

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

PLAZMA DALDIRMA İYON İMPLANTASYONU
UYGULANMIŞ AISI 4140 ÇELİĞİNİN YÜZEY
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Serhat ESKİ

Mayıs, 2010

İZMİR

**PLAZMA DALDIRMA İYON İMPLANTASYONU
UYGULANMIŞ AISI 4140 ÇELİĞİNİN YÜZEY
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi

Makina Mühendisliği Bölümü, Konstrüksiyon- İmalat Anabilim Dalı

Serhat ESKİ

Mayıs, 2010

İZMİR

YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

SERHAT ESKİ, tarafından **PROF. DR. SÜLEYMAN KARADENİZ** yönetiminde hazırlanan “**PLAZMA DALDIRMA İYON İMPLANTASYONU UYGULANMIŞ AISI 4140 ÇELİĞİNİN YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof.Dr.Süleyman KARADENİZ

Yönetici

Prof. Dr. N. Sefa KURALAY

Jüri Üyesi

Doç. Dr. Mustafa TOPARLI

Jüri Üyesi

Prof.Dr. Mustafa SABUNCU

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŐEKKÜR

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.

Deneyleerin yapılması ve numunelerin hazırlanması sırasında göstermiş olduđu sabır, alaka, iyi niyetten, çok değerli fikirlerinden ve yaptıđı yardımlardan dolayı değerli ve çok saygıdeğer hocalarım Prof. Dr. Sayın Ayhan ÇELİK'e, Doç. Dr. Sayın Mustafa TOPARLI' ya, Arş. Gör. Sayın Fatih YETİM'e, 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 Murat YILDIRIM'a, Sayın Gözde YAĞCI'ya ve Sayın Karl BARUCKI'ye teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Ayrıca, eğitim hayatım boyunca hem maddi ve hem de manevi desteđini benden esirgemeyen canım babam ve canım halama teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

Serhat ESKİ

PLAZMA DALDIRMA İYON İMPLANTASYONU UYGULANMIŞ AISI 4140 ÇELİĞİNİN YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZ

Plazma daldırma iyon implantasyonu yöntemi dünya üzerinde çok yeni bir teknolojidir, parçaların hem ömrünün uzatılması ve hem de parçanın kullanım ömrü süresince kullanım kalitesinin artırılmasını sağlayan bir yöntemdir. Plazma daldırma iyon implantasyonu, azot, karbon ve bor gibi elementlerin iyonlarının bir katı kütle içine herhangi bir yöntemle enjekte edilmesini amaçlamaktadır. Plazma daldırma iyon implantasyonu (PIII veya PI^3) yöntemi, yüksek enerjiye sahip iyonların yüzeye bombardımanı ile iyi bir yüzey modifikasyonu sağlar.

Modern yüzey kalitesi geliştirme yöntemlerinden biri olan plazma daldırma iyon implantasyonu, yarı iletkenlerin üretiminden, makine parçalarının yüzey özelliklerinin iyileştirilmesine hatta bio-uyumlu vücut içi protez malzemelerinin geliştirilmesine kadar pek çok uygulama alanına sahiptir. İyon implantasyonu yöntemi uygulanmış malzeme yüzeylerinde, yüksek sertlik, yorulma ve aşınma dayanımı ile korozyon direnci yüksek bir tabaka elde edilir.

Bu tez çalışmasında AISI 4140 (42CrMo4) ıslah çeliği 8 – 40 kV, 150 – 1500 Hz ve 10 – 55 μ s değerleri arasında farklı parametrelerde azot (N_2) gazı kullanılarak 2 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 4140 çeliği üzerinde ϵ -Fe_{2,3}N, γ -Fe₄N ve sert nitrürler içeren α -Fe olmak üzere üç farklı faz tespit edilmiştir. Bileşik tabaka ϵ ve γ fazlarından, difüzyon tabakası ise α -Fe sert nitrür fazlarından oluşmaktadır. SEM incelemeleri ile çekilmiş 500X büyütme fotoğraflar bu fazların oluşumunu

destekler. En ideal tabaka kalınlığının 40 kV gerilim, 150 Hz frekans, 10 µs peryot ve 52°C ulaşılan maksimum sıcaklık parametre değerlerinde oluştuğu görülmüştür. Yapılan mikrosertlik ölçüm sonuçlarına göre 15 kV, 1500 Hz, 55 µs, 329.2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık parametre değerleri en sert tabakaların oluşmasını sağlayan değerlerdir.

Anahtar sözcükler: İmplantasyon; İyon; Metal Plazması; Plazma; Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu ve Biriktirme; Vakum Arkı; Yüzey İşleme

INVESTIGATION OF SURFACE PROPERTIES OF PLASMA IMMERSION ION IMPLANTED AISI 4140 STEEL

ABSTRACT

Plasma immersion ion implantation method is a new technology in the world, this method provide increasing the lifetime of materials and increasing quality of existing materials. Plasma immersion ion implantation purposes that the ions of elements such nitrogen, carbon and boron penetrate into a solid mass with a kind of method. Plasma immersion ion implantation (PIII or PI³) is now a well-established method of adding high-energy ion bombardment to surface treatment processes.

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.

In this thesis study, AISI 4140 (42CrMo4) steel was nitrided by Plasma Immersion Ion Implantation between 8 – 40 kV, 150 – 1500 Hz and 10 – 55 μ s parameters by using nitrogen (N₂) for 2 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 ϵ -Fe_{2.3}N, γ -Fe₄N and α -Fe with hard nitrides were determined. Compaund layer contains of ϵ and γ phases, diffusion layer contains of α -Fe with hard nitrides. The 500X zoom photoghraphes taken by SEM researches support these phases existance. The most ideal layer thickness determined at 40 kV voltage, 150 Hz frequence, 10 μ s period and 52 °C maximum temperature parameters. As a result of microhardness tests, 15 kV voltage,

1500 Hz frequency, 55 μ s period and 329,2 °C 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
ÖZ	iv
ABSTRACT	vi

BÖLÜM BİR - GİRİŞ.....1

1.1 Giriş.....	1
----------------	---

BÖLÜM İKİ - PLAZMA VE PLAZMA İLE YÜZEY SERTLEŞTİRME.....5

2.1 Plazma.....	5
2.2 Plazmanın Elde Edilmesi	7
2.2.1 Elektrik Boşalma Mekanizması.....	7
2.2.2 Parlak Boşalma (Glow Discharge)	7
2.2.3 Plazmanın Özellikleri	9
2.2.4 Plazma Çeşitleri.....	10
2.3 Difüzyon.....	11
2.3.1 Difüzyon Mekanizmaları	12
2.3.2 Difüzyon için Aktivasyon enerjisi.....	12
2.3.3 Atomsal Yayınım Kuralları.....	13
2.3.3.1 Birinci Yayınım Kuralı ya da 1. Fick Kanunu (Difüzyon Hızı)	13
2.3.3.2 İkinci Yayınım Kuralı ya da 2. Fick Kanunu (Kompozisyon profili) ..	15
2.3.4 Difüzyon Tipleri	15
2.4 YüzeY İşlem Tekniklerinin Sınıflandırılması.....	16
2.4.1 Plazma ile YüzeY Sertleştirme	20
2.4.1.1 Plazma ile Karbürleme.....	20
2.4.1.2 Plazma ile Nitrokarbürleme	21

2.4.1.3 Plazma ile Borlama.....	22
2.5 Nitrürleme ve İyon İmplantasyon Teknikleri.....	23
2.5.1 Banyo Nitrürleme	23
2.5.2 Gaz Nitrürleme	23
2.5.3 Plazma ile Nitrasyon (İyonitrasyon) (Plazma Nitrürleme)	24
2.5.3.1 İyonitürasyon Mekanizması.....	24
2.5.3.2 İyonitrasyon Düzeneği Ekipmanları	28
2.5.3.2.1 Vakum Pompası	29
2.5.3.2.2 Vakum Kabı	29
2.5.3.2.3 Güç kaynağı	30
2.5.3.2.4 Gaz Tüpleri	30
2.5.3.3 Demir Esaslı Malzemelerin Plazma Nitrürlemede Elde Edilen Nitür Yapıları.....	31
2.5.3.3.1 Beyaz Tabaka	31
2.5.3.3.2 Difüzyon Tabakası.....	32
2.5.3.4 İyon Nitrürlemenin Avantajları.....	32
2.5.4 İyon İmplantasyonu	34
2.5.4.1 İyon Aşılamanın Metalurjik Etkileri.....	36
2.5.4.2 İyon İmplantasyonunun Diğer Yöntemlerden Farkları.....	37
2.5.4.3 İyon İmplantasyonunun Avantaj ve Dezavantajları	38
2.5.4.4 İyon İmplantasyonu Ekipmanları	39
2.5.4.4.1 İyon İmplantasyonunda Kullanılan İyon Kaynakları	41
2.5.4.4.2 Mikrodalga İyon Kaynağı.....	41
2.5.5 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu (Plazma Daldırma İyon Aşılama)	42
2.5.5.1 Geleneksel İyon İmplantasyonu ile Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun Karşılaştırılması	48
2.5.5.2 Plazma Nitrürleme ile Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun Karşılaştırılması	50
2.5.5.3 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu'nun Avantajları	53
2.5.5.4 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun Dezavantajları	54
2.5.5.5 PI^3 Yönteminin Uygulama Alanları	55

BÖLÜM ÜÇ - DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....61

3.1 Çalışmada Kullanılan Malzeme Özellikleri	61
3.1.1 Genel Özellikleri.....	61
3.1.2 Kimyasal bileşimi (%Ağırlık)	61
3.1.3 Ülke Standartlarında Yaklaşık Karşılıkları	62
3.1.4 Sıcak Şekillendirme ve Isıl İşlem	62
3.1.5 Kullanıldığı Yerler	63
3.1.6 Fiziksel Özellikleri.....	63
3.1.7 Mekanik Özellikleri	64
3.1.8 Termal Özellikleri.....	65
3.1.9 Elektriksel Özellikleri	66
3.1.10 AISI 4140 Çeliğinin Yaklaşık Kritik Sıcaklıkları	66
3.2 Numunelerin hazırlanması	67
3.3 Çalışma Parametreleri	67
3.4 Plazma Daldırma İyon İmplantasyon İşleminin Uygulanışı	75
3.5 Parlatma ve Dağlama İşlemleri	78
3.6 XRD (X – Işını Kırınımı) Çalışması.....	78
3.7 SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) ile İnceleme ve Tabaka Kalınlıklarının Ölçümü.....	79
3.8 Mikrosertlik Ölçümü.....	79

BÖLÜM DÖRT - DENEY SONUÇLARI VE DEĞERLENDİRME.....81

4.1 XRD (X – Işını Kırınımı) Analizi.....	81
4.2 Mikroyapı ve SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi.....	90
4.3 Mikrosertlik Analizi.....	103

BÖLÜM BEŞ - SONUÇLAR.....108

5.1 Sonuçlar.....	108
-------------------	-----

KAYNAKLAR.....110

BÖLÜM BİR

GİRİŞ

1.1 Giriş

Plazma nitrüleme fikri ve prensipleri ilk kez 1930'ların başlarında Almanya'da Bernard Berghaus tarafından ortaya atılmıştır (Berghaus, 1932). Berghaus'un bu konuda sonraki çalışmaları yüksek akımlarda parlak boşalmaların oluşturulması ve kontrolü ile ilgiliydi (Berghaus, 1939; Berghaus, 1956; Berghaus, 1964).

Almanya Cologne'de Berghaus tarafından kurulan özel bir şirket olan Klöckner Ionen firması, endüstriyel amaçlar için teknoloji oluşturmaya uğraş vermiştir. 1965 te Berghaus'un ölümünden sonra yöntemi uluslararası alanda ticari hale getiren Klöckner Ionen firması olmuştur (Hombeck ve Bell, 1991). Çeşitli ebatlardaki plazma nitrüleme sistemleri bu firma tarafından Almanya Cologne'de imal edilmiştir (Edenhofer, 1976). Artık günümüzde pek çok ülkede plazma nitrüleme endüstriyel sistemler halinde kullanılmaktadır.

Malzemelerin tribolojik özelliklerini iyileştirmek, yüzey sertliğini, aşınma direncini ve yorulma dayanımını artırmak amacıyla yapılan birçok yüzey işlem tekniği mevcuttur. Bu amaçla kullanılan yüzey işlemlerini öncelikle yüzeyde yeni bir tabaka oluşturulan ve tabaka oluşturmaksızın yapılan işlemler olmak üzere iki ana gruba ayırmak mümkündür. Yüzey işlemlerinden yeni bir tabaka ilavesinin olduğu ilk gruba, ince filmler, kaplamalar veya kaynaklı üst tabakalar (sert kaplamalar) girmektedir. Yüzeyde tabaka oluşturmaksızın modifikasyonu içeren ikinci gruba ise, karbon, azot ve bor gibi sertleştirici elementleri kullanarak yüzeylerin kimyasal kompozisyonunun değiştirilmesini içeren difüzyon yöntemleri girer. Bir parçanın yüzeyden içeriye doğru etkili bir şekilde sertliğini artırmak için çok sık olarak 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. Birinci kategoride, malzemenin yüzeyinin mikroyapısı değişirken, malzemenin iç kısımlarında herhangi bir değişim

olmamaktadır. İkinci kategoride, hem yüzeyin mikroyapısı hem de kompozisyonu değişmektedir. Üçüncü grup, ana malzeme ile alaşım oluşturan iyonik parçaların implantasyonu ile malzemenin üst yüzeyini (0,1 µm üzerinde) değiştiren implantasyon işlemini içerir.

Plazma nitrüleme, diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine göre nisbeten yeni bir yöntem olmakla birlikte, günümüze pek çok alanda uygulanmaktadır. Bunun temel nedeni diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine göre sağlamış olduğu üstünlüklerdir. Plazma nitrüleme yönteminin sağlamış olduğu önemli bir avantaj, nitrüleme sonrasında nitrürlenmiş yüzeyde sağlanan tribolojik özelliklerdeki iyileşmelerdir. Plazma nitrüleme yöntemiyle malzemelerin tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi önemli bir inceleme alanı olarak karşımıza çıkmaktadır. Beyaz tabaka (Fe_4N) oluşumunun azalması, daha küçük sıcaklıklarda nitrüleme yapılabilmesi, etkili bir nitrür tabakası kalınlık kontrolü, daha temiz çalışma ortamı, pürüzsüz bir nitrür tabakası oluşumu ve bu gibi avantajlar iyon nitrürasyonu yöntemini diğer nitrüleme tekniklerine göre üstün kılar.

Paslanmaz çelikler, takım çelikleri, alaşimsız çelikler, titanyum alaşımlar ve daha pek çok metalik malzemeler iyon nitrürasyonu işlemi ile daha iyi bir yüzey özelliğine sahip olabilirler.

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

Uygulamada, malzemelerin hem dinamik yükleri karşılayabilmek için sünek bir içyapıya hem de aşınmaya dayanıklı, sert, yorulma ve aşınma dayanımı yüksek, korozyon direnci iyi bir dış yüzeye sahip olması istendiğinde yüzey sertleştirme işlemleri uygulanır. Malzeme yüzeyine yapılan 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 mukavemetleri yükselmektedir. Bu sayede yüzeyleri aşınmaya dayanıklı, uzun ömürlü makine parçaları elde edilmektedir. Sonuçta hem malzemedan hem de maliyetten tasarruf edilerek hem ucuz hem de kaliteli mamuller elde edilmektedir. İmalattaki hedef de zaten budur.

Plazma daldırma iyon implantasyonu (PIII) yöntemi ise, geleneksel ışın-hattı implantasyonunun görüşü dışında kalan çizgi sınırlamalarını aşmak için düzlemsel olmayan parçaların iyon ışın işlemleri için Wisconsin Üniversitesi'ndeki Conrad ve arkadaşları ve Sidney'deki Avustralya Ulusal Bilim ve Teknoloji Organizasyonu tarafından geliştirilmiştir. Literatürde, Plazma Daldırma İyon implantasyonu (PIII veya PI3), plazma ortamında iyon implantasyonu yöntemi, Plazma Kaynak İyon Aşılması (PSII), Plazma Bazlı İyon İmplantasyonu (PBII), Plazma İyon İmplantasyonu (PII) veya Plazma Daldırma İmplantasyonu (PII) ve Plazma İmplantasyonu (PI veya π -tekniki) gibi değişik terimler ile ifade edilmektedir.

PIII sisteminin temel çalışma prensibi şu şekildedir: yüksek negatif gerilim darbeleri (pulsarı), bir gaz plazması içerisine daldırılan bir iletken levhaya uygulanır. Her bir darbe (puls) sırasında, bir elektriki kılıf levhaya bitişik şekilde oluşur. Kılıf içine giren gaz iyonları levhaya doğru hızlandırılır ve levha içine implante edilir. Gaz plazması (örneğin azot, oksijen, BF_3 , v.b.) kullanılan PIII sistemi, yüzey özelliklerini değiştirmek için iyi bir teknik olmuştur. Örneğin triboloji ve yarı-iletken uygulamaları açısından.

İyon implantasyonu(PIII) derinliği çok ince olmasına rağmen; malzemelerin aşınma, sürtünme ve korozyon dirençlerinde çok büyük iyileşmeler görülmüştür. Plazma daldırma iyon implantasyonu yöntemi, yarı-iletken malzemeleri işlemek için

geliştirilmiş olmakla beraber günümüzde metallerin ve alaşımların yüzeylerini işlemekte kullanılmaktadır. Pek çok metal, alaşım ve diğer mühendislik malzemelerine iyon implantasyonu yapılmıştır. Bunlara örnek olarak bakır ve alaşımları, çeşitli çelikler, sert maden uçlar, titanyum ve alaşımları, alüminyum ve alaşımları, plastikler ve seramikler verilebilir.

Bu çalışmada 8, 12, 15, 20, 30 ve 40 kV gerilim, 150, 600, 1500 Hz frekans ve 10, 25, 55 μ s periyot değerlerinde 2 saat sabit işlem süresinde azot gazı kullanılarak AISI 4140 (42 CrMo4) çeliği PIII işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem sonucunda çelik yüzeyinde oluşan tabakaların mikroyapıları, sertlikleri, kalınlıkları ve X-Ray difraksiyon analizi incelenmiştir. AISI 4140 çeliğine Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemi uygulanarak yüzeyde bileşik tabaka ve difüzyon tabakası oluşması sağlanır. Yüzeyde oluşturulan bileşik tabaka ve difüzyon tabakası istenilen tribolojik ve mekanik özelliklerin elde edilmesini sağlayan tabakalardır. Bu tabakalar sert nitrür fazlarını ihtiva ederler.

BÖLÜM İKİ

PLAZMA VE PLAZMA İLE YÜZEY SERTLEŞTİRME

2.1 Plazma

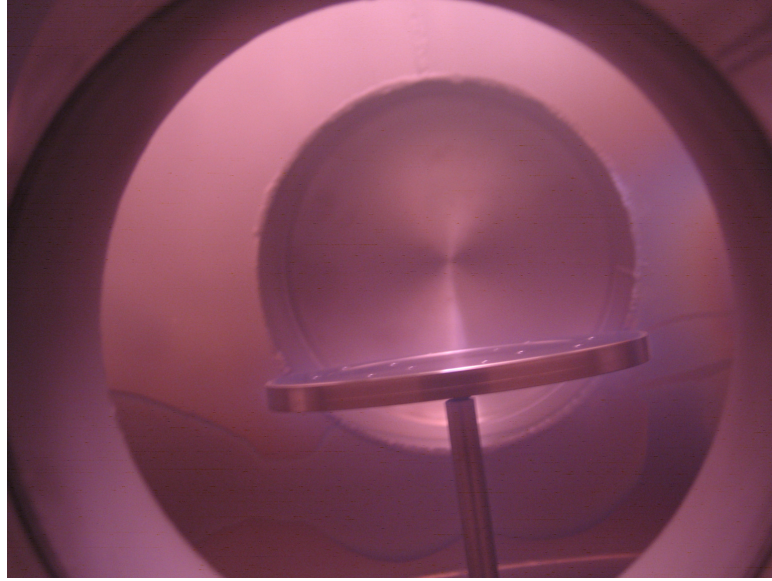
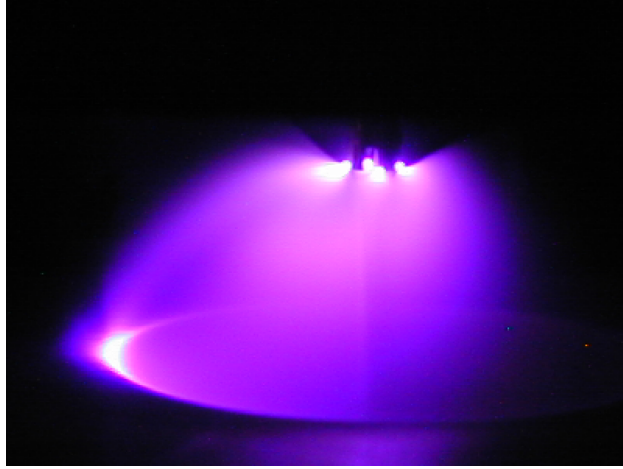
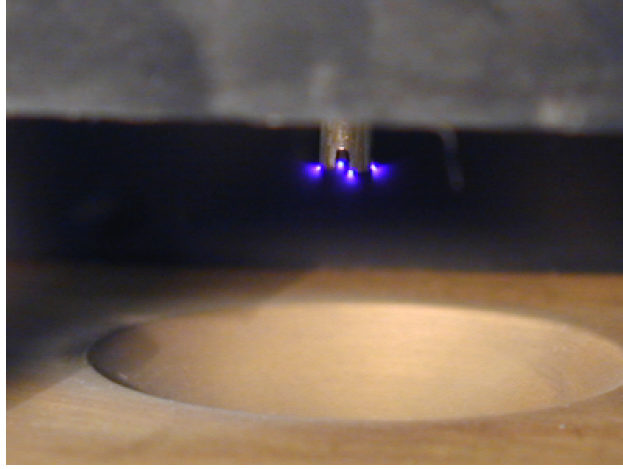
Maddenin kendine has özellikleri olan katı, sıvı, gaz ve plazma halleri (konumları) olmak üzere dört hali ile karşılaşılır ve bu dört hali kullanılır. Maddenin bu dört halinin enerji konumları ve dolayısıyla özellikleri farklıdır. Maddenin katı haline ergitme enerjisi verilirse sıvı, sıvı haline buharlaştırma enerjisi verilirse gaz, gaz haline de iyonizasyon enerjisi verilirse madde plazma haline geçer. Verilen bu enerjiler geri alınırsa madde eski hallerine sırasıyla geri döner. Maddenin bu dört halinden en yüksek enerjili konumu plazma hali olup, bu hale maddenin dördüncü hali denir.

