum sıcaklık arasında herhangi bir bağlantının bulunmadığı görülmektedir (Tablo 4.7 ve Tablo 4.8). Buna nazaran darbeli doğru akım için frekans değerlerinin arttırılması ulaşılan maksimum sıcaklık değerlerinde çok etkili olmakta ve paralel olarak yükselmesini sağlamaktadır. Çünkü frekans arttıkça birim zamanda malzeme yüzeyine çarpan azot iyonu miktarı artmakta, böylece malzemeye aktarılan enerji miktarı artmakta bu da sıcaklığın yükselmesine neden olmaktadır. İşlem sırasında akım değerleri sürekli düşüş göstermiştir. Bunun nedeni de sıcaklık yükseldikçe numunenin zamanla oluşan tabakanı direnci arttırması olarak açıklanabilir.

Yukarıda verdiğimiz tabaka kalınlıkları ile ilgili kıyaslamalar incelediğinde, daha önce bahsedilmiş olan çalışma parametrelerine göre, tüm deney numunelerinde difüzyon tabakası kalınlıklarının bileşik tabaka kalınlıklarına nazaran oldukça fazla olduğu görülmektedir. Geometrik açıdan hem üst düzlemsel yüzeydeki hem de yan silindirik yüzeydeki difüzyon tabakası kalınlıkları bileşik tabaka kalınlıklarından fazladır (Şekil 5.33 ve 5.34).

İyonitrürasyon ve Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemlerinde üst yüzeyde oluşan Beyaz tabaka veya Bileşik tabaka kalınlığının mümkün olduğunca minimum seviyede olması istenmektedir. Ayrıca tek fazlı (sadece ε -Fe₂₋₃N) yapıdan oluşmuş bir beyaz tabaka her zaman daha iyi mekanik sonuçlar vermektedir. Çünkü iki fazın birlikte (ε -Fe₂₋₃N ve γ -Fe₄N) ve kalın bir katman halinde oluştuğu durumlarda iç gerilmeler artarak gevrek kırılmaya olan eğilim artmaktadır. Bu çalışmada iki fazlı bir bileşik tabakanın oluştuğu görülmüştür. Difüzyon tabakasında ise ufak ve sık dağılmış sert nitrürler vardır. Azot atomları daha yüksek enerjili bölgeler olan tane sınırlarından difüze olurlar ve buralarda bulunan karbür fazları ile birleşerek çok gevrek olan karbonitrürleri oluştururlar. Böylece difüzyon tabakasının gerilmelere olan hassasiyeti artmış olur. Halbuki işlem sırasında karbon içermeyen bir gaz kullanarak yüzeye yakın yerlerdeki karbonitrürleri daha derinlere itmek mümkündür. Böylece difüzyon tabakasının kalınlaşması sağlanmakta ve aşınma, yorulma direnci (mukavemeti) gibi mekanik özellikler yükseltilmektedir.

Şekil 5.33'ten numunelerin üst düzlem yüzeylerindeki tabakalar, yukarıda bahsedilen açıklama ışığında, çalışma parametrelerine dayanarak kıyaslandığında; 8 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 3 numaralı (1500 Hz, 55 µs, 218,3 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 12 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 4 numaralı (150 Hz, 10 µs, 53,8 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 15 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 9 numaralı (1500 Hz, 55 µs, 329,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 20 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 10 numaralı (150 Hz, 10 µs, 85,5 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu ve 30 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 14 numaralı (600 Hz, 25 µs, 139,5 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu söylenebilir. Gerilim değerindeki artışın beyaz tabaka kalınlığındaki değişimle doğrusal bir ilişkisi olmadığı görülmektedir. Ancak difüzyon tabakası kalınlıklarının, yüksek gerilim değerlerinde iyonların kinetik enerjilerinin artmasından dolayı oldukça arttığı, 12 kV - 15 kV gerilim değeri civarlarında ise düştüğü görülebilir. Biraz önce bahsettiğimiz numunelerin frekans, periyot ve ulasılan maksimum sıcaklık değerlerine baktığımızda farklılıklar gözlemekteyiz. Bu nedenle frekans, periyot ve ulaşılan maksimum sıcaklık değerlerindeki artışın da tabaka kalınlıklarındaki değişimle doğrusal bir ilişkisinin olmadığı söylenebilir.

Şekil 5.34'ten numunelerin yan silindirik yüzeylerindeki tabakalar, yine yukarıda bahsedilen açıklama ışığında, çalışma parametrelerine dayanarak kıyaslandığında; 8 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 2 numaralı (600 Hz, 25 µs, 81,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 12 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 6 numaralı (1500 Hz, 55 µs, 278,3 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 15 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 9 numaralı (1500 Hz, 55 µs, 329,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 20 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 10 numaralı (150 Hz, 10 µs, 85,5 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu ve 30 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 13 numaralı (150 Hz, 10 µs, 52,8 °C ulaşılan maksimum

sıcaklık) numunede olduğu söylenebilir. Gerilimin düşük olduğu 8 kV ve yüksek olduğu 30 kV – 40 kV değerlerde difüzyon tabakasının kalınlaştığı gözlenmektedir ancak gerilim değerindeki artışın beyaz tabaka kalınlığındaki değişimle doğrusal bir ilişkisi olmadığı yine aşikardır. Yukarıda verdiğimiz optimum numune örneklerinde frekans, periyot ve ulaşılan maksimum sıcaklık değerlerine baktığımızda farklılıklar gözlemekteyiz. Bu yüzden frekans, periyot ve ulaşılan maksimum sıcaklık değerlerindeki artışın da yine tabaka kalınlıklarındaki değişimle doğrusal bir ilişkisinin olmadığı söylenebilir.

Buna göre bu çalışmada en düşük bileşik tabaka kalınlığında olan ve en fazla difüzyon tabakası kalınlığına sahip olan numunenin işlem parametreleri, mekanik özellikleri iyileştirmek açısından en uygun optimum parametreler olacağı verilebilir. Dolayısıyla 16 numaralı numune mekanik özellikleri iyileştirme açısından uygun parametrelerde işlem görmüş diyebiliriz. Çünkü bu numunenin üst düzlemsel yüzeyinde sadece 4,16 µm'lik bileşik tabaka kalınlığı ve 54,16 µm'lik oldukça iyi difüzyon tabakası kalınlığı, yan silindirik yüzeyinde ise bileşik tabaka oluşmayan ve 55,32 µm gibi iyi bir difüzyon tabakası kalınlığına sahip bir yapısı bulunmaktadır. 16 numaralı deneyin çalışma parametreleri darbeli doğru akım için 40 kV gerilim, 150 Hz frekans, 10 µs periyot ve 52°C ulaşılan maksimum sıcaklık, azot işlem gazı, 2 saat işlem süresidir ve yüzeyin mekanik özelliklerini iyileştirme açısından en uygun parametrelerdir.

Geometrik açıdan numunelerin üst düzlemsel yüzeyleri ile yan silindirik yüzeylerinde oluşan bileşik tabaka kalınlıkları ve difüzyon tabakası kalınlıkları arasında deney parametrelerine (maksimum sıcaklık, gerilim, frekans, periyot) bağlı bir bağlantının olmadığı kıyaslama grafiklerinde görülmektedir. Farklı sıcaklık, gerilim, frekans, periyot değerlerinde bazı deney parametrelerinde üst düzlemsel yüzeydeki bileşik tabaka kalınlığı yan silindirik yüzeye göre öne çıkarken, farklı bir çalışma parametresinde yan silindirik yüzeydeki bileşik tabaka kalınlığı üst düzlemsel yüzeye göre artış göstermektedir. Aynı durum difüzyon tabakaları için de geçerlidir. Örneğin bileşik tabaka kalınlıkları açısından bakıldığında; 5, 7, 9 ve 11 numaralı numunelerin üst düzlemsel yüzeylerinde kalınlık düşükken, yan silindirik

yüzeylerinde kalınlık fazladır. Geri kalan deneylerde yani 1, 2, 3, 4, 6, 8, 10, 13, 14, 16 numaralı numunelerde tam tersi olarak üst düzlemsel yüzeylerinde kalınlık fazlayken, yan silindirik yüzeylerinde kalınlık değeri daha düşüktür (Şekil 5.31). Difüzyon tabakası kalınlıkları açısından bakıldığında; 1, 2, 5, 6, 8, 9, 16 numaralı numunelerin üst düzlemsel yüzeylerinde kalınlık düşükken, yan silindirik yüzeylerinde kalınlık düşükken, yan silindirik yüzeylerinde kalınlık fazladır. Diğer deneylerde yani 3, 4, 7, 10, 11, 13, 14 numaralı numunelerde yukarıdakilerin tersine üst düzlemsel yüzeylerinde kalınlık fazlayken, yan silindirik yüzeylerinde kalınlık değeri daha düşüktür (Şekil 5.32). Deney parametreleri ile bu durum karşılaştırılmaya çalışıldığında parametreler belirli bir aralıkta yükselmesi veya azalması ile birlikte tabaka kalınlıklarında paralel bir değişim gözlenmemektedir ve tabaka kalınlıkları ile parametreler arasında bir bağlantı bulunmadığı anlaşılmaktadır. Geometrinin Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu'nda tabaka kalınlıklarına etkisi konusunun başka bir çalışmada daha ayrıntılı ve meseleye yönelik şekilde araştırılması uygun olacaktır.