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

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

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

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



Şekil 2.1 İyonitürasyonda ve PIII sisteminde plazmanın görünümü

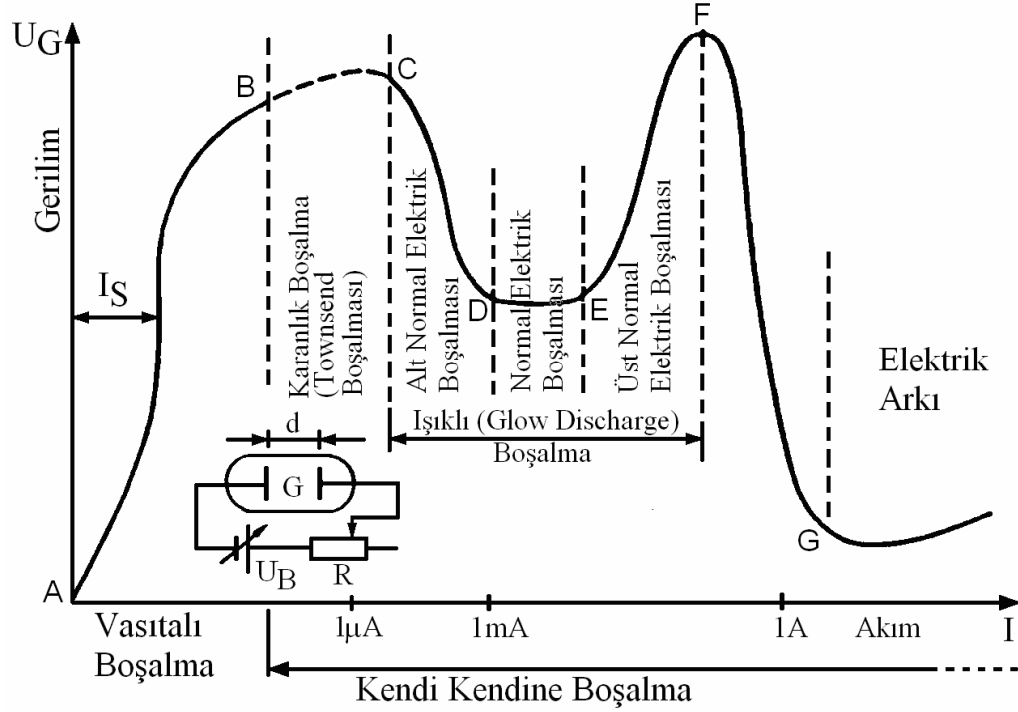
2.2 Plazmanın Elde Edilmesi

2.2.1 Elektrik Boşalma Mekanizması

Pratikte plazma elektrik boşalmasıyla, boşalma içinde elde edilir. 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. Normal halde gazlar yalıtıcıdır. Ancak gaz iyonize edilirse (plazma) iletken olur. Bir atomun iyonize olması demek, çekirdeğin etrafındaki elektronlardan en az birini kaybedip pozitif yüklü hale gelmesi demektir. Bunun için atoma o atomun iyonizasyon enerjisinden daha büyük bir enerji vermek gerekir.

2.2.2 Parlak Boşalma (Glow Discharge)

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



Şekil 2.2 Doğru akımda elektrik boşalması çeşitleri ve bu boşalmalardaki gerilim-akım ilişkileri

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

Bir iyonitürleme sisteminde kullanılan doğru akım için akım ve gerilim arasındaki bağıntı Şekil 2.2'de gösterilmiştir. Bu şekilde eğrinin E-F arasındaki instabil plazma bölgesinde yapılır. 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 olayı malzemenin yüzeyini bozar. Bu nedenle ark olaylarını önlemek ve stabilitenin temin edilebilmesi amacıyla güç kaynağında çeşitli kontrol sistemleri kullanmak gereklidir. Bu kontrol sistemleri çıkış gerilimini, akımını, gerilim artış hızını, akım artış hızını ve sıcaklığı kontrol altında tutarlar. Bu ayar olanakları sayesinde nitrürlenmiş tabaka kalınlığı ve yapısı istenen en iyi sonucu verecek şekilde değiştirilebilir.

2.2.3 Plazmanın Özellikleri

Plazmanın kendine has özellikleri vardır. Bu özellikler;

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

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

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

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

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

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

etmez. Sadece yüklü parçacığın hızının yönünü değiştirir. Hızın büyüklüğüne bir tesiri olmaz.

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

2.2.4 Plazma Çeşitleri

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

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

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

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

Plazma endüstride;

- Plazma kaynağında,
- Ergitme ocaklarında,
- Plazma ile kesme ve işlemede,
- İyon implantasyon işleminde,
- Yüzey kaplamada,
- Isıl işlemede,
- Atom santrallerinde yüksek sıcaklık eldesinde,

- MHD generatörlerinde enerji eldesinde,
- Alaşım eldesinde,
- Direk redüksiyonda kullanılmaktadır (Karadeniz, 1984).

2.3 Difüzyon

Malzemelerde üretim ve uygulama sırasında görülen katılaşma, çökelme, yeniden kristalleşme, tane büyümesi, ısıl işlem gibi olaylarla kaynak, lehim, sementasyon, iyon nitürasyonu, iyon implantasyonu gibi işlemler büyük ölçüde atom ve iyonların kütle içinde hareketlerine bağlıdır. Isıl enerji etkisinde oluşan hareketler iki farklı aşamada oluşur. Birincisi ısıl etki ile atomların kendi denge konumları çevresindeki küçük titreşim hareketleri, ikincisi ise yine aynı etki ile bir denge konumundan diğerine atlayarak yaptıkları uzak mesafe hareketleridir. Bu ikincisi ‘atomsal yayılım veya difüzyon’ olarak adlandırılır. Atomlar, malzemeye gerilim (voltaj) veya dış kuvvetler uygulamakla da harekete zorlanabilir. Difüzyon sonucu cismin yapısı ve bu nedenle özellikleri değişir. Difüzyon prensibi katılar da olduğu gibi sıvı ve gazlarda da geçerlidir. Difüzyon olayı malzeme, zaman, sıcaklık ve konsantrasyon farkı parametrelerine bağlıdır.

Kendi kendine difüzyon (Öz difüzyon): Tamamen saf, katı, düzenli malzemelerde atomlar bir kafes pozisyonundan diğerine hareket ederler. Buna ‘kendi kendine difüzyon’ denir. Bütün malzemelerde devamlı olarak kendi kendine difüzyon olmakla beraber, malzeme davranışları üzerine etkisi önemli düzeyde değildir.

Alaşımelerde difüzyon: Alaşımelerde ve seramiklerde benzer olmayan atomların difüzyonu söz konusudur. Örneğin bir bakır levha ile bir nikel levha bağlanırsa, nikel atomları yavaş yavaş bakıra difüz ederken, bakır atomları da nikel göç eder. Yeterince uzun süre beklenirse, bakır ve nikel atomları bütün metal boyunca üniform (homojen) olarak dağılır.

2.3.1 Difüzyon Mekanizmaları

Boşluk(Yeralan) difüzyonu: Kendi kendine ve atomların birbirlerinin yerini aldığı difüzyonda, bir atom yanındaki boşluğu doldurmak için kendi kafesindeki yerini terk eder (bu nedenle orijinal kafes yerinde yeni bir boşluk oluşturur). Buna ‘boşluk difüzyonu’ denir.

Arayer difüzyonu: Kristal yapıda küçük bir arayer atomu varsa, atom bir arayerden diğerine hareket eder. Bu mekanizmanın gerçekleşmesi için boşluklara gerek yoktur. Bazen bir yeralan atomu normal kafes noktasını terk eder ve bir arayer pozisyonuna girebilir. Fakat bu olay yaygın değildir. Çünkü atom küçük arayerlere kolaylıkla sığmaz.

Halka difüzyonu: Bu difüzyonun olma olasılığı düşüktür. Atomlar çok basit bir değişim veya halka mekanizmasıyla hareket eder. Birbirine değerek bir halka halinde bulunan atomlar aynı anda ve aynı yönde hareket ederek birbirlerinin yerini alabilirler.

2.3.2 Difüzyon için Aktivasyon enerjisi

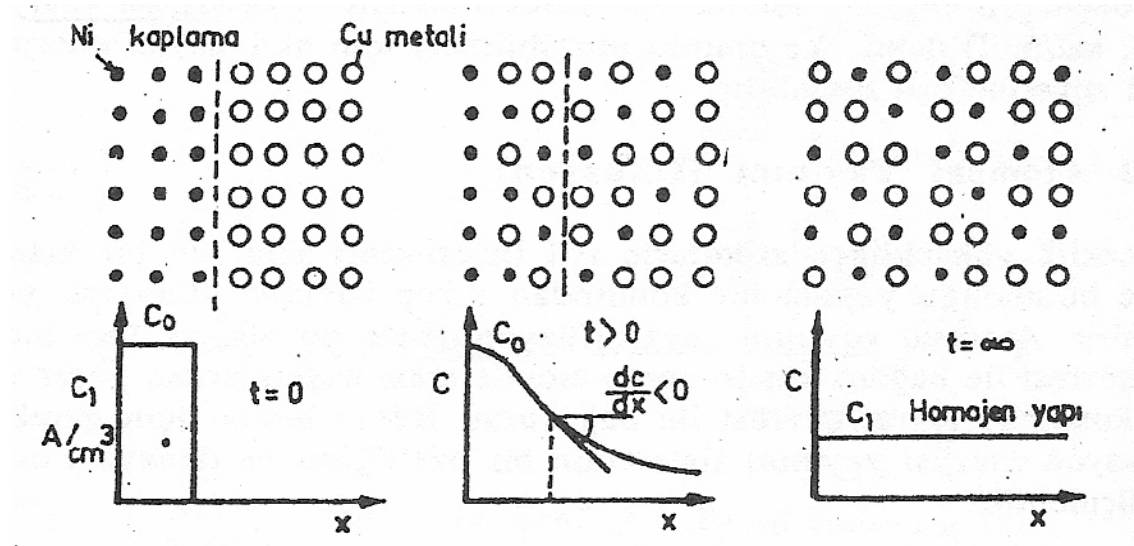
Bir yayılım (difüzyon) sistemi, bir ana faz (eriten sistem) ile onun içinde hareket eden atomlardan (eriyen sistem) oluşur. Bir atom, orijinal olarak nispeten kararlı konumda ve düşük enerjili haldedir. Yeni bir bölgeye hareket etmek için, enerji engelini aşmak zorundadır. Bu enerjiye ‘aktivasyon enerjisi’ (Q , kal/mol) denir. Bu enerji ısı, gerilim veya dış kuvvetlerle verilebilir. Normal olarak bir arayer atomunun, çevre atomları geçmek için sıkıştırması daha az enerji gerektirir. Bunun sonucu olarak, arayer difüzyonu için aktivasyon enerjileri boşluk difüzyonu için olandan daha azdır. Halka difüzyonu ise difüzyon tipleri içerisinde en fazla aktivasyon enerjisini gerektirir ve ancak ergime sıcaklığına yakın bölgelerde oluşabilir.

2.3.3 Atomsal Yayınım Kuralları

2.3.3.1 Birinci Yayınım Kuralı ya da 1. Fick Kanunu (Difüzyon Hızı)

Bir malzeme içinde atomların difüzyon hızı, birim zamanda, birim düzlem alanı boyunca geçen atom sayısı olarak tanımlanan akı 'J' ile ölçülebilir. Birinci Fick kanunu net atom akısını açıklar.

Şekil 2.3'de kristalin yüzeyinden x kadar derinlikte ve yüzeye paralel A m² alandan t saniye içinde N adet Ni atomunun geçtiği varsayalım. Atomsal yayınım akısı J:



Şekil 2.3 Bakır içinde yayınan nikel atomlarının konsantrasyonunun zamanla değişimi (Onaran, K.,2003)

$$J = \frac{N}{A * t} (\text{atom} / \text{m}^2 \text{sn}) \quad (1)$$

Birinci yayınım kuralına göre atomsal yayınım akısı o noktadaki konsantrasyon gradyanı dC/dx ile orantılıdır.

$$J = -D \frac{dC}{dx} \quad (2)$$

Burada D 'ye yayının (difüzyon) katsayısı denir ve birimi (m²/sn) dir. Yayının yönü dC/dx in işaretinin tersi yönünde olduğu için (Şekil 2.3) denkleme eksi işareti konmuştur. Zaten dC/dx (konsantrasyon gradyanı) Şekil 2.3'de görüldüğü gibi negatif eğimlidir. D yayının katsayısı sıcaklığa, yayının sisteminin türüne ve yapısına bağlıdır.

Konsantrasyon gradyanı (dC/dx): Malzeme kompozisyonunun uzaklık ile nasıl değiştiğini gösterir. dC, dx uzaklığında konsantrasyondaki farktır. Önemli husus, konsantrasyon gradyanı yüksek iken başlangıçtaki akısı da yüksektir ve gradyant azaldıkça düzenli bir şekilde düşer.

D yayının katsayısının sıcaklığa bağlılığı aşağıdaki denklemlerle (Arrhenius denklemi) açıklanır:

$$D = D_0 \cdot e^{\frac{-Q}{RT}} \quad (3)$$

Burada D₀ difüzyon sabiti (m²/sn), Q aktivasyon enerjisi (kal/mol), R gaz sabiti ve T Kelvin derecesi olarak sıcaklıktır.

Buraya kadar açıklananlar ışığında difüzyon olayı için şunlar söylenebilir:

- 1) Arrhenius denklemi'ne göre bir malzemenin sıcaklığı arttığı zaman, difüzyon katsayısı ve atomların akısı da artar. Yüksek sıcaklıklarda atomların difüzyonu için sağlanan enerji, atomların aktivasyon enerji engelini aşmasını ve daha kolaylıkla yeni kafes yerlerine hareket etmesini sağlar.
- 2) Küçük atomlar daha kolay yayınır. Çünkü küçük atomların hareket etmesi için gerekli aktivasyon enerjisi, büyük atomlara göre daha düşüktür.
- 3) Bir atom, ergime sıcaklığı düşük yani atomlar arası bağı zayıf olan ortamda daha kolay yayınır. Çünkü ergime sıcaklığı yükseldikçe atomun yayını için gerekli aktivasyon enerjisi artar ve difüzyon zorlaşır.
- 4) Atomsal dolgu faktörü düşük ortamlarda yayının daha az enerji gerektirir. Buna göre; bir atomun HMK demir (% 68 doluluk oranı) ortamında yayını, YMK demir (% 74 doluluk oranı) ortamında yayınından daha kolaydır.

- 5) Düzensiz yapıya sahip ve atom sıklığı tanelere göre daha az olan tane sınırları boyunca yayılım daha kolay oluşur. Bu nedenle faz dönüşümleri ve korozyon olayları tane sınırlarında başlar ve daha hızlı oluşur.
- 6) Difüzyon zaman gerektirir. Üniform bir yapı oluşturmak için çok sayıda atomun difüz etmesi gerekiyorsa, yüksek sıcaklıklarda bile uzun zaman gerekebilir. Difüzyon süresi, yüksek sıcaklıklar kullanılarak ve difüzyon mesafesi mümkün olduğunca kısaltılarak (dx ile ilgili) azaltılabilir.

2.3.3.2 İkinci Yayılım Kuralı ya da 2. Fick Kanunu (Kompozisyon profili)

İkinci Fick kanunu atomların dinamik veya durağan olmayan hallerini tanımlar. Bu kurala göre x derinliğinde C(x) konsantrasyonunun zamanla değişme hızı dC/dx konsantrasyonunun 2. türevi ile orantılıdır:

$$\frac{dC}{dx} = D \frac{d^2C}{dx^2} \quad (4)$$

Bu (4) denkleminin fiziksel anlamına göre, yayılım olayı başlangıçta çok hızlıdır, zamanla konsantrasyon gradyanı azaldığından hız düşer ve tam homojen yapı için sonsuz süreye gerek vardır. Ayrıca bu denklemin çözümü, D (difüzyon katsayısı) ve yüzeye difüz eden C (atom konsantrasyonu ya da yoğunluğu) sabit kalmak şartıyla, zaman ve uzaklığın bir fonksiyonu olarak madde yüzeyine yakın yerlere difüz eden atomların konsantrasyonunu hesaplamayı mümkün kılar.

2.3.4 Difüzyon Tipleri

Hacim difüzyonunda atomlar bir kafes veya arayer bölgesinden diğerine hareket eder. Çevre atomlardan dolayı aktivasyon enerjisi büyüktür ve difüzyon hızı nispeten düşüktür.

Buna karşın atomlar, sınırlar, arayüzeyler boyunca ve malzeme yüzeylerinde de difüz edebilir. Atomların paketlenmesi tane sınırlarında zayıf olduğu için atomlar tane sınırı difüzyonuyla çok kolaylıkla difüz edebilir. Atomlar; yollarını düzensiz

tane sınırına doğru çok kolaylıkla sıkıştırabildikleri için aktivasyon enerjileri düşüktür. Yüzey difüzyonu ise en kolay olanıdır. Sonuç olarak tane sınırı ve yüzey difüzyonu için aktivasyon enerjisi daha düşük ve difüzyon katsayısı daha yüksektir.

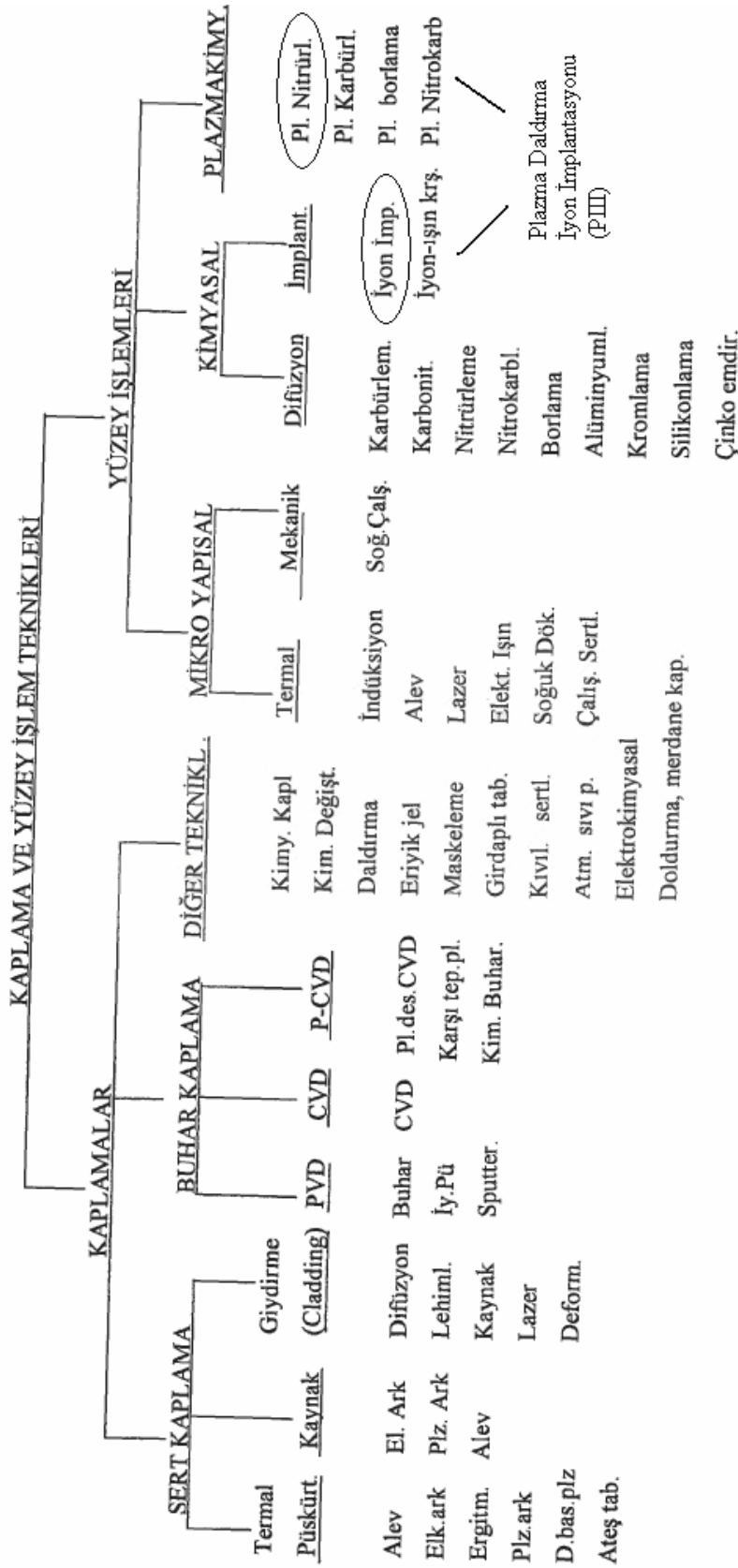
2.4 Yüzey İşlem Tekniklerinin Sınıflandırılması

Yüzey karakteristiklerinin değiştirilmesi için birçok kaplama ve yüzey işlemi mevcuttur. Eğer yüzeye malzeme eklenecekse, kaplama tekniği işlemlerine başvurulur; bununla birlikte eğer yüzey mikroyapısı ve/veya kimyasal kompozisyonu değiştirilecekse, o zaman yüzey işlemi tekniklerine bakılır.

Kaplama veya yüzey işlemi tekniklerinin seçimi; çalışma yerine ait istekler, şekil, ölçü ve ana malzemenin metalurjisi, istenen şekilde kaplama malzemesinin mevcudiyeti, teknik için kaplama malzemesinin uygunluğu, istenen yapışma düzeyi, kaplama ekipmanlarının mevcudiyeti ve ekonomikliğe bağlıdır. Kaplama ve yüzey işlem teknikleri, ana malzemeyle uyumlu olmak zorundadır. Örneğin; yüksek sıcaklıklarda yüzey değişimleri (farz edelim 1000°C) ince ana malzemenin çarpılmasına veya mekanik özelliklerini azaltabilen bir etkiye sebep olabilir. Bu tekniklerden genellikle önemli esneklik ve mükemmel yapışmayla birlikte, ince ve tekrar üretilebilir (birkaç mikrometre veya daha az) kaplamalar başlangıç maliyetinin fazlalığına rağmen daha çok önem kazanmıştır.

Şekil 2.4'te yaygın bir şekilde kullanılan kaplama ve yüzey işlem teknikleri görülmektedir. Uygun olan kaplama veya yüzey işlem tekniğinin seçimi çoğunlukla zordur ve her bir tekniğin iyi ve eksik yönlerinin bütün şartları göz önünde bulundurulmak zorundadır. Bu tekniklerin avantaj ve dezavantajlarıyla çalışma şartlarının karşılaştırılması Tablo 2.1 ve Tablo 2.2'de görülmektedir.

Bizim ilgileneceğimiz konu yeni bir yöntem olan Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu (PIII) yöntemidir.



Şekil 2.4 Kaplama ve Yüzey İşlem Tekniklerinin Sınıflandırılması (Karakan, M., 1998)

Tablo 2.1 Muhtelif Kaplama ve Yüzey İşlem Tekniklerinin Değerlendirilmesi (Karakan, M., 1998)

Kaplama Tekniği	Kaplanan Mat. Tipi	Ana Metal	Kaplama Sıcaklığı(°C)	Kalınlık Oranı(µm)	Ön İşlem	Son İşlem	Yapışma Durumu	Yorum
Termal sprey	Hemen her malz.	Hemen hepsi	100-150	50-500	Dağlama	Taşlama	iyi	Deforme olayının önüne geçmek için nispeten kalın zemin(≥250µm)
Kaynak	Çoğu metal ve alş.	Çoğu metal ve alş.	900-1400	750-3000	Mekanik temizlik	Taşlama	iyi	Deforme olayının önüne geçmek için nispeten kalın zemin(≥500µm)
Zırhlama	Çoğu metal ve alş.	Çoğu metal ve alş.	50-1200	50-100000	Mekanik temizlik	yok	mükemmel	Kap. malz. ana malz. ile aynı öz. Taşması, çok geniş kul. al.
Buharlaştırma	Hemen her malz.	Gaz olmayan her malzeme	200-1600	0.1-1000	Mek. Ve kim. Tem.	Yok	İyi	İnce kaplamalarda normal kullanım
İyon plating	Hemen her malz.	Gaz olmayan her malzeme	100-500	0.02-10	Mek. Ve kim. Tem	Yok	Mükemmel	Kompleks proseslerde, ince kaplamalarda normal kullanım
Saçılma Çök.	Hemen her malz.	Gaz olmayan her malzeme	100-500	0.02-10	Mek. Ve kim. Tem	Yok	Mükemmel	Kompleks proseslerde, ince kaplamalarda normal kullanım
Kimyasal buhar kap.	Hemen her malz.	Kapl. sıc. day. her malz.	150-2200	0.5-1000	Mek. Ve kim. Tem	Yok	Mükemmel	ince kaplamalarda normal kullanım
Plazma dest. CVD	Çoğu metallerde	Gaz olmayan her malzeme	100-600	0.5-10	Mek. Ve kim. Tem	Yok	Mükemmel	normalde ince kaplamalarda kullanılır, kompleks uygulamalar
Atın. sıvı püs., dald.	Katı yağlar, metaller	Çoğu malz.	25-200	7.5-50	Dağlama	parlatma	Zayıf	Çok ekonomik, hızlı
Girdaplı tabaka	Polimerler	Hemen her malz.	90-300	20-500	Dağlama	Parlatma	Zayıf	Çok ekonomik, hızlı
Eriyik jel	Seramikler	Metaller ve alaşımları	25-850	0.3-10	Dağlama	Parlatma	Zayıf	Çok ekonomik, hızlı
Elektro-kim. kapl.	Metaller, kompozitl.	İlçken malz.	25-100	0.1-5000	Kimyasal temizle.	yok	orta	Çok ekonomik, hızlı
Kimyasal kaplama	Metaller, kompozitl.	Hemen her malz.	25-100	0.1-50	Kimyasal temizle.	Yok	Orta	Ekonomik, kaplama yüzeyini izole edebilir
Kimyasal değiştirme	P, Cr oksit, sülfid deg. ve metaller	Çoğu metaller	0-600	0.1-10	Kimyasal temizle.	Yok	İyi	Taban malzemesi (substrate) sınırlıdır
Met. Olmayan bileşikler	Cu-Sn, Sb-Sn-Cd, Cu-Zn	Demir, çelik, bronz, Al, pirinç	120-600	20-50	Kimyasal temizle.	Yok	İyi	İmalat işlemleri
Kıvılcım sertleştir.	Karbid	Ni, Ti, yük. Hız çelikleri	1000	-	Kimyasal temizle.	Parlatma	iyi	Son işlem gerektirir

Tablo 2.2 İmplantasyon Teknikleri ile Diğer Yüzey İşlemlerinin Karşılaştırılması (Karakan, M., 1998)

İşlem	Taban malz.(substrate)	Difüzyon elementleri	İşlem sıcaklığı (°C)	Kaplama derinliği (µm)	Yorum
Isıl	Çelik	-	750-1300	250-3000	Hızlı, ucuz, otomatik uygulanabilir, yüksek işlem sıcaklığı
Mekanik	Demir alaşımları	-	20	100-500	Yalnızca çalışma sertleşmeli çeliklerde
Difüzyon	Demir alaşımları	C, N, B, Zn, Cr, Al, Si	500-1300	5-500	Hızlı, ucuz, mikro yapıdaki değişimle yüksek sertleşme, yüksek işlem sıcaklığı
İyon implantasyon	Hemen her malz.	Çok	50-200	0.01-0.5	Büyük parasal yatırım, çevre sıcaklığında uygulama, çok ince tabaka
İyon nitrürasyon	Çoğu iletken malzeme	N	400-600	50-600	Hızlı, ucuz, düşük işlem sıcaklığı, çok sert yüzey

2.4.1 Plazma ile Yüzey Sertleştirme

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

Yüzey işlemlerinde plazma ortamının kullanılması yaygınlaşarak devam etmektedir. Bu yöntemin temelleri yaklaşık 70 yıl önce Bernhard Berghaus tarafından atılmış ve günümüzde endüstri için vazgeçilmez bir unsur olmuştur. Plazma destekli yayınım işlemlerinde amaç, karbon veya azot gibi ara yer atomlarını parça yüzeyine göndermektir. Bu atomlar malzeme içerisinde bulunan alaşım elementleriyle birleşerek aşınma ve korozyona dayanıklı bir yapı oluşturur. (Çelik vd. 2002)

2.4.1.1 Plazma ile Karbürleme

Karbürleme işlemi, düşük karbonlu çeliklerin 850-925 °C sıcaklar arasında yüzeylerine karbon emdirilmesi esasına dayanır. Plazma ile karbürleme işlemi konusunda, ilk çalışma 1934 yılında Egan tarafından yapılmış ve patenti almıştır. Günümüzde endüstriyel amaçla kurulmuş birçok plazma ile karbürleme sistemi mevcuttur.

Plazma ile karbürleme işlemi, plazma ile nitrürleme işlemi ile hemen hemen aynıdır. Sadece kullanılan gaz ve gerilim değeri farklıdır. Bu işlemde doğru akım kullanılmaktadır. Gaz basıncı 1,3 – 26,3 mbar (1-20 torr) olup, anot ve katot arasına genellikle 1000 voltluk bir gerilim uygulanarak plazma oluşturulur. Karbürleme gazı ise genellikle hidrokarbondur. Karbürleme işlemi ostenitik termokimyasal işlem olarak sınıflandırılabilir. Çünkü işlem tamamen ostenitik şartlarda meydana

gelmektedir. Bu işlem 850-1050°C arasındaki sıcaklıklarda yapılmaktadır. Bu işlem sonrası malzemenin ısı çarpılması hemen hemen yoktur, çünkü soğuma vakum ortamında olmaktadır. Plazma ile karbürleme, işlem süresinin kısa olması, az distorsiyon ve yapının kontrol edilebilmesi gibi avantajlarından dolayı endüstride çok geniş uygulama alanı bulmuştur.

2.4.1.2 Plazma ile Nitrokarbürleme

Malzeme yüzeyine belirli sıcaklık aralığında azot ve karbon atomlarının difüzyonunu içerir. İşlem sonucu yüzeyde beyaz tabaka ve onun altında difüzyon tabakası diye adlandırılan yapılar oluşur. Nitrokarbürleme işlemleri ilk kez 1950'lerde ortaya çıkmış ve o zamandan beri, mühendislik çeliklerinin aşınma, yorulma ve korozyon mukavemetini iyileştirmekte kullanılan termokimyasal bir işlemdir. Oldukça kalın azot difüzyon bölgesi üzerine 10-20 µm kalınlıkta hekzagonal sıkı paket (HCP) karbonitrit (ϵ -Fe_{2,3}(N, C)) beyaz tabakası üretmek için parça yüzeyine azot ve karbon atomlarının eş zamanlı difüzyonunu içerir (Karakan ve diğerleri, 2004).

Plazma nitrokarbürleme işlemi, demir esaslı malzemelerin yüzeyine azot ve karbonun yayınmasını içeren termokimyasal işlemdir. Yüzeyde δ -demir nitrür ile beraber ϵ -nitrür tabakası, onun altında da difüzyon tabakası oluşur. Bu işlemde kullanılan gazlar azot-hidrojen-metan veya azot-hidrojen-karbondioksit'tir. Bu işlemin amacı, düşük karbonlu ve düşük alaşımlı çeliklerin yüzeyinde ϵ -nitrür tabakası oluşturularak korozyon ve aşınma dayanımını artırmaktır. Bu işlem çoğunlukla sade karbonlu çelikler ve düşük alaşımlı çelikler gibi piyasada daha ucuz olan malzemelerin yüzeyini iyileştirmekte kullanılır. İşlem değişkenleri ile ilişkili olarak yorulma ve akma mukavemeti ve belirli hallerde korozyon direnci artırılır. Aşınma ve korozyon direncindeki artış, yüzeyde oluşan tek fazlı beyaz tabaka (ϵ -nitrür) sayesinde gerçekleşir.

Nitrokarbürleme, katı, sıvı, gaz ve plazma şartlarında gerçekleştirilir. Günümüzde bu işlem hem sıvı hem de gaz atmosferinde çok sık olarak yapılmaktadır. Plazma nitrokarbürleme işlemi 450-580 °C sıcaklıklar arasında, demir esaslı malzemelerin

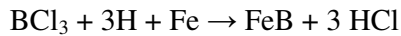
yüzeyine azot ve karbonun yayınmasını sağlayan termokimyasal bir işlemdir. Plazma nitrokarbürleme işlemleri, silah endüstrisi, tekstil makinaları dişlileri, krank şaftları gibi birçok makine parçasında aşınmayı azaltmada tercih edilmesi gereklidir. Bu yöntem, çelikler, dökme demirler, sinterlenerek üretilen mühendislik alaşımları başta olmak üzere geniş bir kullanım alanına sahiptir.

2.4.1.3 Plazma ile Borlama

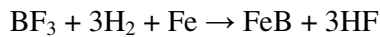
Borlama, bor elementinin yüksek sıcaklıkta metal yüzeyine yayılması ile yüzeyde borür tabakası elde etme işlemidir. Demir borürler termal ve elektrik iletkenliği gibi özelliklerinden başka yüksek sertlik gibi tipik seramik özellikleri de gösteren bileşiklerdir. Tane sınırları, dislokasyonlar, atom boşlukları gibi mikro hatalar ile yüzey pürüzlülükleri ve çizikler gibi yüzeyin daha reaktif olduğu yerler borür tabakası oluşumunun başlangıç noktalarıdır. Bu noktalarda Fe₂B çekirdekleri oluşur ve gelişir (Bayça ve Şahin. 2004)

Borlama işlemi katı, sıvı, gaz ve plazma ortamlarında yapılmaktadır Plazma borlama BCl₃, BF₃, B₂H₆ ve TEB (trietil boran) gibi bor bileşikleri ve redüktan olarak hidrojen gaz kullanılarak, 800 - 1100°C sıcaklıkta, yaklaşık 10⁻⁴ mbar(10⁻² Pa) gibi düşük bir basınçta oluşturulmuş bir plazma içerisinde yapılan borlamadır. Klasik borlama, tuz borlama ve gaz borlama gibi işlemlerin çevreye kirletici etkisi nedeniyle son yıllarda plazma borlama işlemi daha yoğun olarak çalışılmaktadır.

Plazma borlama reaksiyonları şunlardır.



Bor florür (BF₃) ile borlama reaksiyonu



Plazma borlamanın avantajları yüksek enerji etkinliği, minimum çarpılma, düşük işlem sıcaklığıdır. Plazma borlamanın dezavantajları BCl₃ ve B₂H₆ gazları kullanılmasıdır. Bu gazlar, pahalı, zehirli, patlayıcıdır ve korozyona neden olmaktadır.

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

2.5 Nitrürleme ve İyon İmplantasyon Teknikleri

2.5.1 Banyo Nitrürleme

Banyo nitrürleme yüksek miktarda siyanat içeren siyanürlü tuz banyolarında yapılır. Yöntem esas olarak siyanürden (CN) azot ayrıştırılarak çeliklere verilmesine dayanır. Gaz nitrürasyona oranla nispeten düşük sıcaklıklarda (~500 °C) uygulanabiliyor olması ve parçaların tuz banyosuna daldırılıp alınmasının fırında gerçekleştirilen gaz nitrürasyondan daha kolay olması avantajlı yönünü oluşturmaktadır.

2.5.2 Gaz Nitrürleme

Çeliklerin gaz nitrürleme yöntemiyle yüzey sertleştirilmesi yüzeyde demir nitrürlerin oluşturulması yoluyla mukavemet kazandırılması esasına dayanır.

Nitrürleme demir esaslı malzemelerde ferrit fazında azotun yayılması ile oluşan bir termokimyasal işlemidir. Sertleştirme işlemi 500-590 °C sıcaklıklar arasında yapılır. İlk olarak 1920 yılında kullanılmaya başlanmış ve bu tarihten itibaren endüstride geniş bir kullanım alanı bulmuştur. Yüzey sertliği ve sertleşme derinliği

işlem zamanına, sıcaklığa, gaz karışımına ve demir esaslı malzemenin alaşım içeriğine bağlıdır.

2.5.3 Plazma ile Nitrasyon (İyonitrasyon) (Plazma Nitürleme)

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

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

2.5.3.1 İyonitürasyon Mekanizması

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

İyonitürasyon enerji ve kütle transfer mekanizması: İş parçası, güç kaynağının negatif (-) kutbuna, vakum kabı da pozitif (+) kutbuna bağlanmıştır. Yüksek voltajlı elektrik enerjisi azot gazından azot iyonları elde etmek için kullanılır. Pozitif yüklü iyonlar, elektrik alanı ile hızlandırılırlar ve katod olan iş parçası üzerine çarptırılırlar. İyon bombardımanı, iş parçası yüzeyinde saçınma olarak bilinen, atomik seviyede bir temizleme yapar. Bu, iş parçasının yüzeyinin ısınmasına ve yüzeye azot yayınmasına

neden olur. Bu işlem, azot ihtiva eden bir atmosferde, çok düşük bir basınç altındaki vakum kabı içerisinde yapılır.

İyonitürasyon olayını en iyi açıklayan modellerin başında Edenhofer modeli gelmektedir. İyonitürasyonda İşlem kabı içindeki basınç 0,1 – 10 mbar aralığında, anod-katod (iş parçası) arasına tatbik edilen doğru akımın gerilimi 100-1500 Volt aralığında, iş parçası üzerine gelen akım yoğunluğu da 100-1000 Am⁻² arasında değişmektedir. Kullanılan gaz N₂+H₂ karışımıdır. İşlemden anod-katod arasına tatbik edilen elektriki gerilim sayesinde anod-katod arasında bir parlak (ışıklı) boşalma olmakta ve bir plazma ortamı oluşmaktadır. Plazma içine giren N₂ ve H₂ molekülleri plazma içindeki hareketli parçacıklara (örneğin elektron ve iyonlara) çarparak disose olup atomlarına ve akabinde de iyonize olup iyon ve elektronlarına ayrılmaktadırlar. Oluşan gaz iyonları (N⁺, H⁺) anod-katod arasına tatbik edilen gerilim (U) sonucu

anod-katod arasında oluşan elektrik alanı $E = \frac{U}{l}$ (l = anod-katod arası uzaklık)

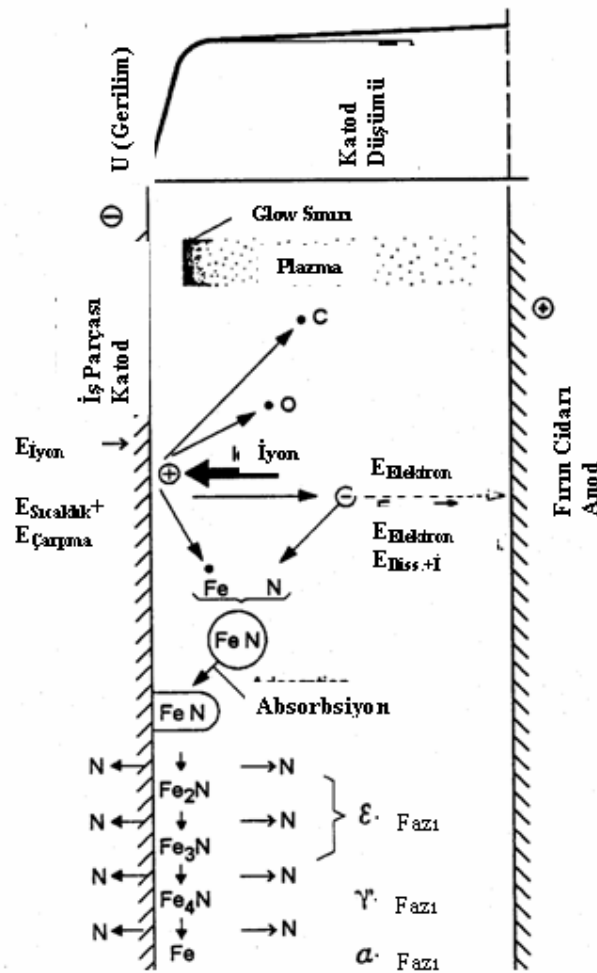
etkisinde kalarak $\bar{F} = q \cdot \bar{E}$ kuvveti ile katoda (iş parçasına) yönelip, sonuçta belirli bir hız ve kinetik enerji ile iş parçasına (katoda) çarpılmaktadırlar. Pozitif iyonlar negatif kutup olan iş parçasına çarpılarak parça yüzeyinden içeriye doğru difüze olurken, bir kısım enerji ısı enerjisine dönüşür ve iş parçasını ısıtır. Bu arada iyonların iş parçasına çarpmasındaki enerjinin bir kısmı da iş parçasından parçacık (elektron, iyon, atom) kopartarak saçılma oluşturur. Burada işlem parametrelerinden biri olan malzeme sıcaklığı, anod-katod arasına tatbik edilen gerilimin değiştirilmesiyle ayarlanır. İşlem süresi şartlara bağlı olarak 10 dakika ile 20 saat arasında değişebilmektedir.

İyonlar yüzeye çarpınca şu olaylar meydana gelir;

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

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

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



Şekil 2.5 İyonitasyon işlemi mekanizması

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

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

Her iki görüşte açıklandığı gibi iyonitasyon işlemi sonuç olarak bir difüzyon olayıdır. Nitrür tabakasının mikroyapısı azot atomlarının difüzyon oranına bağlı olarak şekillenecektir. Difüzyon mekanizması;

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

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

2- Konsantrasyon farkı: İyonitasyon işlemi sırasında ortama verilen gaz karışım oranları oluşan nitrür tabakasının yapısını etkilemektedir. İyonitasyon işleminde kullanılan gaz karışımı genellikle H_2 ve N_2 gazlarının farklı oranlarda bileşiminden oluşmaktadır. Hidrojen gazının iyonizasyon enerjisi 13,5 eV ve azot gazının iyonizasyon enerjisi ise 14,54 eV değerindedir. Dolayısıyla hidrojen gazı, anot ile

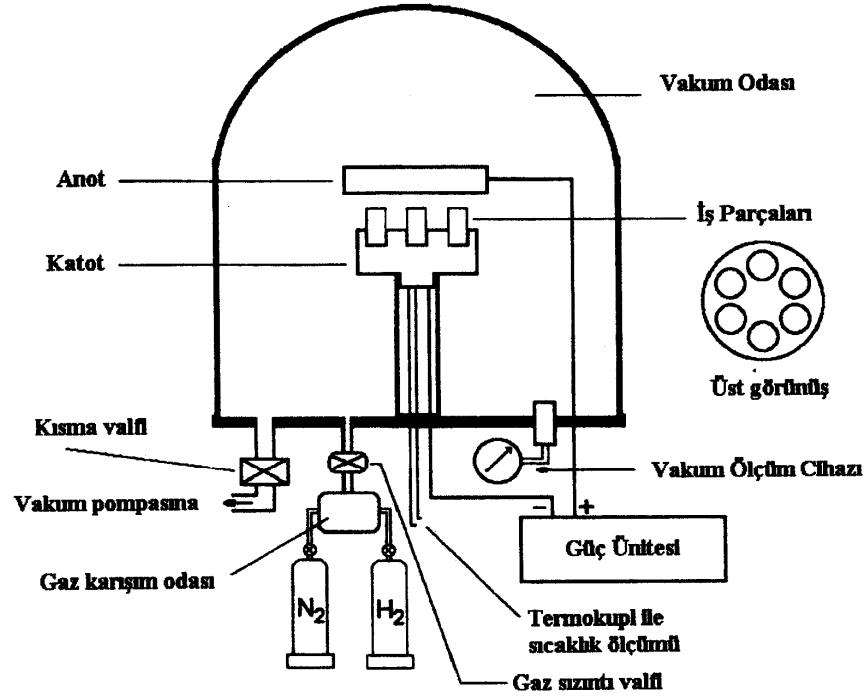
katod arasına uygulanan düşük gerilim değerlerinde (400-450 V) bile iyonize olacak ve oluşan hidrojen iyonları katoda çarparak hem saçılma olayını gerçekleştirecek hem de iş parçasının ısınmasını sağlayacaktır. Azot gazı ise iyonize olmak için sistemde daha büyük enerji alacaktır ve aldığı bu büyük enerjiyi katoda çarptığında verecek dolayısıyla iş parçasının sıcaklığının artmasında daha etkili olacaktır.

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

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

2.5.3.2 İyonitirasyon Düzeneği Ekipmanları

İyonitirasyon ünitesinin en önemli elemanları vakum pompası, iyonitirasyon (işlem) odası, gaz tüpleri, dağıtım sistemi ve yüksek gerilim çıkışına sahip doğru akım kaynağıdır (Şekil 2.6). Bunların yanında iyonitirasyonu yapılan parçanın sıcaklığını ölçen bir sıcaklık ölçer, işlem odasının basıncını ölçen bir basınç ölçer, gaz miktarını ayarlayan hassas iğne vanalar işlemde yardımcı elemanlardır.