5.3 Mikrosertlik Analizi

AISI 5115 çeliğinin sertlik değerleri gördüğü işleme bağlı olarak değişiklik göstermektedir ve bu değerler Tablo 3.4 te verilmiştir. İşlem görmemiş AISI 5115 çeliğinin sertlik değeri ise 200 HV ile 212 HV arasında değişmektedir. Malzeme yüzeyinde oluşmuş olan ε -Fe₂₋₃N, γ -Fe₄N, α -Fe, sert nitrürler gibi yeni fazların oluşumu ve azot konsantrasyonunun artışının sebep olduğu iyon implantasyonundan sonra yüzey sertliğinde artış görülür.

Deney numunelerinin sertliğinin ölçülmesinde 15 sn boyunca 10 gr yük ile Knopp mikrosertlik ölçme yöntemi (HK_{0,01}) kullanılmıştır. Böylece birkaç mikron mertebesindeki tabakalar bile ölçülebilmiştir. Ölçümler yan silindirik yüzeyin sabitleyici bir aparat üzerine oturtulması ile numunelerin üst düzlemsel yüzeylerinden yapılmış, yan silindirik yüzeylerden ölçüm yapılamamıştır. Bileşik tabaka, difüzyon tabakası ve normal çelik yapılarının bulunduğu bölgeler üç farklı noktadan ölçülmüş ve ortalamaları alınarak aşağıda hem Knopp değerleri hem de Vicker karşılıkları ile bir tablo halinde verilmiştir. Knopp sertlik değerleri Vickers sertlik değerlerine dönüştürülürken ASTM E 140-97 normu kullanılmıştır. Değerlendirmenin Vickers değerleri üzerinden yapılmasının nedeni literatür bilgileriyle kolayca kıyaslamaya geçilebilmesi amaçlıdır.

Deney No	Bileşik Tabaka	Difüzyon	İşlemsiz
(Numune No)	HV (HK)	Tabakası	AISI 5115
		HV (HK)	(DIN 16MnCr5)
			HV (HK)
1	330 (340)	300 (310)	208 (220)
2	415 (430)	359 (370)	208 (220)
3	368 (380)	359 (370)	208 (220)
4	339 (350)	290 (300)	208 (220)
5	424 (440)	406 (420)	208 (220)
6	406 (420)	378 (390)	208 (220)
7	339 (350)	310 (320)	208 (220)
8	469 (490)	424 (440)	208 (220)
9	496 (520)	433 (450)	208 (220)
10	290 (300)	270 (280)	208 (220)
11	349 (360)	310 (320)	208 (220)
13	406 (420)	368 (380)	208 (220)
14	368 (380)	330 (340)	208 (220)
16	406 (420)	368 (380)	208 (220)

Tablo 5.2 Numunelere ait sertlik değerleri

Bileşik tabakaya ve Difüzyon tabakasına ait sertliklerin Vickers normundaki değerleri aşağıda kıyaslamalı grafikler halinde verilmiştir:



Şekil 5.35 Tüm numuneler için Bileşik Tabaka Sertlikleri



Şekil 5.36 Tüm numuneler için Difüzyon Tabakası Sertlikleri



Şekil 5.37 Tüm numunelere ait Bileşik tabaka, Difüzyon tabakası ve İşlemsiz AISI 5115 çeliğinin serlik değerleri

Grafikler incelendiğinde, tüm numuneler için bileşik tabaka sertliklerinin difüzyon tabakası sertliklerine göre yüksek değerlerde olduğu, difüzyon tabakası sertliklerinin ise işlem görmemiş AISI 5115 çeliğinin sertliğine göre yüksek değerlerde olduğu görülmektedir (Şekil 5.37).

Şekil 5.35'deki bileşik tabaka sertlikleri incelendiğinde, 8 kV çalışma parametresi değerine sahip 1, 2, 3 numaralı numuneler içerisinde 1 numaralı numunenin (150 Hz, 10 μs, 51,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) en düşük bileşik tabaka sertliğine, 2 numaralı numunenin (600 Hz, 25 μs, 81,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) en yüksek bileşik tabaka sertliğine sahip olduğu görülmektedir. Benzer durum 12 kV çalışma parametresi değerine sahip 4, 5, 6 numaralı numuneler için de geçerlidir. 15 kV çalışma parametresi değerine sahip 7, 8, 9 numaralı numunelere ve 20 kV çalışma parametresi değerine sahip 10, 11 numaralı numunelere bakıldığında, maksimum sıcaklık, frekans değerlerinin arttıkça sertlik değerlerinin de arttığı gözlenmektedir. 30 kV çalışma parametresi değerine sahip 13, 14 numaralı numunelere ise tam tersine maksimum sıcaklık, frekans değerlerinin arttıkça sertlik değerlerinin azaldığı gözlenmektedir.

En yumuşak bileşik tabaka 10 numaralı numunede (20 kV, 150 Hz, 10 μ s, 52,8°C maksimum sıcaklık), en sert bileşik tabaka ise 9 numaralı numunede (15 kV, 1500 Hz, 55 μ s, 329,2°C maksimum sıcaklık) elde edilmiştir. Buna göre 12 kV darbeli doğru akım değerine kadar olan parametrelerde çalışıldığında, çok yüksek veya çok düşük sıcaklık, frekans ve periyot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte faydalı olmadığı, optimum değerlerin uygun olduğu söylenebilir. 15 kV – 20 kV aralığında yüksek sıcaklık, frekans ve periyot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte yararlı olduğu, 30 kV ve üstü darbeli doğru akım gerilimlerinde ise düşük sıcaklık, frekans ve periyot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte yararlı olduğu, 30 kV ve üstü darbeli doğru akım gerilimlerinde ise düşük sıcaklık, frekans ve periyot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte yararlı olduğu, 30 kV ve üstü darbeli doğru akım gerilimlerinde ise düşük sıcaklık, frekans ve periyot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte yararlı olduğu söylenebilir.

Şekil 5.36'daki difüzyon tabakası sertlikleri incelendiğinde, 8 kV çalışma parametresi değerine sahip 1, 2, 3 numaralı numuneler içerisinde 1 numaralı numunenin (150 Hz, 10 µs, 51,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) düşük difüzyon tabakası sertliğine, 2 numaralı numunenin (600 Hz, 25 µs, 81,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) ve 3 numaralı (1500 Hz, 55 µs, 218,3 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunenin yüksek difüzyon tabakası sertliğine sahip olduğu görülür. 12 kV calışma parametresi değerine sahip 4, 5, 6 numaralı numuneler içerisinde 5 numaralı numunenin (600 Hz, 25 µs, 149,3 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) en yüksek serlik değerine, 4 numaralı numunenin (150 Hz, 10 µs, 53,8 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) en düşük sertlik değerine sahip olduğu görülür. 15 kV çalışma parametresi değerine sahip 7, 8, 9 numaralı numunelerde ve 20 kV çalışma parametresi değerine sahip 10, 11 numaralı numunelerde, ulaşılan maksimum sıcaklık, frekans parametreleri arttıkça difüzyon tabakası sertliğinin arttığı görülmektedir. 30 kV çalışma parametresi değerine sahip 13, 14 numaralı numunelerde ise tam tersine ulaşılan maksimum sıcaklık, frekans parametreleri arttıkça difüzyon tabakası sertliğinin azaldığı görülmektedir. En yumuşak difüzyon tabakası 10 numaralı numunede (20 kV, 150 Hz, 10 µs, 52,8°C maksimum sıcaklık), en sert difüzyon tabakası ise 9 numaralı numunede (15 kV, 1500 Hz, 55 µs, 329,2°C maksimum sıcaklık) elde edilmiştir. Böylece 12 kV darbeli doğru akım değerine kadar olan parametrelerde çalışıldığında, çok yüksek veya çok düşük sıcaklık, frekans ve periyot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte faydalı olmadığı, bir optimum sıcaklığın uygun olduğu söylenebilir.