Şekil 2.6 İyonitürasyon ünitesi şeması

2.5.3.2.1 Vakum Pompası

Plazma nitrüleme düzeneğinin temel elemanlarından birisi olan vakum pompası istenen vakumu kısa bir sürede sağlayacak şekilde seçilir. Vakum pompaları $1,013 \cdot 10^3 - 1,013$ mbar (760-1 Torr) kaba vakum, $1,013 - 1,013 \cdot 10^{-3}$ mbar ($1 - 10^{-3}$ Torr) ince vakum, $1,013 \cdot 10^{-3} - 1,013 \cdot 10^{-6}$ mbar ($10^{-3} - 10^{-6}$ Torr) yüksek vakum ve $1,013 \cdot 10^{-6} - 1,013 \cdot 10^{-13}$ mbar ($10^{-6} - 10^{-13}$ Torr) çok yüksek (ultra) vakum olarak tanımlanır (Bengisu, 1983).

2.5.3.2.2 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 elemanı ile irtibatlandırılmış 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 silindirde 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. Seramik malzeme sıcaktan etkilenmemektedir.

2.5.3.2.3 Güç kaynağı

İyonitürasyon 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 (Plazma Immersion Ion Implantation).

2.5.3.2.4 Gaz Tüpleri

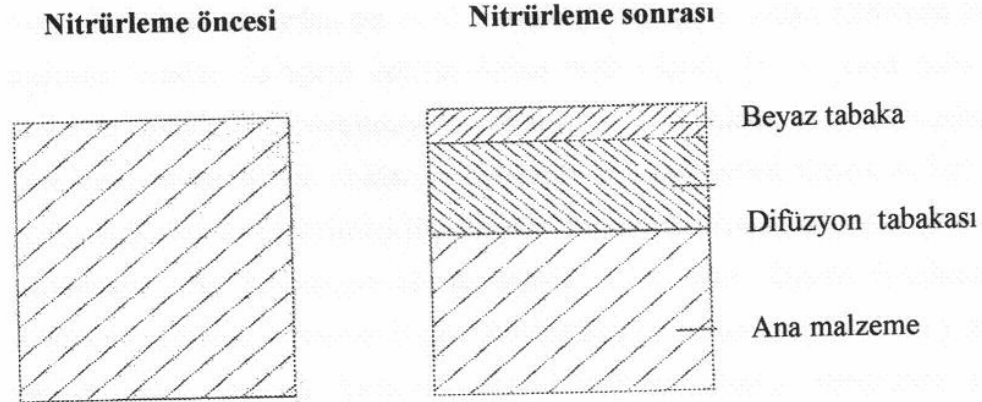
İyonitürasyonda kullanılan gazlar N_2+H_2 , N_2+H_2+Ar olabildiği gibi amaca göre bunlara hidrokarbon gazı ilave edilmiş karışımlarda kullanılabilir. Azot gazı nitrürlemeyi sağlarken hidrojen gazıda azottan daha düşük disasyasyon ve

iyonizasyon enerjisine sahip olduğundan dolayı Parlak Boşalma olayını başlatabilmek açısından gereklidir. Hidrojen aynı zamanda metal yüzeyinde oluşan saçınmayı arttırarak, oluşan beyaz tabakanın azaltulmasını, hatta yok edilmesini sağlar. Tüpten sonra vakuma verilen gaz miktarını çok hassas ayarlayabilmek için iğneli vanalar kullanılır.

Tablo 2.3 Bazı gazlara ait disasyasyon ve iyonizasyon enerjileri

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

2.5.3.3 Demir Esaslı Malzemelerin Plazma Nitrürlemede Elde Edilen Nitrür Yapıları



Şekil 2.7 İyonitirasyon işlemi gören parçanın şematik gösterimi

2.5.3.3.1 Beyaz Tabaka

Beyaz tabaka üniform, pürüzsüz ve Fe_4N fazında oluşan, azotça zengin, kesintisiz bir tabakadır. Gevrek ve kırıldan olan bu tabakanın 10 μm den kalın olması istenmez. İyonitirasyonu işlemi saçılma ve birikme olayları yardımıyla gerçekleşir. İyon bombardımanı sonucu demir esaslı numunenin yüzeyinden saçılan Fe atomları, yüzeye yakın yerlerde azot atomlarıyla birleşerek FeN kararsız fazını oluştururlar. Bu faz ise numune yüzeyinde birikerek parçalanır ve daha düşük azot içeren Fe_2N , Fe_3N

ve Fe_4N fazlarına dönüşür. Nitrürlenmiş yapı uygun bir solüsyonla dağlanırsa, numunenin en dış kısmında çok ince beyaz renkte bir tabaka görülür. Literatürde bu tabakaya “Beyaz tabaka” veya “Bileşik tabaka” denilmektedir. Beyaz tabakada $Fe_{2-3}N$ (ϵ) ve Fe_4N (γ) fazlarının karışımından veya bunların sadece birisinden oluşabilir. $Fe_{2-3}N$ (H.M.K.) ve Fe_4N (Y.M.K.) fazlarından oluşmuş çok fazlı bir beyaz tabaka, farklı kristal kafesi boyutları nedeniyle yapıda iç gerilmelere yol açabilir. İç gerilmeler artarak gevrek kırılmaya olan eğilimi arttıracaktır. Dolayısıyla tek fazlı bir yapı tercih edilir. Nitrür formunda en çok görülen alaşım elementleri Al, Cr, Mo, V, Ti, Cb de demir yerine geçebilir, buda sertlik ve mukavemeti artırır. Tek fazlı beyaz tabaka sürtünme ve yorulmaya karşı çok yüksek dayanıklılığa sahiptir.

2.5.3.3.2 Difüzyon Tabakası

Beyaz tabakanın hemen altında daha büyük kalınlıkta sert ve dayanıklı “Difüzyon tabakası” vardır. Bu tabaka ince taneli ve iyi dağılmış sert nitrür fazları içerir. Difüzyon bölgesi malzeme cinsine ve işlem değişkenlerine bağlı olarak 75 μm veya daha fazla derinlere inebilir. Difüzyon tabakası malzemenin mekanik özelliklerine (burulma mukavemeti, yorulma) artma sağlar.

Böylelikle dışta sert, içte ise daha yumuşak bir yapı elde edilmiş olur.

2.5.3.4 İyon Nitrürlenmenin Avantajları

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

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

2) Geleneksel metodlarla karşılaştırıldığında, iyonize olan gazın saçılma davranışından yararlandığından işlem zamanı daha kısadır. İşlem zamanı iyon

nitrürlemede 15-20 dk'dan 48 saate kadar değişirken, gaz nitrürleme de 80 ila 100 saat arasında değişmektedir

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

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

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

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

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

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

9) Yüzey sertleştirme işlemi istenmeyen yerleri maskeleme kolaylığı vardır.

10) Otomasyona uygundur.

İyonitasyon yöntemi diğer nitrürleme yöntemlerine göre hemen hemen her konuda üstünlük sağlamaktadır. Ancak sistemin kurulması aşamasında bazı maddi

zorluklarla karşılaşılmasına rağmen işletmede ekonomiklik açısından hiçbir problem yaratmamaktadır.

2.5.4 İyon İmplantasyonu

İyon aşılama 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 aşılama, seçilmiş atomların iyonize olmuş partiküllerinin iyon ışını şeklinde katların yüzey tabakasına girmesi ile yakın-yüzeysel 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 Işıklı Boşalma Bölgesinin anormal (instabil) boşalma bölümü içinde oluşan plazma ortamında yapılan iyon implantasyonudur.

Tez içeriğinde ‘iyon aşılama’ kavramı, ‘geleneksel iyon ışınları ile aşılama’ (traditional ion beam implantation) işlemini ifade etmek amacıyla kullanılmıştır.

İlk ticari iyon implantasyonu uygulaması, yarı iletken endüstrisinde 1970’li yıllarda gerçekleşmiştir. Bu tarihten sonra yarı iletken endüstrisinde iyon implantasyonu uygulaması transistörlerin, metal oksit yarı iletkenlerin, diodların ve kapasitörlerin imalinden bugünün mikroprosesör cihazlarının üretimine kadar yaygın şekilde uygulanmaktadır. Geçtiğimiz 20-30 yıl içerisinde, iyon implantasyonu malzeme mühendisliği uygulamalarına da yönlendirilmiştir. 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 vakumda (havası alınmış, çok düşük basınçlı ortamda) yüksek gerilim altında (10.000 ile 150.000 Volt) hızlandırılarak bir malzeme yüzeyine büyük enerjilerle bombardıman edilerek yüzeyden içeri doğru (0.1- 3 mikron) derinliğe ışınlanarak nüfuz ettirilir. İyon implantasyonu olmuş bölgenin derinliği 0.1-3 mikron (1mikron 1 mm’nin binde biridir) olmakla beraber,

iyon implantasyonu ile yapısal değişikliğe uğramış bölgenin derinliği, 50-100 mikrondur (0.05-0.1 mm) dir.

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 gerçekleştirilmektedir. Çarpan iyon ışınının meydana getirdiği atomik yer değişim, kafes hasarına yol açar. İyon implantasyonu basma gerilimleri oluşturur. Bu gerilimler var olan çatlakları kapatır ve yeni çatlak oluşumunu engeller. İyon implantasyonunun temel karakteristikleri Tablo 2.4'te verilmiştir.

Gelen iyonun malzemede oluşturacağı yeni yüzey, işlem sırasında iyon ışınıyla 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. Oluşturulan çok yüksek vakum ortamında $5 \cdot 10^{-3}$ mbar (0,5 Pa) iyonların hızlandırılarak malzemeye difüze olması sonucu, difüzyon tabakası elde edilir. İmplantasyon enerji seviye aralığı 10-500 keV arasındadır ve buna bağlı olarak difüzyon derinliği elde edilmektedir. Azotun demir veya çelik içerisine 10^{16} ile 10^{18} iyon/cm² aralığında implantasyonunun gerçekleşmesi için 10-50 kV' luk elektriki gerilim gereklidir. Bu metodun uygulandığı malzemeler; metaller (Fe, Cu, Al, Ti, Be, Mo, çelikler, fosfor, bronz), metal olmayan malzemeler, Cermetler (Co-Wc), seramikler, polimerlerdir.

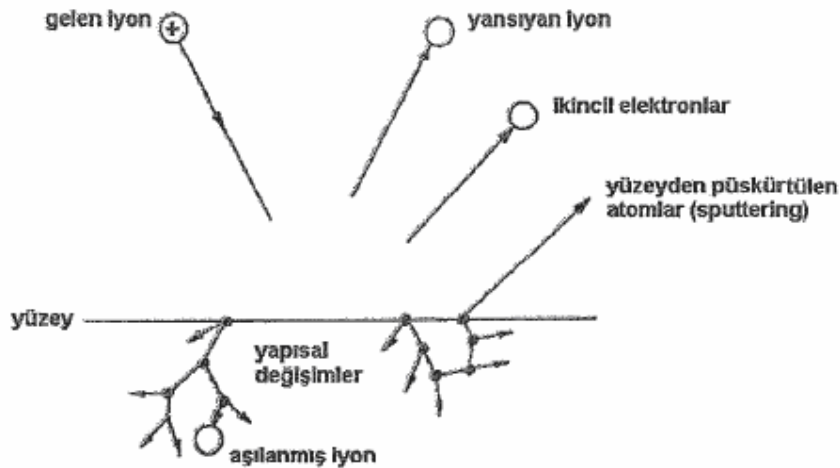
Tablo 2.4 İyon İmplantasyonunun Genel Karakteristikleri

Uygulandığı Malzemeler	Tüm malzemeler, seramikler, camlar, pek çok plastik türü, kompozitler ve bazı organik malzemeler
Uygulama Alanı	Aşınma direnci, sertlik, sürtünme azaltılması, korozyon ve oksidasyon direnci, optik özellikler,

	yorulma dayanımı
Ön İşlemler	Temizleme ve parlatma
İşlem Ortamı	$13,3 \cdot 10^{-6}$ mbar ($13,3 \cdot 10^{-4}$ Pa) basınç, 150°C ' nin altında işlem sıcaklığı
Son İşlem	Gerektirmez
Çevresel Etkiler	Çevreye herhangi bir zararlı etkisi yok
Maliyet	İlk yatırım maliyeti yüksek, işlem maliyeti düşük

2.5.4.1 İyon Aşılamanın Metalurjik Etkileri

Şekil 2.8'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 fırlayabilir (ikincil elektron), İyonun çarpması, numune atomlarının kendi aralarında çarpışarak yüzeyden dışarı bir atom fırlamasına neden olabilir (iyon püskürtme (iyon saçılması – ion sputtering), İyon numune içine girebilir (iyon aşılama – ion implantation), İyon çarpması numunenin yapısal düzenlenmelerine neden olabilir. Bunlar; boşluk oluşumu, atomların yerinden oynaması ve kafes kusurları oluşumu şeklinde sıralanabilir.



Şekil 2.8 Metal yüzeye çarpan yüksek enerjili iyonun davranışı (Saklakoğlu, İ.E., 2004)

İmplant edilmiş malzemedeki değişmeler;

İmplant edilmiş iyonlar dislokasyonlar gibi yapı hatalarıyla etkileşerek bunların hareketini zorlaştırır ve önler,

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

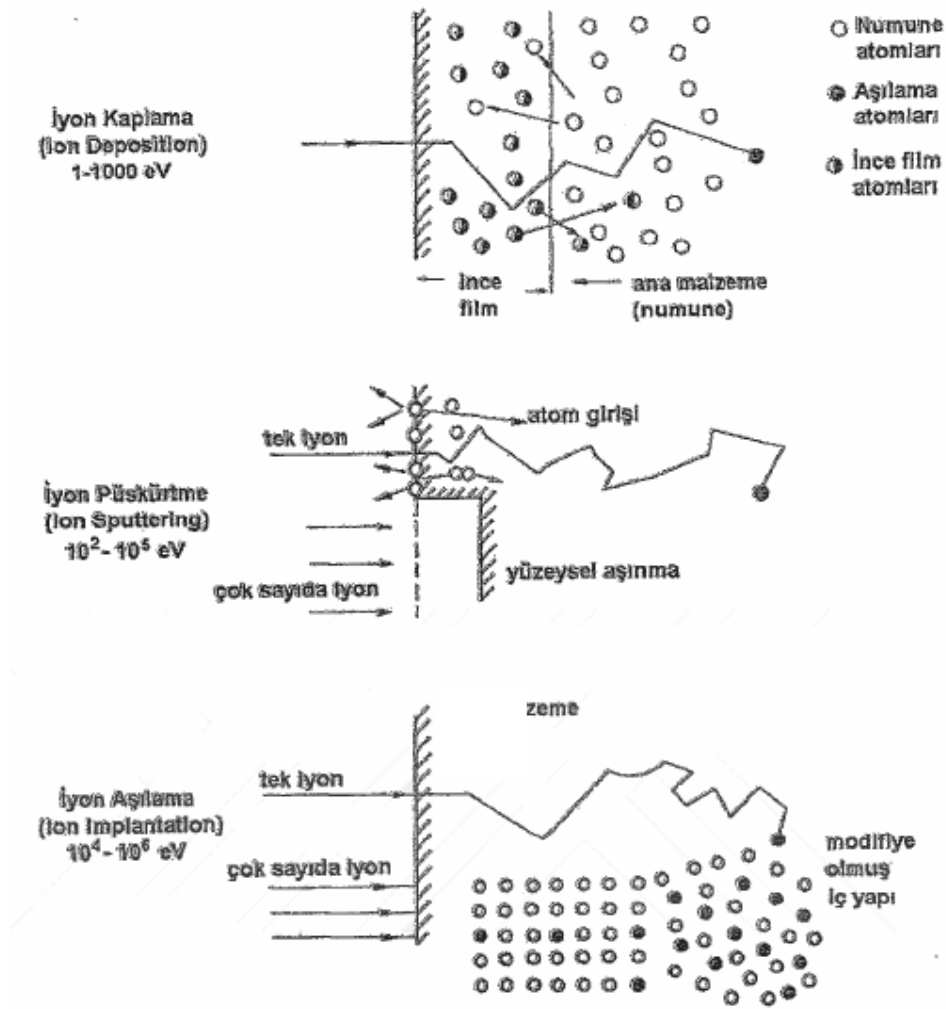
İşlem esnasında azot iyonlarının krom ve vanadyum gibi alaşım elementleriyle birleşmesi sonucu yüksek sertliğe sahip nitürler oluştururlar,

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

2.5.4.2 İyon İmplantasyonunun Diğer Yöntemlerden Farkları

İyon implantasyonu ile alaşım oluşumunu, nitürasyon ve geleneksel termokimyasal işlemlerden ayıran çeşitli özelliklere sahiptir. Bu özellikler şöyle sıralanabilir;

- 1) Yüksek enerjiye sahip (> 10 keV) iyon implantasyonu bileşiminde termodinamik bir sınırlama olmadan yüze yakın bir bölgede özel bir atomik karışım oluşturur.
- 2) Elde edilen derinlik ve yoğunluk profilleri, iyon akışı ve kinetik enerjinin optimize edilmesi ile kontrol edilebilir.
- 3) Çarpan iyon ışınının neden olduğu atomik yer değişimi, atomik taşınımı teşvik eden büyük kafes hasarlarına yol açabilir.
- 4) İşlem, kafes yapısı içinden önemli derecede atom çıkarma işlemidir.
- 5) İyon implantasyonu atermal bir prosesdir.
- 6) İyon implantasyon işleminin en önemli özelliği malzeme sınırlaması olmamasıdır, tüm metalik malzemelere uygulanabilir.



Şekil 2.9 Enerjilerine göre iyon bombardımanı etkileri (Saklakoğlu, İ.E., 2004)

2.5.4.3 İyon İmplantasyonunun Avantaj ve Dezavantajları

İyon aşılama işleminin avantajlarını şu şekilde belirtmek mümkündür; Hemen hemen her elementin malzeme içerisine aşılması 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 kırılma meydana gelmez. Son yapılan işlemdir, yüzeylerin parlaklığı işlem sırasında bozulmadığından tekrar parlatma gerektirmez. İyon aşılama bir kaplama yöntemi olmadığından yapışma, sıyırılma, dökülme gibi

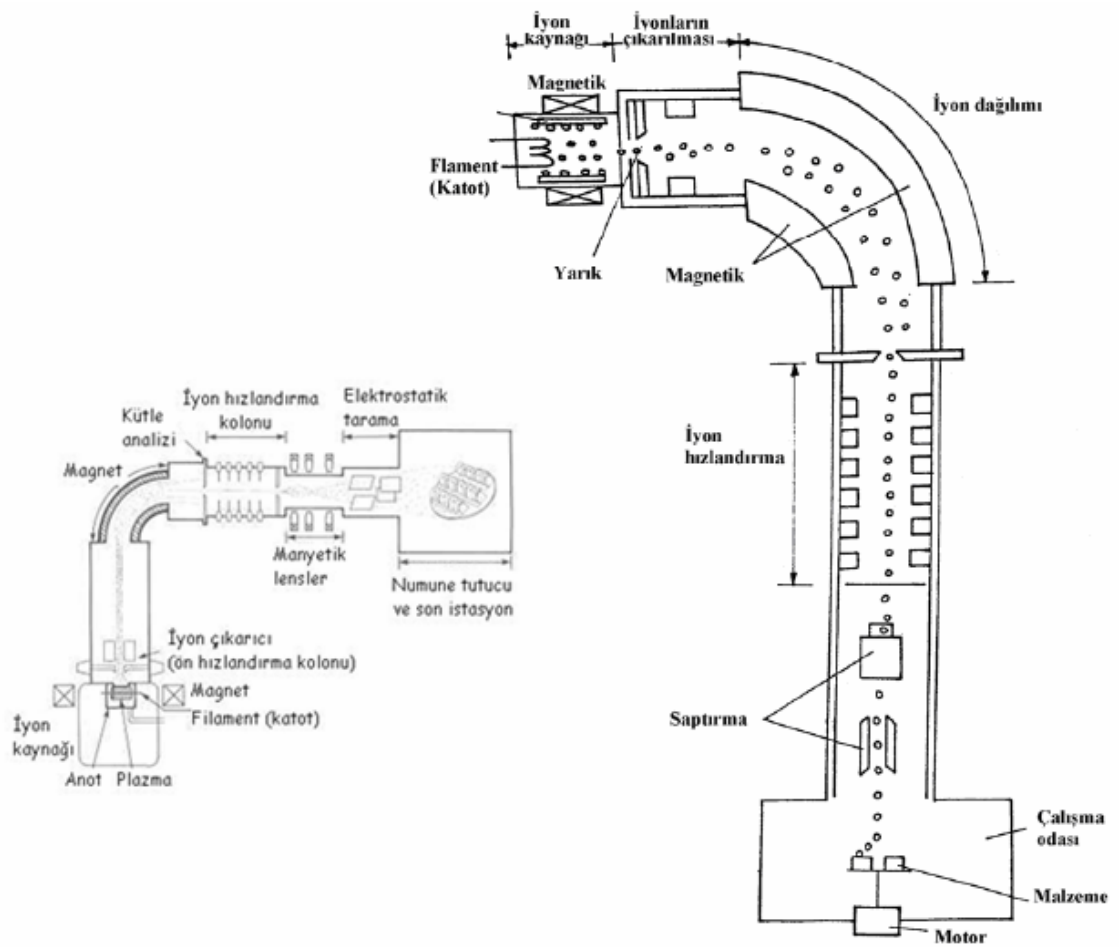
problemleri yoktur. Malzeme boyutlarında herhangi bir deęişiklik meydana getirmediğinden, hassas toleranslara sahip parçalara uygulanabilir. Malzeme boyutunda büyüme ve yüzey bitirme işlemleri yoktur. İşlem vakum altında uygulandığundan, malzemenin oksitlenme tehlikesi yoktur. Temiz vakum işlemidir, zehirli deęildir. Bunların dışında, bu yöntemle katı çözülebilirlik sınırı aşılabılır. Difüzyon tabakası yüzeyi ve iyon türlerine göre deęişkendir. Alaşımlama difüzyon sabitinden bağımsızdır. Keskin ara yüzey olmaması nedeniyle adhezyon sorunu yoktur. Otomasyona elverişli olduğundan yüksek kontrol özelliğı 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 ışıık hattı boyunca gerçekleştiğinden karmaşık geometrili parçaların aşılması mümkün deęildir. Bu nedenle sadece görünen yüzeyler işlem görebilir ayrıca işlem derinliğı azdır. Bu problemin giderilmesine yönelik çalışmalar plazma ortamında iyon aşılama (PIII) tekniğinin gelişmesini sağlamıştır.