15 kV – 20 kV aralığında yüksek sıcaklık, frekans ve periyot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte yararlı olduğu, 30 kV ve üstü darbeli doğru akım gerilimlerinde ise düşük sıcaklık, frekans ve periyot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte faydalı olduğu söylenebilir. Buna göre, bileşik tabaka ve difüzyon tabakası sertliklerinin çalışma parametrelerine bağlı olarak birbirine paralel şekilde değiştiği artığı ya da azaldığı görülmektedir.

Bu tez çalışmasına göre, en uygun çalışma parametreleri olarak; eğer yüzeyde çok sert tabakalar elde edilmek isteniyorsa 15 kV, 1500 Hz, 55 µs parametreleri, eğer çok sert tabakalar elde edilmek istenmiyorsa 20 kV, 150 Hz, 10 µs parametreleri verilebilir. Bu parametrelere göre elde edilmiş en yüksek tabaka sertlik değerleri 9 numaralı numuneye (15 kV, 1500 Hz, 55 µs, 329.2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) aittir. Bu numunenin bileşik tabaka sertliği 496 HV, difüzyon tabakası sertliği 433 HV değerindedir ve işlem görmemiş AISI 5115 çeliğine (208 HV) göre bileşik tabaka sertliği % 238 yani yaklaşık 2,5 kat, difüzyon tabakası sertliği % 208 yani yaklaşık 2 kat artmıştır.

BÖLÜM ALTI

SONUÇLAR

6.1 Sonuçlar

Bu çalışmada, AISI 5115 (DIN 16MnCr5) çelik numuneleri, farklı implantasyon parametreleri altında Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemine tabi tutulduktan sonra numunelerin değişen özellikleri incelenmiş ve değerlendirilmiştir. Böylece plazma daldırma iyon implantasyonu sonrasında değişen özellikler üzerinde implantasyon parametrelerinin etkisi araştırılmıştır. Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemi sonucunda numunelerin yüzeyinde gelişen tabakaların mikroyapıları, kalınlıkları, mikrosertlikleri, X-ray difraksiyon analizi ve SEM fotoğrafları incelenmiş ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

Bu çalışmada AISI 5115 (DIN 16MnCr5) çeliğine Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemi 2 saat sabit süre ile N₂ gazı ortamında 8 kV – 40 kV darbeli doğru akım gerilimi, 150 Hz – 1500 Hz frekans ve 10 μ s – 55 μ s periyot aralıklarında gerçekleştirilmiştir. Numuneler ø18 x 12 mm boyutlarında yarım silindir şeklindedir. Farklı işlem parametrelerinin değişik açılardan avantaj veya dezavantajlarının olduğu görülmüştür.

XRD çalışmalarında ε -Fe₂₋₃N, γ -Fe₄N ve sert nitrürler içeren α -Fe olmak üzere tüm deney numunelerinde üç farklı faz tespit edilmiş, parametrelerin değişimi ile bu fazların piklerinde ufak değişimler gözlenmiştir. En yüksek faz pikleri (tabaka yoğunlukları) 20 kV, 150 Hz, 10 µs, 85,5°C maksimum sıcaklık parametreleri ile 20 kV, 600 Hz, 25 µs, 275,8°C maksimum sıcaklık parametrelerinde, en düşük faz pikleri (tabaka yoğunlukları) ise 8 kV, 1500 Hz, 55 µs, 218,3°C maksimum sıcaklık parametrelerinde gözlenmiştir.

SEM incelemelerinde numunelere ait içyapı ve tabaka yapılarının fotoğrafları 500X büyütme altında çekilmiş ve bu fotoğraflardan Plazma Daldırma İyon İmplantasyonuna maruz bırakılmış AISI 5115 çeliğinin yüzeyinde ε -Fe₂₋₃N ve γ -Fe₄N bileşik tabakasının oluşmuş olduğu, bu tabakanın altında ise sert nitrürler içeren α -Fe difüzyon tabakasının oluşmuş olduğu gözlenmiştir. Oluşmuş olan tabakaların kalınlıkları ölçülmüş ve kıyaslanmıştır. Tabaka kalınlıkları açısından en uygun çalışma parametreleri 40 kV gerilim, 150 Hz frekans, 10 µs periyot ve 52°C ulaşılan maksimum sıcaklık, azot işlem gazı, 2 saat işlem süresi olarak belirlenmiştir. Mekanik özellikleri iyileştirme açısından ulaşılan en iyi tabaka kalınlık değerleri üst düzlemsel yüzey için 4,16 µm'lik bileşik tabaka kalınlığı ve 54,16 µm'lik difüzyon tabakası kalınlığı, yan silindirik yüzey için oluşmamış bileşik tabaka ve 55,32 µm'lik difüzyon tabakası kalınlığı olarak belirlenmiştir.

Mikrosertlik incelemeleri sonucunda işlem görmüş tüm numunelerde AISI 5115 çeliğine nazaran belirgin sertlik artışları gözlenmiştir. Hem bileşik tabaka hem de difüzyon tabakası açısından en sert tabakaların oluştuğu parametreler 15 kV, 1500 Hz, 55 µs, 329.2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık olarak belirlenmiştir. Bu parametre değerlerinde bileşik tabaka sertliği 496 HV, difüzyon tabakası sertliği 433 HV değerindedir. İşleme tabi tutulmamış AISI 5115 çeliğine göre bileşik tabaka sertliği % 238 yani yaklaşık 2,5 kat, difüzyon tabakası sertliği % 208 yani yaklaşık 2 kat artmıştır.

- Alves Jr., C., Rodrigues, J.A. & Martinelli, A.E. (1999). The Effect of Pulse Width on The Microstructure of Dc Plasma Nitrided Layers. *Surface and Coatings Technology*, (122), 112-117.
- Anders, A. (2000). Handbook of plasma immersion ion implantation and deposition. Lawrence Berkeley National Laboratory, A Wiley – Interscience Publication, John Wiley & Sons, Inc.
- Anders, A. (1997) Metal plasma immersion ion implantation and deposition: a review, Lawrence Berkeley National Laboratory, University of California, Berkeley, CA 94720, USA, Surface and Coatings Technology, (93), 1997, 158-167.
- Askeland, D.R. (1994). The science and engineering of materials. *VNR International,* USA.
- ASM Metals Handbook, (1990). *Stainless steels, tool materials and species-purpuse metals titanium and titanium alloys* (Ninth ed.). (3) Properties and Selection, 352.
- Aw, P.K., Batchelor, A.W., & Loh, N.L. (1997). Structure And Tribological Properties of Plasma Nitrided Surface Films on Inconel 718. Surface and Coatings Technology, (89), 70–76.
- Bayça, S. U. & Şahin S. (2004). Borlama. Mühendis ve Makina, (532), 51-59.
- Bell, T. (2000). Towards a universal surface engineering road map. *Surf. Eng.*, (16), 89-90.

Bengisu, Ö. (1983). Vakum Mühendisliği. DEU. Mühendislik Fak. Yayını, İzmir.

- Berghaus, B. (1932) Process for The Surface Treatment of Metal Pieces. (German). *German patent DRP*, 668.639.
- Brokman, A., & Tuler, F.R., J. (1981). A Study of the Mechanisms of Ion Nitriding by the Application of a Magnetic Field. *Applied Physics, (52), 468-471.*
- Budinski, K. G., & Budinski, M. K. (1999). Engineering materials properties and selection (6th ed.). Ohio: Prentice Hall Inc.
- Callister, W. D. (1997). *Materials Science and Engineering* (Fourth ed.). United States of America: John Wiley & Sons Inc., (13), 410-425.
- Çelik, A., Alsaran, A., Karakan, M. (2002). *Plazma ile termokimyasal yüzey işlemleri*. Mühendis ve Makina, Sayı: (510).
- Çelik, A., Karadeniz & S. Kaymaz, (1995). *Plazma destekli modern yüzey işlemleri*.6. Denizli Malzeme Sempozyumu, 134-142.
- Chen, F.F., & Chang, J.P. (2002). *Lecture Notes on Principles of Plasma Processing*, Plenum/Kluwer Publishers.
- Czerwiec, T., Michel, H., & Bergmann, E. (1998). Low-pressure, High-Density Plasma Nitriding: Mechanisms, Technology And Results. *Surface and Coatings Technology*, 108–109.
- Czerwiec, T., Renevier, N., Michel, H. (2000). Low-Temperature Plasma-Assisted Nitriding. *Surface and Coatings Technology*, (131), 267.

Dal, K. (1993). Manufacturing Engineer's Reference Book. Butterwoorth-Heinman.

Demirci, H. (2004). Malzeme Bilgisi ve Malzeme Muayenesi, Alfa Yayınları.