2.5.4.4 İyon İmplantasyonu Ekipmanları

Geleneksel iyon implantasyonu ekipmanının ana parçaları basit olarak, katıları sıvıları ya da gazları iyonize eden iyon kaynağı, iyonları yüksek kinetik enerjili hale getiren hızlandırıcı sistem (ivmelendirici), yönlendirme düzeneğı, iyonları kütlelerine göre ayıran analiz sistemi (kütle ayırıcı), işlenecek yüzeye iyonları homojen şekilde dağıtan tarama sistemi ve implantasyonu edilecek parçaların bulunduğu hedef hücreden oluşur. Şekil 2.10'da tipik bir iyon implanteri görülmektedir. Bu cihaz herhangi bir elementin düşük yoğunluklu iyon ışınlarını üreten bir iyon kaynağı, kaynaktan iyonları çıkaran ve hızlandırma sütunu boyunca hızlandıran yüksek potansiyel elektrotları, çeşitli iyonları ayıran iyon analiz magnetleri ve numune odasına doğru iyon ışınlarını odaklayan elektrostatik tarama plakaları içermektedir. Flamanın (katod) ısıtılması suretiyle çıkarılan elektronlar ortamdaki gaz atomlarını iyonize ederler. Pozitif yüklü iyonlar magnetik alan tarafından yönetilen bir yarıktan geçirilir. Mıknatısa verilen akım, delikten hangi enerji seviyesinde iyonların

geçeceğini belirler. Böylece aynı enerji seviyesine sahip iyonlar gönderilmiş olur. Dağılmış olan iyonlar magnetik alan ile yönlendirilerek iyon hızlandırma ünitesine gönderilir. İyon hızlandırma ünitesinde yüksek enerji ile ivmelendirilen iyonlar saptırma bölümünde malzemenin durumuna bağlı olarak istenen bölgeye yönlendirilir. Bu işlemin en önemli özelliği ışının çok dar bir alana etkileyebilmesi ve malzeme sınırlaması olmamasıdır, tüm metalik malzemelere uygulanabilir. Şekil 2.10'da da görüldüğü gibi iyonlar, implantasyon yapılacak parça yüzeyine doğrusal bir yol izleyerek ulaşırlar. Yöntem ışık-hattı adını da buradan almaktadır.



Şekil 2.10 İyon implantasyonu ünitesinin (iyon implanteri) şematik şekli

Önceki bölümlerde de anlatıldığı üzere, oldukça hızlandırılmış iyonlarla bir yüzeyin bombardıman edilmesi ve bu iyonların yüzeye yakın bölgenin kafes yapısına yerleşmeleri, iyon implantasyonu işleminin esasını oluşturmaktadır. Ancak

geleneksel iyon implantasyonu yönteminde bunun gerçekleştirilebilmesi için implantasyon yapılacak yüzeyin basit geometri ve iyonların izlediği doğrultuya dik olması gerekir. Çok yüzlü parçalara bu yöntemle implantasyon uygulandığında, implantasyon yapılacak yüzey yönlendirilmiş iyonların görüş hattına alınmalıdır. Bu da sisteme, parçayı döndürecek bir donanım eklenmesini gerektirir ki ilk yatırım maliyeti yüksek olan düzeneğin kurulum bedelini daha da artırmış olur.

2.5.4.4.1 İyon İmplantasyonunda Kullanılan İyon Kaynakları

İyon kaynakları, implante edilecek elementin iyonizasyonunu gerçekleştirerek iyonların oluşumunu sağlayan bir üreteçtir. Bir iyon kaynağı için en önemli parametreler; servis ömrü, güvenilirliği ve yüksek akım üretebilme kabiliyetidir. Konstrüksiyonun detayları çok değişken olmakla birlikte; güvenli, yüksek akım üretimine izin veren değişkenleri genelde aynıdır. İyon implantasyonunda kullanılan iyon kaynaklarının çoğu pozitif iyon kaynaklarıdır ve ark deşarjıyla ya da diğer yollarla üretilen plazmadan çıkarılır.

Böyle kaynakların çalışması implante edilecek elementi içeren plazma üretimine bağlıdır. İyon İmplantasyonunda kullanılan iyon kaynakları şunlardır;

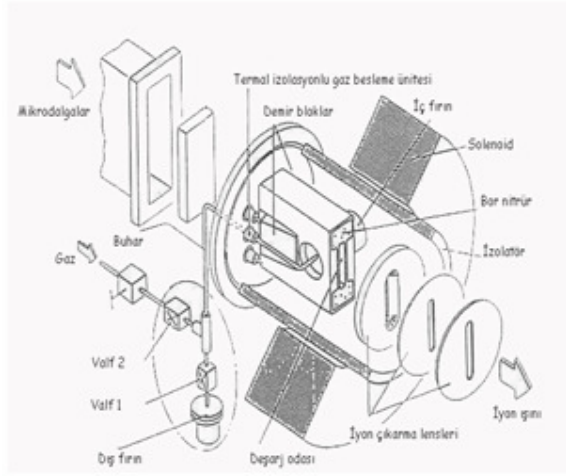
- PIG İyon Kaynağı
- Freeman Kaynağı
- Bernas Kaynağı
- Mikrodalga İyon Kaynağı
- Metal Buhar Vakum Ark Kaynağı (MEVVA)

Bu tez çalışmasında kullanılan Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu sisteminde Mikrodalga İyon Kaynağı mevcuttur.

2.5.4.4.2 Mikrodalga İyon Kaynağı

Mikrodalga iyon kaynakları, sık tüketilen bir bileşen olan ‘filament’e sahip olmamaları nedeniyle, giderek daha fazla ilgi toplamaktadır. Yakın bir gelecekte

mikrodalga iyon kaynaklarının sıcak filament iyon kaynaklarının yerini alması beklenmektedir. Ancak, bu kaynakların tam olarak avantajlarını gösteren çalışmalar henüz tamamlanmamıştır. Hitachi firmasında, Freeman kaynağının geometrisine benzer bir mikrodalga iyon kaynağını bir süredir kullanmaktadır. Burada, Freeman kaynağına benzer akım yoğunluklarına ulaşıldığı ve daha uzun servis ömrü getirdiği ifade edilmiştir. Bu iyon kaynağı Şekil 2.11’de verilmiştir.



Şekil 2.11 Mikrodalga Kaynağı

2.5.5 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu (Plazma Daldırma İyon Aşılama)

Plazma ortamında yüzey iyileştirme teknikleri bir çok ad veya içerik altında bilinir. Plazma Ortamında İyon Aşılama, Plazma İyon Aşılama, Plazma İyon Kaplama, Plazma İyon Aşılama ve Biriktirme (PIIID), Metal Plazma İyon Aşılama ve Biriktirme (MePIIID), vb. Bu yöntemlerin tamamı plazma ortamında gerçekleştirilen yüzey iyileştirme teknikleridir. Farklı alanlarda plazma daldırılan İyon İmplantasyonu için; Plazma Kaynaklı İyon İmplantasyonu (PSII), Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu (PIII veya PI^3), Plazma Esaslı İyon İmplantasyonu (PBII), Plazma İyon İmplantasyonu (PII veya PI^2), Plazma Daldırma İmplantasyonu (PII) ve Plazma İmplantasyonu (PI veya π -teknigi) gibi literatürde farklı adlandırmalar bulunabilir.

Plazma daldırma iyon implantasyonu (PIII veya PI^3) yöntemi, yüksek enerjiye sahip iyonların yüzeye bombardımanı ile iyi bir yüzey modifikasyonu sağlar. PIII

yüksek enerjili iyon destekli birikimde de (deposition) kullanılmaktadır. PI^3 yöntemi ile malzeme yüzeyine düşük işlem sıcaklıklarında yüksek iyon enerjili nitrüleme yapmanın yanı sıra, konvansiyonel iyon ışını teknikleriyle nitrülenmesi mümkün olmayan üç boyutlu (karmaşık geometri parçaların) yüzey modifikasyonu yapılabilir. PI^3 tekniği üzerine çalışmalar ilk olarak metal yüzeylerin paslanma ve aşınmaya karşı dayanıklılıklarının artması ve ileticilerin elektriksel iletkenliklerinin artırılması ile başlamıştır.

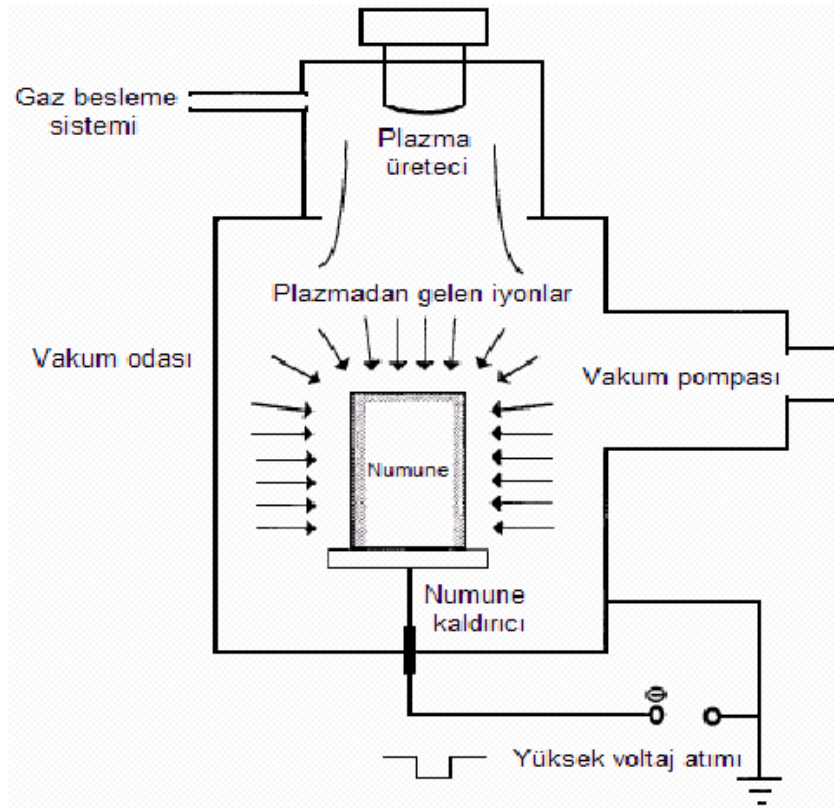
PIII ile metal yüzeylerin ıslahında azot, karbon ve bor gibi elementlerin iyonları metal yüzeylerine enjekte edilmektedir. PIII işleminde vakum ortamında bir darbeli doğru akım kaynağı n (-) kutbu (katot) işlem görece parçaya bağlanır ve bir plazma üretici aracılığıyla plazma oluşturulur. Plazmanın olduğu işlem odasına azot gazı gibi implante edilecek gaz verilir ve azot molekülleri iyonize olurlar. Kullanılan gaz genellikle N_2 (azot) dir. Bu gazın yanında bazen malzemeye C emdirme amacıyla CH_4 gazı ya da plazma yoğunluğunu arttırmak amacıyla Ar gazları gibi çeşitli gazlar belirli oranlarda kullanılabilirler. Plazma içine giren N_2 molekülleri plazma içindeki hareketli parçacıklara (örneğin elektron ve iyonlara) çarparak disosye olup atomlarına ve akabinde de iyonize olup iyon ve elektronlarına ayrılmaktadırlar. Oluşan gaz iyonları (N^{+1}) tatbik edilen gerilim (U) sonucu oluşan

elektrik alanı $E = \frac{U}{l}$ etkisinde kalarak $\vec{F} = q \cdot \vec{E}$ kuvveti ile katoda (iş parçasına) yönelip, sonuçta belirli bir hız ve kinetik enerji ile iş parçasına (katoda) çarpılmaktadırlar. Pozitif iyonlar negatif kutup olan iş parçasına çarpılarak parça yüzeyinden içeriye doğru difüze olurken, bir kısım enerji ısı enerjisine dönüşür ve iş parçasını ısıtır. Bu plazma içindeki + yüklü iyonlar (örneğin azot iyonları) elektrod ve iş parçası arasında tatbik edilen gerilimin oluşturduğu elektrik alan etkisiyle eksi kutba bağlanan iş parçasına doğru yönlendirilip, hızlandırılarak, iş parçasına bombardıman edilir. Bu sayede azot iyonları katı iş parçası içine girip implantasyon gerçekleşir.

Plazma daldırmalı iyon implantasyon (PIII) metodu karmaşık geometri nesnelere, geleneksel ışık-hattı yöntemi ile iyon implantasyonu yapılamadığı için

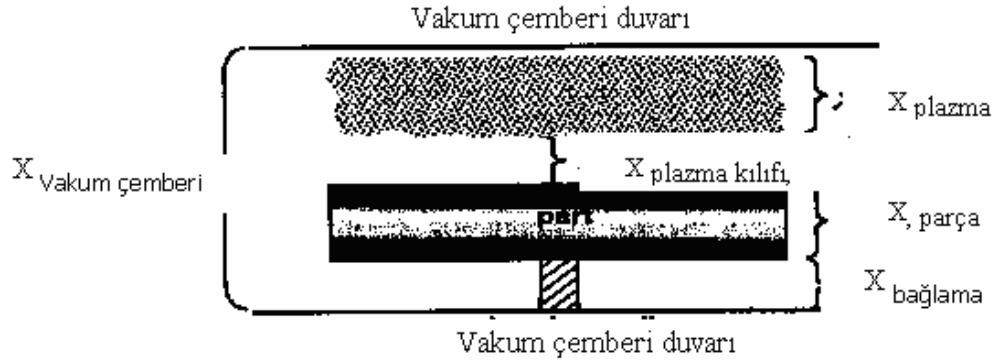
geliştirilmiştir. Geleneksel yöntemde, üreteçten çıkan iyonlar bir ışık hattı boyunca, görüş hattı da denilen doğrusal bir yol izleyerek implantasyonu yapılacak parçaya ulaşırlar. Bu durumda arzu edilen implantasyonun gerçekleştirilebilmesi için parça ve iyon ışını uygun şekilde yönlendirilmeye çalışılır. Parça yüzeyi düz değil de girintili çıkıntılı bir geometriye sahip ise iyonlar doğrusal yol izledikleri için yönlendirmeler yeterli olmaz ve yüzeyin bütün ayrıntıları istenildiği gibi implantasyon yapılamaz. Oysa iyon implantasyonu yapılacak parça ne kadar karmaşık bir geometride olursa olsun, plazma halindeki iyon bulutu içerisine daldırıldığında tüm yüzey istenildiği gibi implantasyon edilebilir.

Şekil 2.12'de PIII için en önemli cihaz elemanlarının şeması gösterilmektedir. Burada vakum odası, gaz besleme cihazı ve vakum pompalama sistemi, plazma üretici, elektriki izoleli numune tutucu ve yüksek voltajlı darbe (şok gönderme) generatörü vardır.



Şekil 2.12 Plazma Daldırmalı İyon İmplantasyonu için cihazların gösterim şeması (Ensinger, W.,1998)

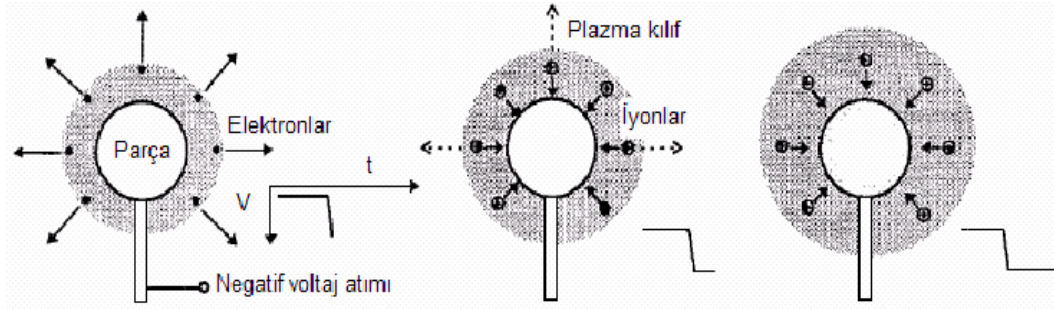
Vakum odası; Vakum odası ölçüleri , plazmayı, plazma kılıfını, parçayı ve bağlama elemanı ölçülerini içerecek şekilde dizayn edilir. Vakum odası geometrisi silindir, dikdörtgen , kare veya zil formunda olabilir ve yere düşey veya yatay olarak yerleştirilerek dizayn edilir. Vakum odası paslanmaz çelik,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



Şekil 2.13 Vakum odası ölçülerinin sematik gösterimi

Pompalama sistemi kullanılan gaz atmosferi basıncını düşürmeyi sağlar, 10^{-5} – 10^{-3} mbar (10^{-3} - 10^{-1} Pa) değerlere kadar. Gaz besleme sistemi ise, iyonizasyonu sağlanacak gazı vakum odasına vermeye yarar.

Yüksek voltajlı darbe (şok gönderme) generatörü; İş parçasına, birkaç kilovolttan 100kV'a kadar değişen negatif yüksek voltajlı darbe öngerilimi uygulanır. Uygulanan eksi voltaj elektronları iş parçasından uzaklaştırırken, artı iyonları plazmadan iş parçasına doğru hızlandırır. Literatürde darbe süresi birkaç saniyeden 150µs'ye kadar verilmiştir. Bu darbe tekrarlama oranları birkaç Hertz'den 3kHz' e kadar sıralanmaktadır. Plazmadan iyonlar bu enerjiyle hızlandırılırlar ve numuneye implantasyon edilirler. Bu proses alanın her tarafına aynı zamanda yapılır. İş parçasının yalnızca numune tertibatına temas eden kısmı korunmuş olur. Şekil 2.14' te yüksek voltaj darbeleri esnasındaki işlem gösterilmiştir. Darbe esnasında meydana gelen elektriksel alanda, iyonlardan daha hızlı hareket eden elektronlar negatif biyasla (gerilim düşümü) kutuplanmış numuneden uzağa hızlandırılmaktadır.



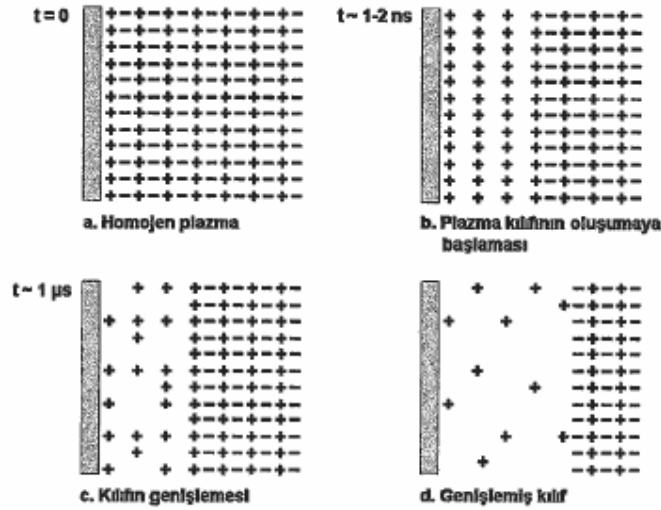
Şekil 2.14 Plazma kılıfı geliştirilmesinin (Yüksek gerilim atımı sırasındaki süreç) gösterim şeması; yüksek voltaj darbeleri numuneye uygulanmıştır; elektronlar geri püskürtülmüştür; iyonlar numuneye doğru hızlandırılmışlardır; plazma kılıfı genişler.

(Ensinger, W.,1998)

Plazma üretici; Plazma birkaç teknik ile elde edilmektedir. En önemlileri biyas ince telle d.c. glow discharge, mikrodalga uygulama, çoğunlukla elektron atom savurucu rezonans biçimi ve kapasiteli veya indüktiveli bağlantılı radyo frekansdır. En basit ve pahalı olmayan metot d.c. glow discharge metodudur. Biyas ince telle d.c. glow discharge'lı yöntem, ilk 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.

İyon implantasyon tekniklerinin tipik özellikleri temel olarak düşük işlem sıcaklıklı teknikler olmasıdır. 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 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 nesnelere kontrol altında tutmak oldukça kolaydır. Sadece iş parçası tablası üzerine yerleştirilmeleri zorunludur.

olmalıdır. Diğer bir sebep ise plazmanın yeniden toparlanmasına izin vermek yani iş parçası etrafındaki plazma kılıfını taze iyonlarla doldurarak, işlemin sürekliliğini sağlamaktır. Şekil 2.16'da plazma kılıfı içindeki iyon ve elektronların zamana bağlı davranışları şematik olarak gösterilmiştir.



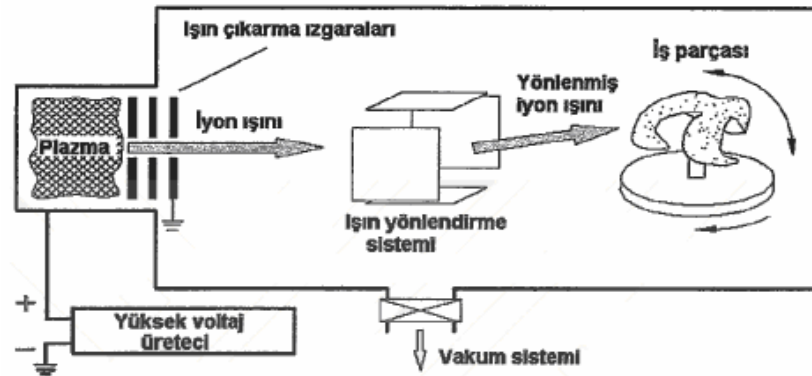
Şekil 2.16 Plazma kılıfı içindeki iyon ve elektronların zamana bağlı davranışları (Ensinger, W., 1998)

Şekil 2.16 (a)'da homojen bir plazmaya daldırılmış iş parçası gösterilmektedir. PIII işleminde, iş parçası plazmaya daldırılır ve plazma potansiyeline göre daha yüksek negatif voltaja puls edilir. Uygulanan yüksek negatif voltaj elektronları iş parçasından uzaklaştırırken, pozitif iyonları plazma üreticisinden iş parçasına doğru yönlendirir, bu sayede iş parçası etrafında plazma kılıfı oluşturularak implantasyon gerçekleştirilir (Şekil 2.16 b). Zaman geçtikçe Şekil 2.16(c) ve Şekil 2.16 (d)'de görüldüğü gibi iyonlar implantasyon 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.

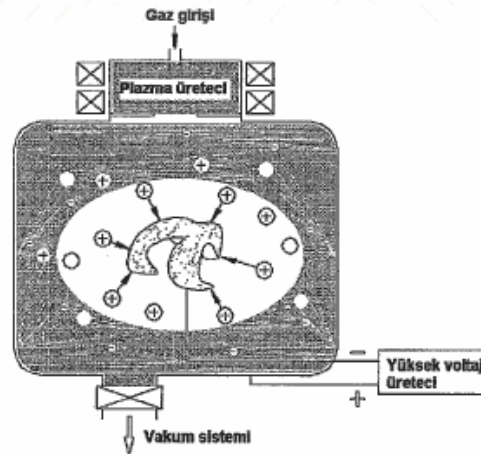
2.5.5.1 Geleneksel İyon İmplantasyonu ile Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun Karşılaştırılması

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 aşılabilmesi için iş parçasının implantasyonu sırasında parça geometrisine uygun olarak döndürülmesi gerekir. Bu da yönteme karmaşıklık katar ve işlem maliyetini yükseltir (Şekil 2.17 a). Plazma daldırma iyon implantasyonu, geleneksel iyon implantasyonu teknolojisinden farklı bir sistemdir. PI^3 yöntemi, geleneksel iyon ışını implantasyonu yönteminde bulunan görüş hattı kısıtlamasını giderir. PI^3 tekniğinde, yüzeyi implantasyon edilecek olan iş parçası plazma ortamına yerleştirilir (daldırılır). Parçaya darbeler (puls) halinde uygulanan yüksek eksi voltaj, artı yüklü iyonları hızla kendisine çektiklerinden implantasyon gerçekleştirilir. (Şekil 2.17 b)



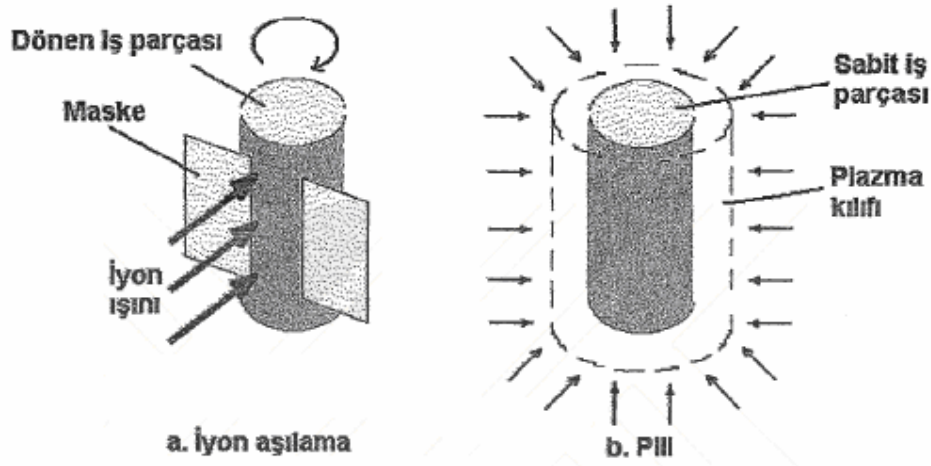
(a) Geleneksel iyon aşılama sisteminin şematik gösterimi



(b) Plazma ortamında iyon aşılama sisteminin şematik gösterimi

Şekil 2.17 Geleneksel iyon implantasyonu ve PI^3 sistemlerinin şematik olarak karşılaştırılması. (Saklakoğlu v.d., Mühendis ve Makine)

Geleneksel iyon İmplantasyonunda gelen iyon ışını yüzeye dik çarptığı zaman implantasyon en iyi seviyede gerçekleşir. İyon ışınının gelme açısının normal 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 2.18 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, çünkü maskenin üstünden sıyrılan ışın parçası üretim veriminde bir kayıp oluşturur. Bunun yanında, maskenin malzemesi iş parçası malzemesinin aynısından yapılmadığı sürece 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 2.18 b).



Şekil 2.18 İyon implantasyonu ve PIII'nın şematik olarak karşılaştırılması. (Anders, A.,2000)

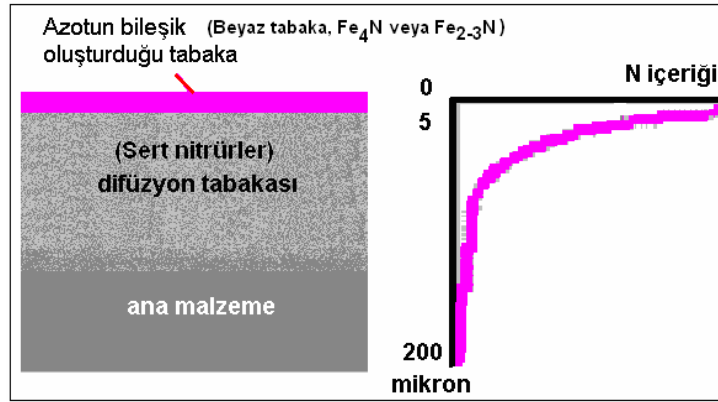
2.5.5.2 Plazma Nitrüleme ile Plazma Daldırma İyon İmplantasyonunun Karşılaştırılması

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 nitrüleme sisteminden

farksızmış gibi görünebilir. İki yöntem arasındaki fark, iş parçası yüzeyine gelen voltaj ve ortalama güç yoğunluğudur. Plazma nitrüleme (DC) nispeten düşük voltaj ve çok yüksek akım gücü 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 difüze olmasına neden olur. PIII 'da çok yüksek bir voltaj üretici kullanılır, tepe akımı yeterince büyük olmasına rağmen puls monitörünün DC (Dogru Akım) şarj ünitesi zaman ortalamalı akımı sınırlandırır ve böylece iş parçası üzerindeki ortalama güç yoğunluğunu azaltır. Nitrüleme yöntemiyle yüzey sertleştirmenin getirileri tartışılmazdır. İşlem teorik olarak 400-600 °C sıcaklıklarda gerçekleştirilen, elektriksel olarak iletken malzeme yüzeyine azot arayer atomunun yayınma işlemidir.

Nitrüleme işlemi kısaca;

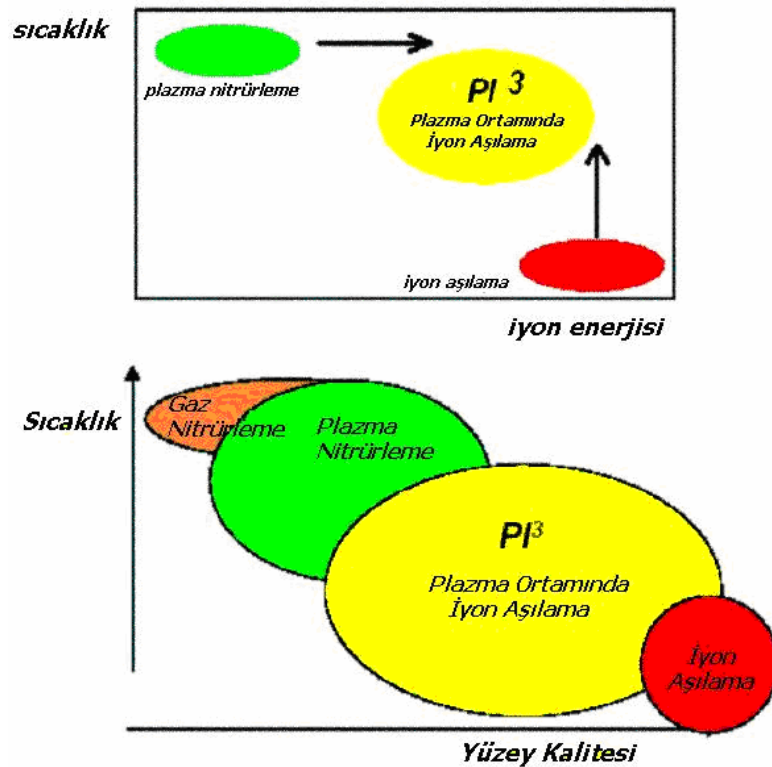
- azotun metalik yüzeye difüzyon yoluyla girdiği bir işlemdir,
- yakın yüzeyde nitrürlü bileşikler oluşur,
- azot geniş bir difüzyon tabakası içerisinde katı çözeltide bulunur şeklinde özetlenebilir.



Şekil 2.19 Nitrülemenin Şematik Tanımı (Saklakoğlu, N. , Saklakoğlu, İ.E. ,2004)

PI³ yöntemi, plazma nitrülemeye göre daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Bu ise ana malzemenin yapısını değiştirmeden ve hemen hemen hiç çarpılma gerçekleşmeden işlemin tamamlanması anlamına gelir. Yani, son işlem olarak

uygulanabilir. PI^3 yönteminde genellikle saf azot kullanılır ve işlem plazma nitrürlemeden yaklaşık 3 kat daha düşük basınçta gerçekleştirilir. İyonlar yüksek voltaj darbeleri ve düşük basınç ortamında iş parçası yüzeyine hızla çarparak yüzeyden içeriye girerler. Şekil 2.20 a' da iyon enerjileri ve işlem sıcaklığı açısından plazma nitrürleme, geleneksel iyon implantasyonu ve PI^3 yöntemi karşılaştırmalı olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.20 PI^3 sıcaklığına göre (a) iyon enerjisi ve (b) yüzey kalitesinin karşılaştırılması (Saklakoğlu, N. , Saklakoğlu, İ.E. ,2004)

Şekil 2.20 b' de PI^3 ' de işlem sıcaklığına bağlı olarak yüzey kalitesi değişimi diğer yöntemlerle karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Yüzey kalitesinin oda sıcaklığı yöntemi olan iyon implantasyonuna (aşılama) çok yakın olması, yöntemin büyük bir avantajını oluşturmaktadır. Plazma nitrürlemenin, geleneksel iyon implantasyonunun ve PI^3 ' ün dikkat çeken özellikleri Tablo 2.5'te karşılaştırılmıştır.

Tablo 2.5 Plazma nitrürlemenin, geleneksel iyon implantasyonunun ve PI^3 ün İşlem Değişkenleri (Saklakoğlu, N., Saklakoğlu, İ.E., 2004)

PROSES	VOLTAJ (kV)	AKIM YOĞUNLUĞU (mA/cm ²)	BASINÇ (mbar)	SICAKLIK (°C)
Plazma nitrürleme	0,3-1,0	0,5-3,0	0,13-13	350-600
Geleneksel iyon implantasyonu	10-400	0,001-0,03	$1,3 \cdot 10^{-5}$ - $1,3 \cdot 10^{-7}$	<100
PI^3	40-50 (puls)	1-4	$1,3 \cdot 10^{-3}$	150-500

PIII ile malzemelerin yüzey modifikasyonunda yüksek sertliğe sahip yüzeyler, azotla güçlendirilmiş bir difüzyon bölgesiyle elde edilir ve bu implantasyon yapılmış bölgenin yüklenme kapasitesini artırır. Yöntem, geleneksel nitrürlemede kullanılan sıcaklıklardan ($500^{\circ}C$ tan yüksek) daha düşük sıcaklık değerlerinde de yapılır. Malzemeye bağlı olarak yüksek sıcaklıklarda nitrürlenemeyen alaşımlara $200-450^{\circ}C$ aralığındaki sıcaklıklarda da uygulamak mümkündür.

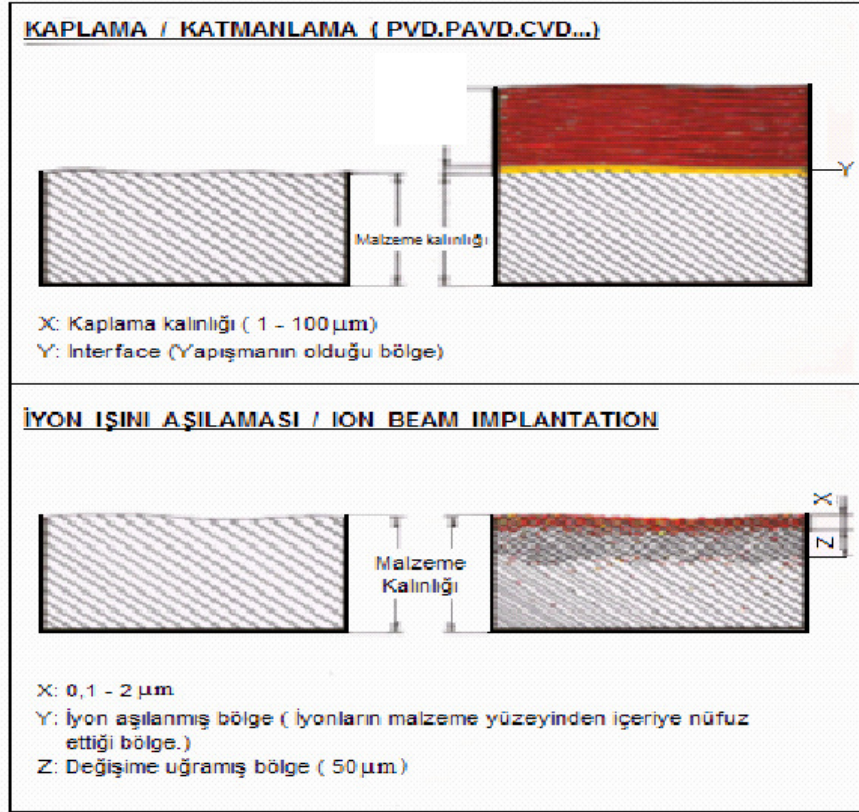
Son on yıldır yumuşak çelikler, az alaşımlı ve mikro alaşımlı çelikler, takım çelikleri ve paslanmaz çelikler üzerine araştırma yapılmaktadır. Ayrıca son birkaç yıldır da demir dışı metallere molibden, titanyum, ve alüminyum alaşımlarının yüzey modifikasyonu araştırılmaktadır.

2.5.5.3 Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu'nun Avantajları

Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu'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 malzemenin korozyon direnci yükselir.
- İşlem sıcaklıkları ayarlanabilir ve kontrol edilebilir.
- $150 - 500^{\circ}C$ 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

yüzeyle meydana gelen yapısal değişiklik ile, implante edilen malzeme ana malzemenin bir parçası durumunu alır. (Şekil 2.21)



Şekil 2.21 Ana malzeme ve implantasyon edilmiş bölgenin bütünlüğü

- 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.
- İmplant edilen malzemelerin çalışma ömürleri fevkalade artar (Ortalama olarak 6-20 kat artar).
- Temiz ve çevreci bir işlemdir, siyanürlü kimyasallar ve amonyak gazı kullanılmaz.

2.5.5.4 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 İyon İmplantasyonu'nda değişime uğramış bölgenin derinliği çok sığdır (0.1-2 µm).
- Yüksek sermaye maliyeti spesifik yüzeyin son derece önemli yada yüksek güvenilirlik gerektiren parçalara uygulanabilirliği ile sınırlıdır.
- Geleneksel iyon aşılama yarı iletken uygulamalarda kullanılan kütle ayırıcı sistem PIII'de yoktur.
- Pratik uygulamalarda voltaj belirli sınırlar içerisinde uygulanabilmektedir.
- Aşılama iyon dozunun işlem sırasında tam olarak tespiti zordur.

2.5.5.5 PI^3 Yönteminin 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, sürtünme, yorulma ömrü, kırılma gevrekliği, oksidasyon (korozyon) dayanımı, hidrojen kırılma dayanımına karşı dayanım ve optik özellik gibi bazı yüzey karakteristiklerinin iyileştirilmesi için başta metal malzemeler olmak üzere daha çok çelik, seramik, plastik, karbür, titanyum ve cam malzemelere uygulanan PI^3 yöntemi oldukça iyi yüzey özellikleri sağlamıştır.

PI^3 yöntemi, ticari alanda varlığını sürdürebilir uygulamaların başında gelen bir yöntemdir. PI^3 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 PI^3 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.

Araştırmalar ve yapılan çalışmalar, PI^3 yönteminin endüstriyel uygulamalarda oldukça başarılı sonuçlar verdiğini göstermektedir. Henüz yeni bir teknik olan PI^3 yöntemi, kısa sürede büyük ilerleme kaydetmiştir ve her geçen gün daha çok ilgi çeken ve araştırılan bir konu haline almıştır. Bugün için en geniş PI^3 sistemi A.B.D. Los Alamos Laboratuvarındadır. Buradaki PI^3 sistemi 8 m³'lük bir işlem odasına (uzunluk yaklaşık 4,5 m., çap yaklaşık 1,5 m.) sahiptir. PI^3 sistemi tarafından implantasyon yapılmış , yani yüzey işlemi gören en ağır iş parçası, ağırlığı yaklaşık bir ton civarında olan General Motors'a ait bir kalıp bloğudur. Yine PI^3 sistemi ile topluca işlem gören en büyük sayıda iş parçası General Motors için 1000 adet pistonun aynı anda iyileştirilebilmesidir.

Yapılan maliyet çalışmaları, PI^3 sisteminin şimdiki düşük akımlı geleneksel iyon ışını implantasyonundan daha ekonomik olabileceğini göstermektedir. İlk patenti takip eden on yıl içinde, dünya genelinde 30'dan fazla enstitüde, küçük araştırma cihazlarından geniş ölçekli makinalara kadar 45'den fazla PI^3 cihazı yapılmıştır. Dünyanın ilk ticari PI^3 cihazı bir ticari krom kaplama tesisinde kurulmuştur. Tablo 2.6'da PI^3 teknolojisinin ticari geliştiricileri ve bu kuruluşların çalışma alanlarına örnekler verilmiştir.

Tablo 2.6 PI^3 Teknolojisinin Ticari Geliştiricileri ve Uygulama Alanları (Anders, A.,2000)

Şirket	Uygulama Alanı
Varian, Palo Alto, Cal. A.B.D.	Mikroelektronik
Silicon Genesis, Campbell, Cal. A.B.D.	Mikroelektronik
Panasonic, Osaka, Japonya	Mikroelektronik, Triboloji
Ionex, Traverse City, Michigan, A.B.D.	Otomotiv Sanayi
PVI, Oxnard, Cal. A.B.D.	Uzay San., Mikroelektronik, Optik Kaplama
Empire Hard Chrome, Chicago A.B.D.	Otomotiv, Döküm Endüstrisi

ANSTO, Sydney, Avustralya	Triboloji
Diversified Technologies, Boston A.B.D.	Genel
North Star Research Corp., New Mexico A.B.D.	Genel
Harwell (AEA Spinoff Company), İngiltere	Genel

- 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. Ömürleri 10–20 kat artar.
- Plastik sanayinde, ekstrüzyon kalıplarında, vida ve kovanların korozif aşınmaya maruz kalan kısımlarında, plastik ürünlerin kesilmesinde kullanılan kesicilerde ömürleri 5 ila 10 kat artar
- Tekstil sanayinde kullanılan kılavuz ve kesici bıçaklarda, ömürleri 3 ila 6 kat artar.
- Hassas rulman ve rulman yataklarında, dişlilerde (helikopter, uçak, roket)ömürleri 10 kat artar.
- Cerrahi bıçaklarda, protezlerde; bu malzemelere implantasyonların yapılmasıyla verimleri, bio uyumları artar ve dokuların enfeksiyon kapma riski azalır.
- Elektronikte kullanılan çeşitli metallere elde edilen tellerin tungsten karbürden yapılmış tel çekme kalıpları implantasyon yapılarak ömürlerinde 4-5 kat iyileşme sağlanabilir.

Kaplama teknikleri ile PIII'ün kombinasyonu bugünkü endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır. Son zamanlarda, bir krom kaplama şirketi gerçek bir uygulamada nitrojen-PIII' ü geliştirmiştir. Kalın elektrot kaplanmış sert kromun ömrü yeteri kadar çok arttırılabilir. Şu anda değerlendiriliyor olan diğer başarılı örnek, otomotiv endüstrisinde alüminyum alaşımlı motor parçalarının sert karbon filmlerinin kimyasal buhar prosesi ile PIII'ün kombinasyonu olan işlemdir. PVD ve CVD teknikleri ile kombinasyonunda 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 kullanılır. 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.

Tablo 2.7 malzeme tipi, uygulama gerilimi ve özellikler üzerine etkisini, yazar ve sene bilgilerini içeren, azot PIII ile metallerin ve alaşımların mekanik ve kimyasal yüzey özelliklerinin değiştirilmesinin örneklerini gösteren listeyi içermektedir.

(Eisinger, W., Surface and Coatings Technology 100–101 (1998) 341–352)

Malzeme	Volta j	Etki	Yapanlar	Yapım Yılı
5160 çeliği	40 kV	1.25x lik faktörle sertlik artar	Conrad vd.	1987
İnvar (Ni-Fe alaşımı) %36 nikelli alaşım	40 kV	0.3x lik faktörle aşınma azalır	Conrad vd.	1987
AS1443-1973 Düşük C'lu çelik	20 kV	0.-0.02x lik aşınma azalır	Tendys vd.	1988
M2 punches çeliği	40 kV	70-80x lik aşınma ömrü artar	Conrad vd.	1988
K500 monel alaşımı (Ni-Cu alaşımı)	50 kV	1.2-1.6x lik sertlik artar	Madapura vd.	1989
Incoloy 908, 909 (Fe-Ni)	50 kV	2-3x lik sertlik artar, 0.4x lik aşınma azalır	Sridharan vd.	1990
AISI 410	40 kV	2.8x lik sertlik artar, 0.5-0.2x lik aşınma azalır	Worzala vd.	1990
TiAl6V4	50 kV	Sürtünme azalır, 0.4x lik aşınma azalır	Qiu vd.	1990
AISI 304 paslanmaz çelik	28 kV	1.4x lik sertlik artar	Collins vd.	1991
AISI SI takım çeliği	40 kV	0.5-0.1x lik aşınma azalır	Somandi vd.	1992
WC/Co	100 kV	2-3x lik aşınma ömrü artar	Matossian	1992
AISI 316 paslanmaz çelik	45 kV	5x lik sertlik artar, <0.01x lik aşınma azalır	Samandi vd.	1993
Al 1712 T.3	35 kV	1.2x lik sertlik artar	Günzel vd.	1994
AISI 304 paslanmaz çelik	50 kV	2x lik sertik artar	Franklyn vd.	1994
TiAl6V4	50 kV	Korozyon aşınmaları azalır	Shamim vd.	1994
AISI 314L paslanmaz çelik	20 kV	Çukur korozyonu azalır	Smith vd.	1994
Alüminyum	50 kV	Yaygın korozyonlar azalır	Walter vd.	1994

AISI 52100 yatak bilyası çeliği	40 kV	1-0.1x lik aşınma azalır	Blawert vd.	1995
TiAl6V4	50 kV	Aşınma azalır	Johns vd.	1996
Cr12MoV çeliği	40 kV	0.1x lik sürtünme azalır, 0.5x lik aşınma azalır	Shang vd.	1996
TiAl6V4	40 kV	Sertlik artar, 0.4x lik aşınma azalır	Shang vd.	1996
AISI 304 paslanmaz çelik	45 kV	<0.01x lik aşınma azalır	Wei vd.	1996
AISI 318, 321 paslanmaz çelik	40 kV	Aşınma azalır	Blawert vd.	1996
TiAl6V4	60 kV	1.3x lik sertlik artar	Han vd.	1996
TiAl6V4	45 kV	4x lik sertlik artar, 0.01x lik aşınma azalır	Walter vd.	1997
M2 yüksek hız takım çelikleri	45 kV	0.5x lik aşınma azalır	Woods vd.	1997
%99.5 'lik Alüminyum	40 kV	Aşınma azalır, 0.3x lik sürtünme azalır, korozyon azalır	Balwert vd.	1997
TiAl6V4	45 kV	Aşınma ömrü uzar	Alonso vd.	1997
EN 8, EN 240 çeliği	25 kV	Sertlik artar	Mukherjee vd.	1997
TiAl6V4	35 kV	1.7x lik sertlik artar, 0.6-0.03x lik aşınma azalır	Wang vd.	1997
AISI 316Ti paslanmaz çelik	40 kV	4x lik sertlik artar, aşınma azalır	Mandl vd.	1997
AISI 304 paslanmaz çelik	45 kV	Sertlik artar, <0.01x lik aşınma azalır	Ensinger vd.	1997
%99.9 'luk Tantanyum	50 kV	1.3x lik sertlik artar	Ensinger vd.	1997

Tablo 2.8 PIII ile modifiye edilen bazı malzemelere ait çalışmalar ve elde edilen sonuçlar. (Saklakoğlu, İ.E. ,2004)

Uygulama :	Elde edilen sonuçlar :	Yapanlar :
X5CrNi189 paslanmaz çeliğe PIII ile azot ve karbon aşılama	Azot aşılama ile 4 kat sertlik artışı, karbon aşılama ile 3 kat sertlik artışı	I. Yamada vd.
X5CrNiMo17.12.2 paslanmaz çeliğe PIII ile azot aşılama	2 kat aşınma direnci, 4 kat sertlik artışı	E. Richter vd.
AlMg4,5Mg,AlMgSi1 malzemeye PIII ile azot aşılama	2 kat aşınma direnci, sertlik artışı	E. Richter vd.
52100 çeliğine PIII ile azot aşılama	4 kat sertlik artışı	K. Ram Mohan Roa vd.