- Djouadi, M., A., Nouveau, C., Banakh, O., Sanjinés, R., Lévy, F., Nouet, G., (2002). Stress profiles and thermal stability of CrxNy films deposited by magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, (151-152), 510-514.
- Edenhofer, B. (1974). Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding. *Heat Treatment of Metals*, (1), 23-28.
- Edenhofer, B. (1976). The ionitriding process-thermochemical treatment of steel and cast iron materials. *The Metallurgist and Materials Technologist*. 8 (no:4), 275-282.
- Ensinger, W. (1998). Modification of mechanical and chemical surface properties of metals by plasma immersion ion implantation. *Surface and Coatings Technology*, 100-101, 341-352.
- Epik, Ö., Epik, H., Sever, K., Karadeniz, S., (2004). İyon implantasyonu ile metal yüzeyi ıslahı. *II. Ulusal Parçacık Hızlandırıcıları ve Uygulamaları Kongresi*, Ankara.
- Güleç, Ş., & Aran, A. (1995) *Malzeme bilgisi Cilt II*. İTÜ Makina Fakültesi Ofset Atölyesi, İstanbul.
- Habashi, F. (1997). *Handbook of Extractive Metallurgy*. (2), WILEY-VCH, Germany.
- Hombeck, F., & Bell, T. (1991). Environmentally Harmless Plasma Thermochemical Process. *Surface Engineering*, (7.1), 45-52.
- Kahraman, F., Karadeniz, S. (2011). Characterization and Wear Behavior of Plasma Nitrided Nickel Based Dental Alloy Plasma Chem, *Plasma Process*, (31), 595– 604.

Karadeniz, S. (1984). Plazma ve endüstrideki yeri. ODTÜ, Ankara.

Karadeniz, S. (1990). Plazma Tekniği. *Makine Mühendisleri Odası, Yayın, No:* (137), *1990*, Ankara.

- Karadeniz, S. (2000). Kaynak Yöntemleri Cilt 1 Eritme Kaynağı, Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Basım Ünitesi, Yayın No: (190), 2000, İzmir.
- Karadeniz, S., Kahraman, F. (2006) İyon implantasyonu ile Yüzeyleri ıslah edilen çeliklerin yüzey özelliklerinin incelenmesi, *Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, (Proje No: 03.KB.FEN.024, Kasım 2006),* İzmir, 14-18.
- Karadeniz, S. (2007). Kaynak Makinaları.
- Karakan, M. (1998). Gaz karışımlarının iyon nitrürasyon işlemi üzerine etkisinin incelenmesi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, (1998), Erzurum, 27-29.
- Matsuda, F., Nakata, K., Makishi, T., & Kiya, S. (1988). Method and apparatus for reactive plasma surfacing *Trans, JWRI* (17), 127.

Mierdel, G. (1972). Was ist Plasma. VEB Verlag Technik, Berlin.

- Onaran, K. (2003). *Malzeme Bilimi, Bilim* Teknik Yayınevi, Baskı No (9), Eylül 2003.
- Saklakoğlu, İ.E. (2004). Plazma Ortamında iyon aşılama yöntemiyle modifiye edilen kesici takımlarda takım ömrünün belirlenmesi, Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği, Konstrüksiyon-İmalat AnabilimDalı, (2004), Manisa, 4-14.
- Saklakoğlu, N., Saklakoğlu, İ.E. (2004). Plazma ortamında iyon aşılama yöntemi, genel prensipleri ve uygulama alanları, Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisleri Odası Mühendis ve Makine Arşivi, Sayı (528), Ocak, 2004.
- Smith, W.F. (1993). Structure and Properties of Engineering alloys. II. Edition. McGraw-Hill.
- Sun, Y., & Bell, T. (1991). Plasma Surface Engineering Of Low Alloy Steel. Mater. Sci. Eng., (140A), 419–434.

Topbaş, A. (1998). Çelik ve Isıl İşlem El Kitabı.

- Tek, Z., Gungor, M.A., Cal, E., Sonugelen, M., Artunc, C., & Oztarhan, A. (2002). Comparison of The Mechanical Properties Of Nitrogen Ion Implantation And Micro-Pulsed Plasma Nitriding Techniques Of Cr–Ni Alloy. Surface and Coatings Technology, (158–159), 157–163.
- Weissbach, W. (1993). *Malzeme Bilgisi ve Muayenesi* (4. Baskı) (Selahaddin Anık, Sabri Anık, Murat Vural, Çev.). İstanbul, Birsen Kitabevi.