2014, 2024 Al alařımına PIII ile azot ařılama	Azalan sũrtũnme katsayısı, artan ařınma direnci	Zaiji Zhan vd.
Al-7Si alařımına PIII ile azot ařılama	Yũzey pũrũzlũlũğũnde %50 azalma	Y. Hara vd.
AISI 304 paslanmaz çeliğine PIII ile azot ařılama	2 kat sertlik artıřı, sũrtũnme katsayısında 8 kat azalma	X.B. Tian vd.
Orta karbonlu çeliğẽ PIII ile azot ařılama	Sũrtũnme katsayısında 2 kat azalma	X.B. Tian vd.
AISI-M2 takım çeliğinden imal zımbalara PIII uygulamaları	80 kat ařınma ȳmrũ artıřı	D.J. Rej vd.
Kutu imalinde kullanılan AISI A2 çeliğine PIII uygulamaları	%65 ařınma ȳmrũ artıřı	D.J. Rej vd.
AISI 316 paslanmaz çelik	100 kat ařınma ȳmrũ artıřı	D.J. Rej vd.
A2 kalıp çeliğine PIII azot ařılama	Adhezif ařınmada 1,8 kat azalma	N.W. Cheung vd.
TiN kaplı matkaplara PIII ile karbon ařılama	1,8 kat ȳmũr artıřı	K. Sridharan vd.
Ağaç iřlemede kullanılan kesiciler	Takım ȳmrũnde 4 kat artıř	R.J.Adler vd.
Boeing 747’de kullanılan diřliler	3 kat ȳmũr artıřı	R.J.Adler vd.
AISI D2 basma kalıbı	5 kat ȳmũr artıřı	R.J.Adler vd.
Ti6Al4V alařımına PIII ile azot ařılama	Ařınma direncinde 4 kat artıř, sertlikte 2 kat artıř, sũrtũnme katsayısında 2,5 kat azalma	S.M. Johns vd.
100Cr6 rulman çeliğine PIII ile azot ařılama	Ařınma direncinde 2 kat artıř, sertlikte %50 artıř	C. Blawert vd.
NiTi alařımlarına PIII ile O ařılama	Bio-uyumluluk tespit edilmiřtir.	S. Mandl vd.

BÖLÜM ÜÇ

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1 Çalışmada Kullanılan Malzeme Özellikleri

Bu deneysel çalışma sırasında deney numunesi olarak DIN 42CrMo4 (AISI 4140) çeliği kullanılmıştır. Numunenin kimyasal bileşimi ve özellikleri aşağıdaki gibidir.

3.1.1 Genel Özellikleri

Kategori : Çelik

Sınıfı : AISI 4100 serisi çeliği, Düşük alaşımlı yapı çelikleri, Dövme kalite çelikler, Orta karbonlu çelik, Alaşımlı çelik

Tipi : Standard

Yaygın adı : Krom- molibden Çeliği

41XX alaşım serisini oluşturmak için küçük miktarda (% 0,15 – 0,20) molibden yanısıra % 0,5 - 0,95 civarında krom ilave edilir. Krom ilavesi aynı karbon miktarına sahip sade karbonlu çeliklerin sertleşebilirlik, dayanım ve aşınma direncini de artırır. Buna karşın düşük alaşımlı yapı çeliklerine kromun ilave edilmesi bu çeliklerin aynı şartlar altında temper kırılma eğilimine hassasiyet eğilimini artırır .

3.1.2 Kimyasal bileşimi (%Ağırlık)

Tablo 3.1 : AISI 4140 çeliği kimyasal bileşimi

Element	% Ağırlık
C	0,38 - 0,43
Mn	0,75 - 1,00
Fe	Geri kalan %
P	0,035 (max)

S	0,040 (max)
Si	0,15 - 0,30
Cr	0,80 - 1,10
Mo	0,15 - 0,25
Ni	--
V	--

3.1.3 Ülke Standartlarında Yaklaşık Karşılıkları

Tablo 3.2 Ülke Standartlarında Karşılıkları

Fransa	: AFNOR	: 40 CD 4 / 42 CD 4
Almanya	: DIN	: 42 CrMo 4
	: W.-Nr	: 1.7225
İtalya	: UNI	: 38 CrMo 4KB / 40 CrMo 4 / G 40 CrMo 4
Japonya	: JIS	: SCM 4 / SCM 4 H / SNCM 440
İsveç	: SS	: 2244
İngiltere	: B.S.	: 708 A 42 / 708 M 40 / 709 M 40
USA	: AMS	: 6378 / 6379 / 6381 B / 6382 / 6382 G / 6390 / 6395
	: ASTM	: A 322 / A 331 / A 505 / A 519 / A 547 / A 646
	: SAE	: J404 / J412 / J770
	: UNS	: G41400
Uluslararası	: ISO	: 683/II Type 3
Rusya	: GOST	: 38Ch M

3.1.4 Sıcak Şekillendirme ve Isıl İşlem

Tablo 3.3 : Sıcak şekillendirme ve ısıl işlem sıcaklıkları

Sıcak şekillendirme sıcaklığı	1050 °C (Baslangıç) max.
(dövme sıcaklığı)	850 °C (Bitiş)
Normalizasyon tavlama sıcaklığı	840 – 880 °C (Havada Soğutma)
(normalizasyon)	
Yumuşak tavlama sıcaklığı	720 °C ye ısıtılır ve bunu takiben 680°C ye ani soğutulurak 8 saat beklenir
Yumuşak tavlama (Perlitik yapı)	845 °C ye ısıtılır ve bunu takiben 755 °C ye ani

için)	soğutulur.
Sertleştirme ortamı ve soğuma sıcaklığı	Suda : 820 – 850 °C Yağda : 830 – 860 °C
Temperleme (Menevişleme)	540 – 680 °C
Gerilim Giderme	120 – 200 °C

3.1.5 Kullanıldığı Yerler

Kullanım alanları; otomobil ve uçak yapımında, krank mili, aks mili ve kovani, yivli mil ve benzeri sünekliği yüksek parçalar, ayrıca dişli çark ve bandaj vb. parçalar.

Ayrıca, soğuk çekme mil ve çubukları, makine çelikleri, yaylar, türbin motorları, turbo jeneratörlerin fren halka ve kolları, gemi zincir ve demirleri yapımında, demir yol tekerlekleri ve millerinde, starter dişlilerinde , gibi birçok yerde kullanılmaktadırlar .

3.1.6 Fiziksel Özellikleri

Tablo 3.4 : AISI 4140 çeliğinin fiziksel özellikleri

Özellikleri	Değeri	Koşullar		İşlem
		T (°C)	Temper sıcaklığı	
Yoğunluğu (x 1000 kg/m ³)	7.7- 8.03			
Poisson Oranı	0.27- 0.30	25		
Sertlik, HB (192 – 212) HV (192 – 212)	197	25	815 °C de tavllanmış	
	302		870 ° C normalize edilmiş	
	510		205	Yağda Serleştirme, ince taneli , temperlenmiş
	445		315	
	370		425	
	285		540	
	230		650	

3.1.7 Mekanik Özellikleri

Tablo 3.5 : AISI 4140 çeliğinin mekanik özellikleri

Özellikleri	Değeri	Koşullar		
		T (°C)	İşlem	
Elastik Modülü , Gpa	190-210			
Darbe Mukavemeti , İzod (J)	54.5	25	815 °C de tavllanmış	
Max. Çekme Mukavemeti, MPa	655	25	815 °C de tavllanmış	
	1020,4		870 ° C normalize edilmiş	
	1772		205	Yağda Serleştirme, ince taneli , temperlenmiş
	1551		315	
	1248		425	
	951		540	
	758		650	
Akma Mukavemeti, Mpa	417,1	25	815 °C de tavllanmış	
	655		870 ° C normalize edilmiş	
	1641		205	Yağda Serleştirme, ince taneli , temperlenmiş
	1434		315	
	1138		425	
	834		540	
	655		650	
Uzama %	25,7	25	815 °C de tavllanmış	
	17,7		870 ° C normalize edilmiş	
	8		205	Yağda Serleştirme, ince taneli , temperlenmiş
	9		315	
	13		425	
	18		540	
	22		650	

Kesit Daralması %	56,9	25	815 °C de tavllanmış
	46,8		870 ° C normalize edilmiş
	38		205
	43		315
	49		425
	58		540
	63		650
			Yağda Serleştirme, ince taneli , temperlenmiş

3.1.8 Termal Özellikleri

Tablo 3.6 : AISI 4140 çeliğinin termal özellikleri

Özellikleri	Değeri	Koşullar	
		T (° C)	İşlem
Termal büyüme katsayısı , (10 ⁻⁶ / °C)	12,3	20-100	Yağda sertleştirme, 600 °C de tavllanmış
	12,7	20-200	
	13,7	20-400	
	14,5	20-600	
Termal İletkenlik (W/m-K)	42,7	100	
	42,3	200	
	37,7	400	
	33,1	600	
Özgül Isısı (J/kg-K)	473	150-200	
	519	350-400	
	561	550-600	

3.1.9 Elektriksel Özellikleri

Tablo 3.7 : AISI 4140 çeliğinin elektriksel özellikleri

Özellikleri	Değer	Koşullar	
		T (° C)	İşlem
Elektrik Direnci (10 ⁻⁹ V-m)	222	20	
	263	100	
	326	200	
	475	400	
	646	600	

3.1.10 AISI 4140 Çeliğinin Yaklaşık Kritik Sıcaklıkları

Tablo 3.8 : AISI 4140 çeliğinin yaklaşık kritik sıcaklıkları

<i>28° C/h (50° F/h) de Kritik Isıtma Sıcaklıkları</i>		
Ac ₁	°C	730
	°F	1350
Ac ₃	°C	805
	°F	1480
<i>28° C/h (50° F/h) de Kritik Soğuma Sıcaklıkları</i>		
Ar ₃	°C	745
	°F	1370
Ar ₁	°C	680
	°F	1255

3.2 Numunelerin hazırlanması

AISI 4140 malzemesi \varnothing 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 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 \varnothing 18 – 19 mm çapında ve yaklaşık 12 mm uzunluğunda silindirik pürüzsüz numuneler elde edilmiş ve deneye hazır hale getirilmiştir.

3.3 Çalışma Parametreleri

Yapılmış olan deneyler numaralandırılmıştır ve aşağıda Tablo 3.9'da verilmiş olan parametrelerde gerçekleştirilmiştir:

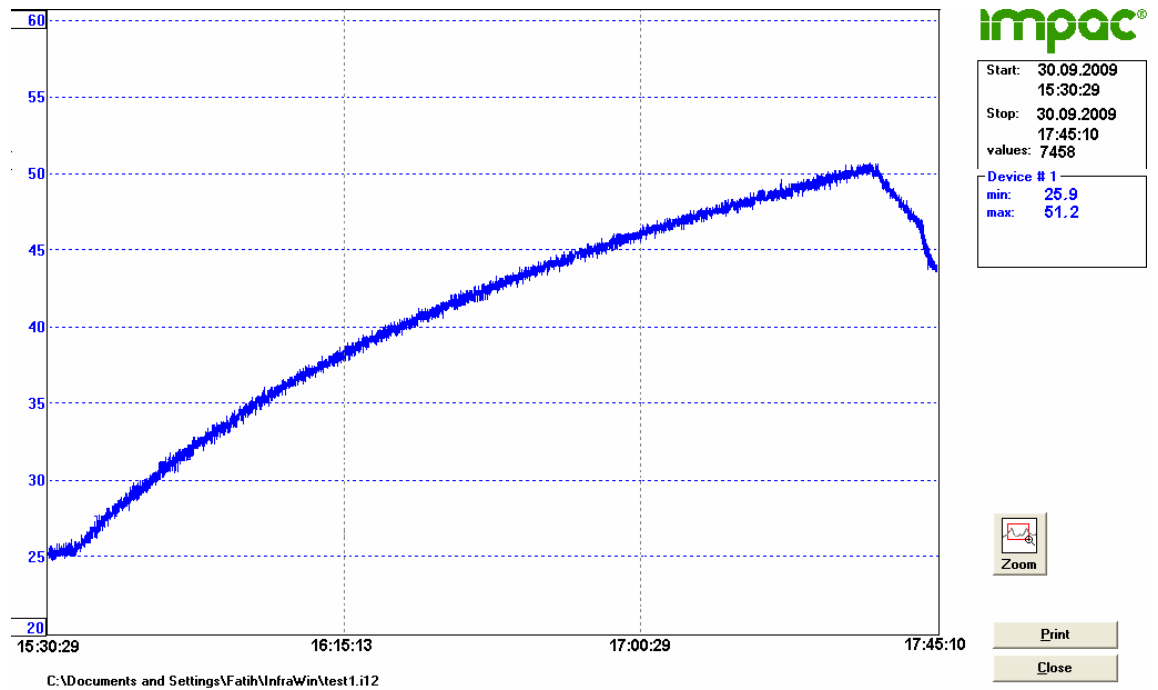
Tablo 3.9 Deney Parametreleri

Deneyler	Voltaj (kV)	Frekans (Hz)	Periyot (μ s)	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

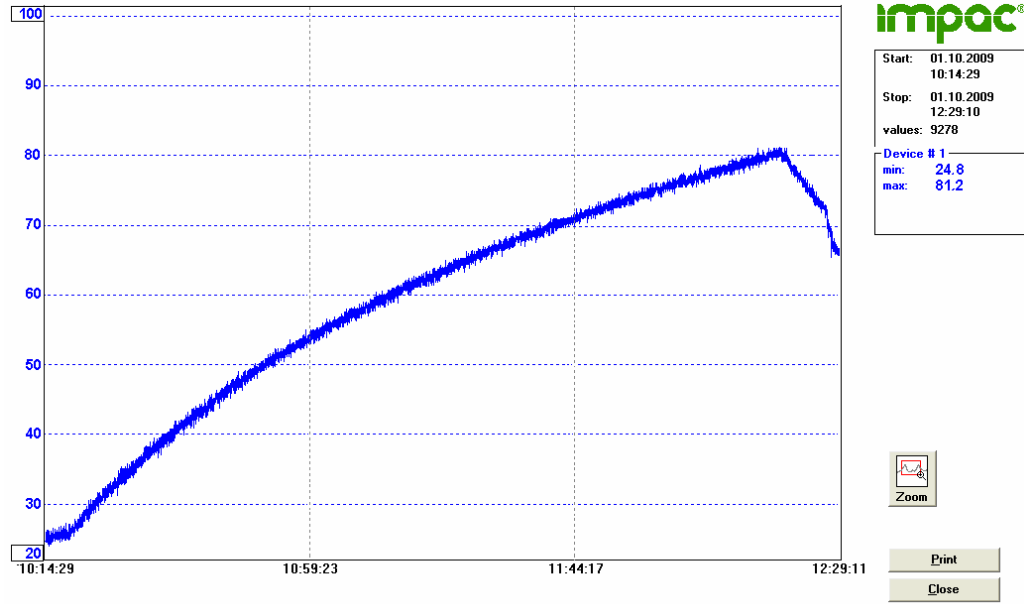
Vakum basıncı : $5,5 \cdot 10^{-5}$ mbar

Çalışma basıncı (İşlem basıncı) : $3,0 \cdot 10^{-2}$ mbar

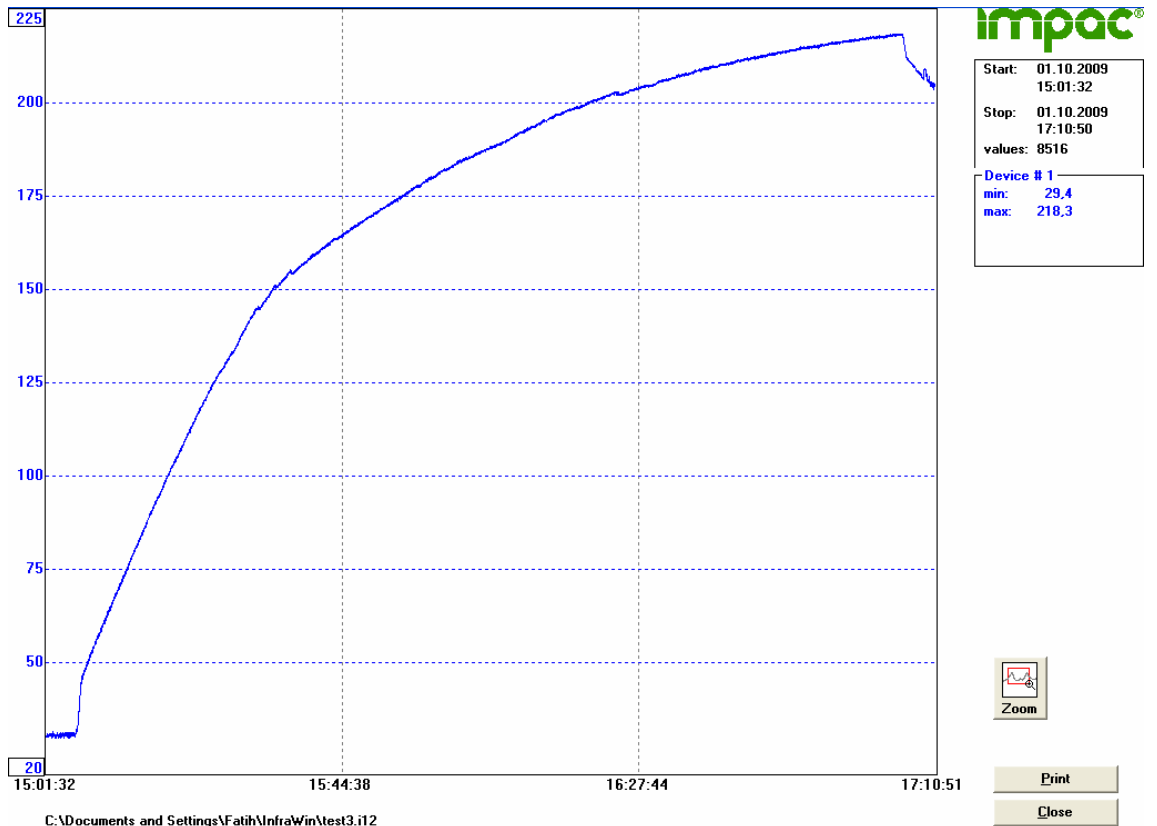
Yukarıda Tablo 3.9’da verilmiş olan deneyler esnasında sıcaklık parametresinin değişimleri aşağıda grafikler halinde, maksimum sıcaklık değerleri ise bir tablo halinde verilmiştir. Bu grafikler PIII sisteminin pürometre cihazına bağlı bir bilgisayar aracılığıyla MICRON / IMPAC programı kullanılarak elde edilmiştir. Pürometre cihazı vakum çemberi içerisindeki numune tutucu üzerinden sıcaklık ölçümü yapmıştır.



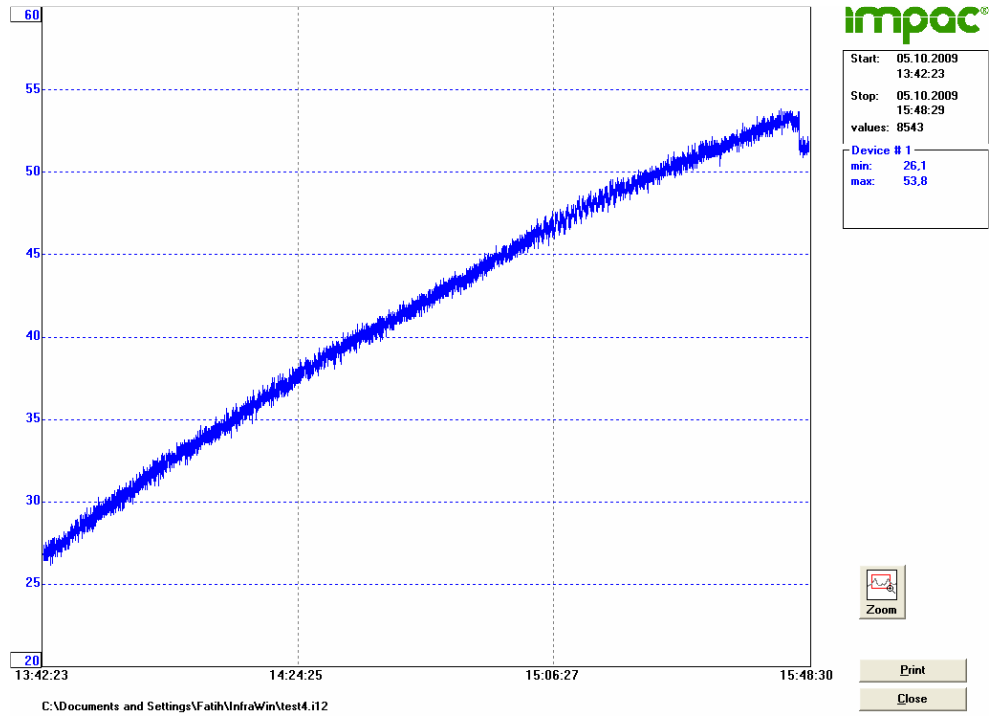
Şekil 3.1 Deney 1 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



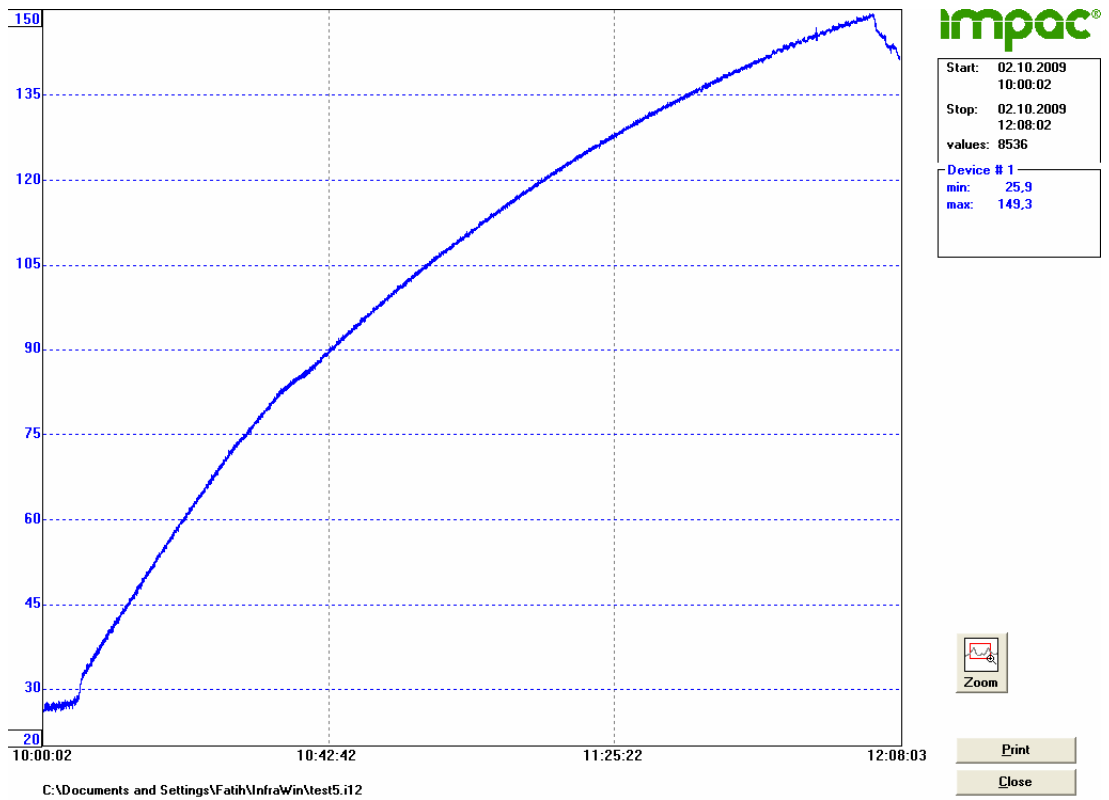
Şekil 3.2 Deney 2 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



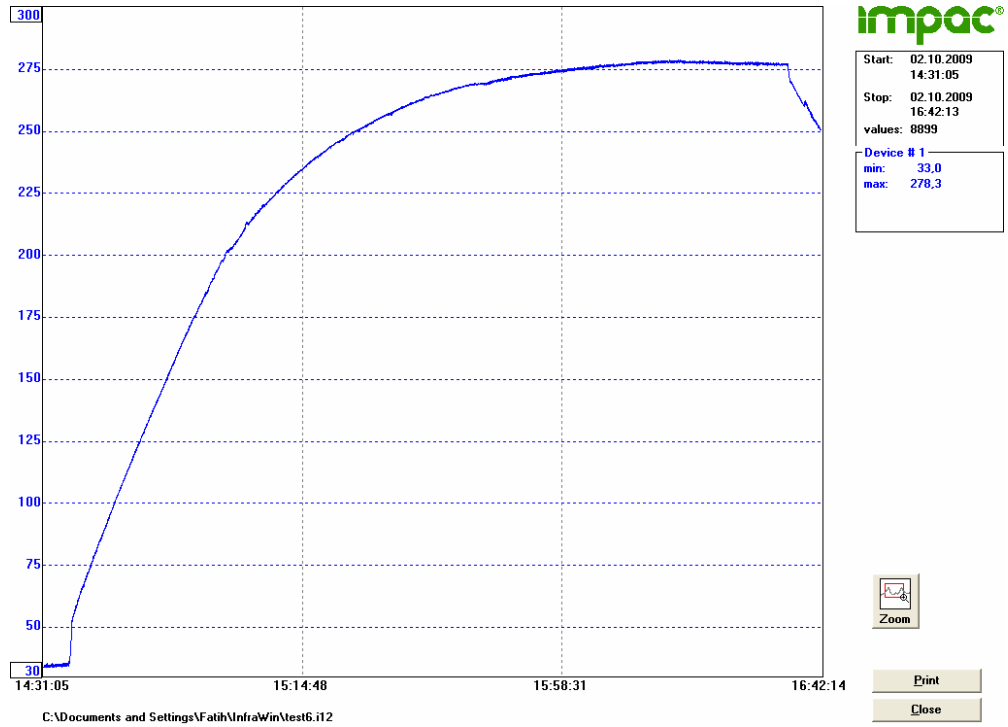
Şekil 3.3 Deney 3 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



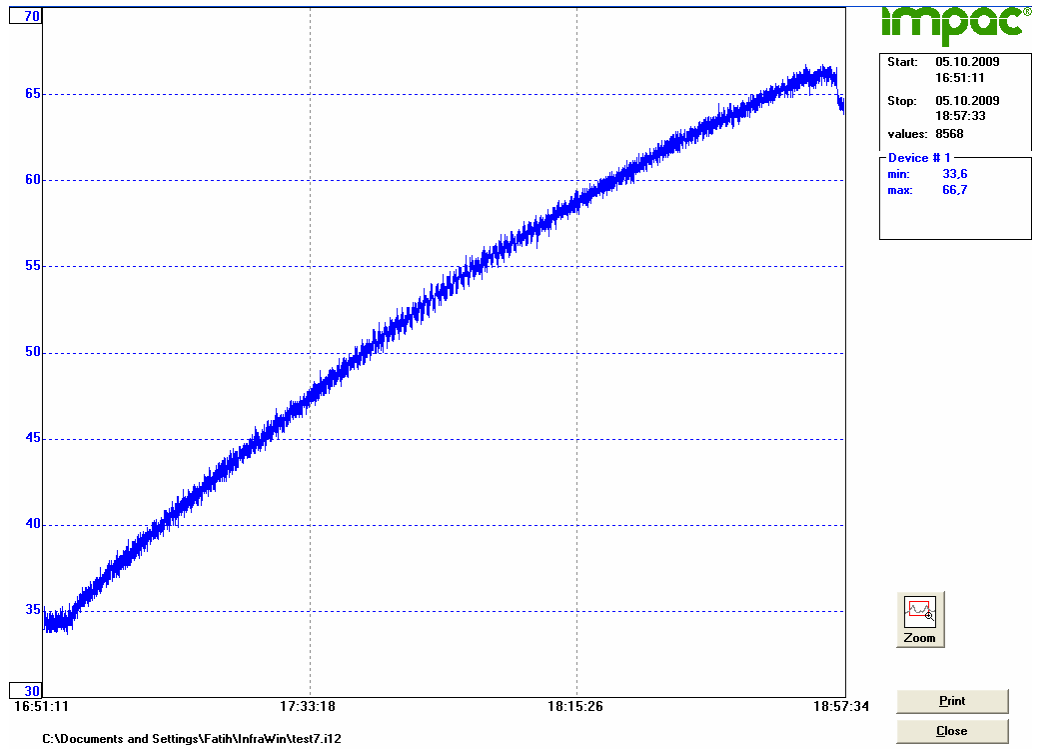
Şekil 3.4 Deneý 4 için sıcaklık – zaman deęişim grafięi



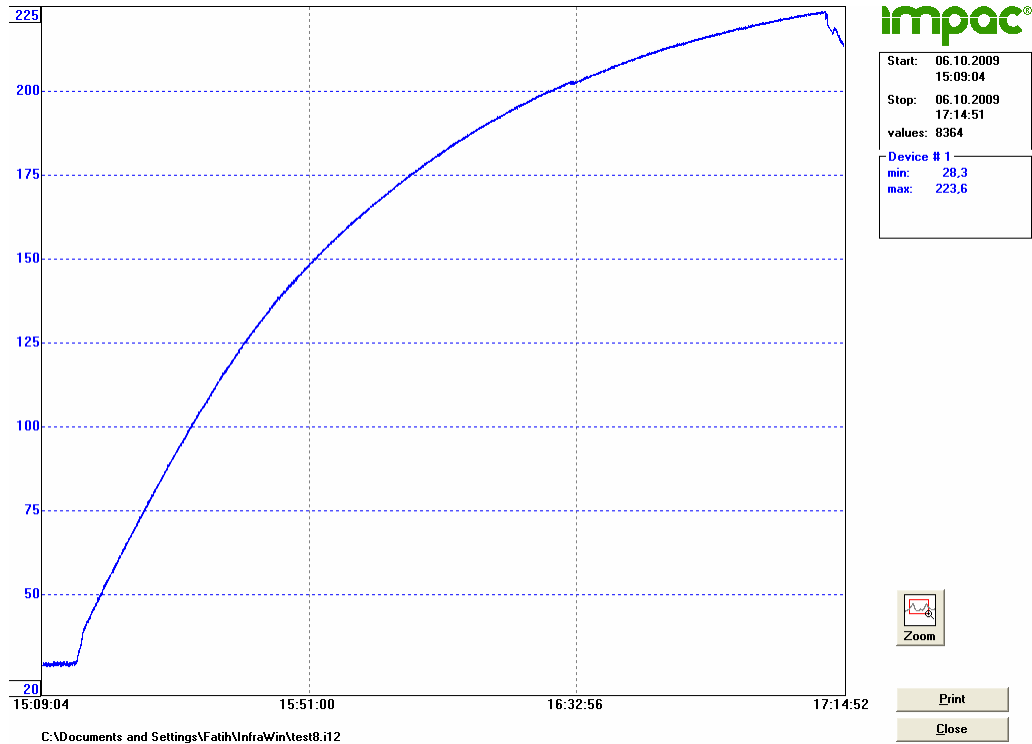
Şekil 3.5 Deneý 5 için sıcaklık – zaman deęişim grafięi



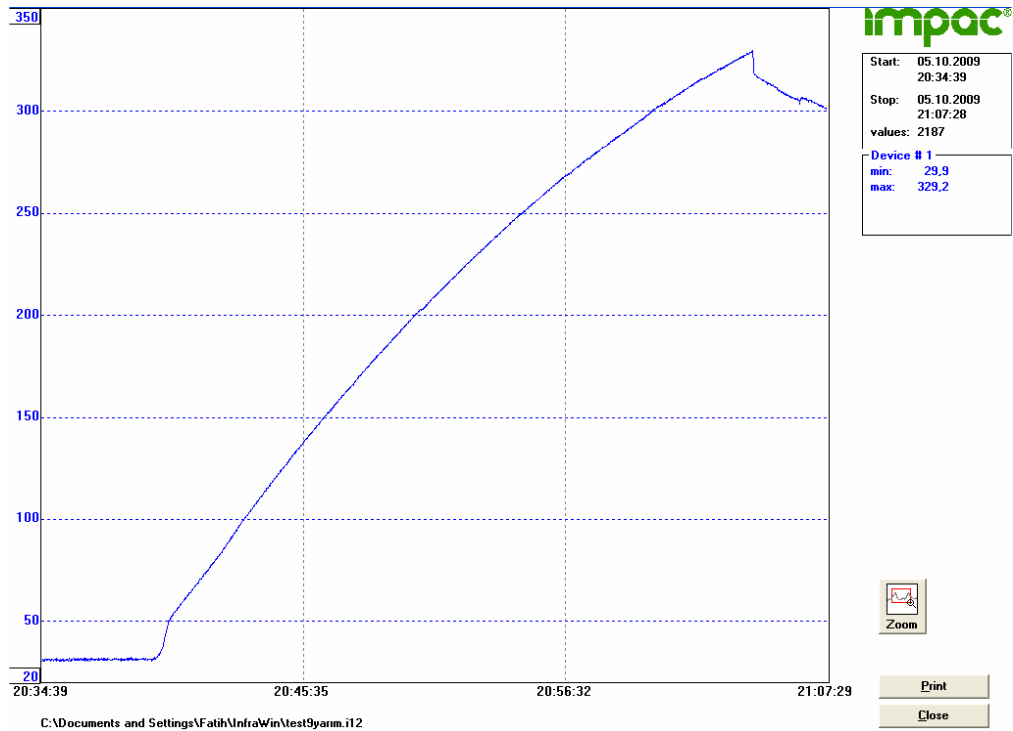
Şekil 3.6 Deney 6 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



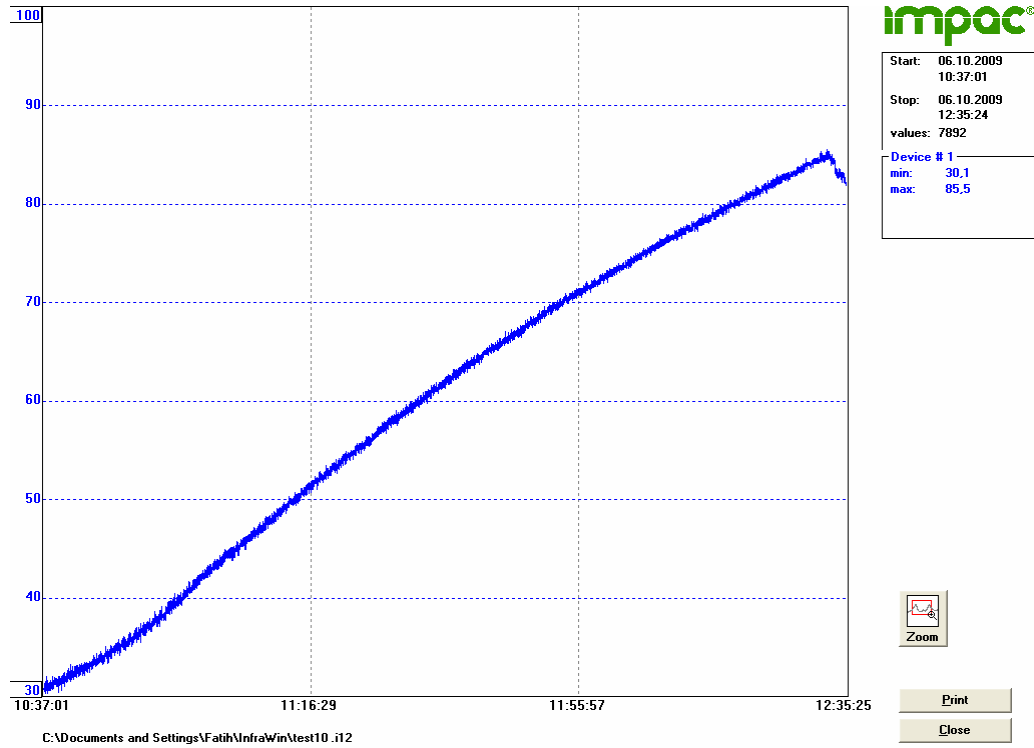
Şekil 3.7 Deney 7 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



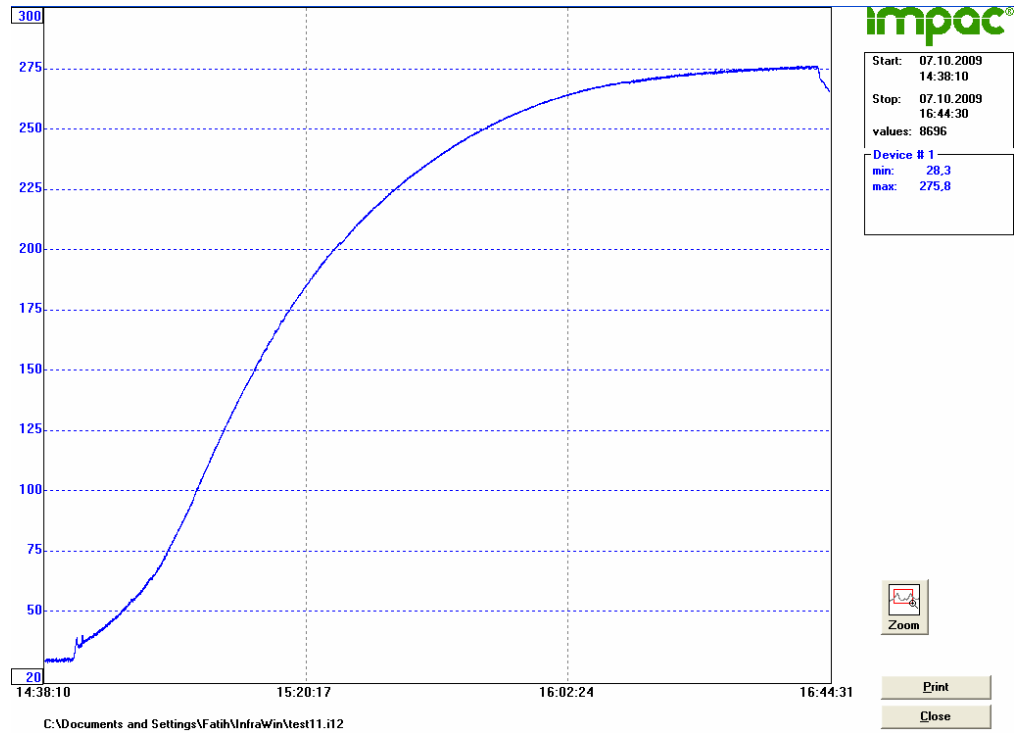
Şekil 3.8 Deney 8 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



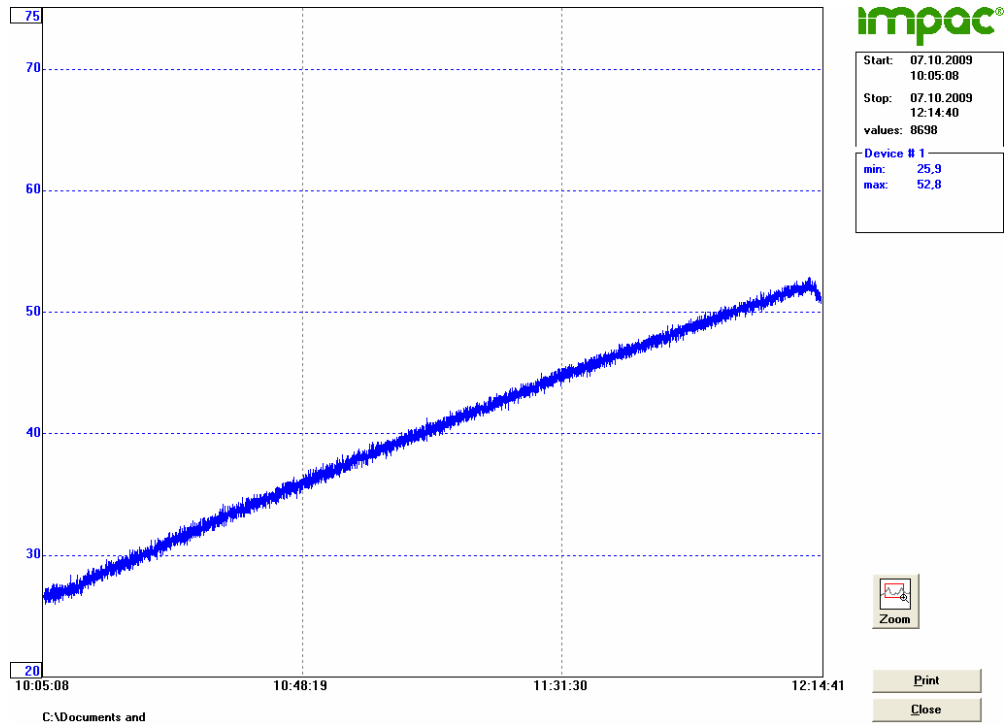
Şekil 3.9 Deney 9 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



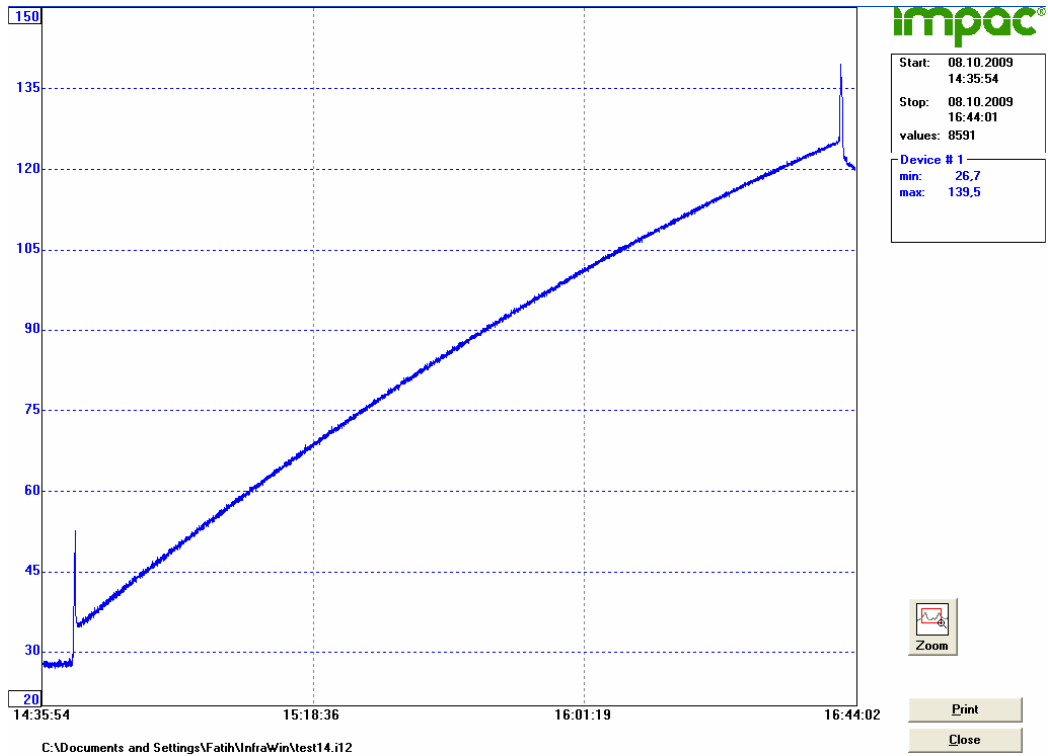
Şekil 3.10 Deney 10 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



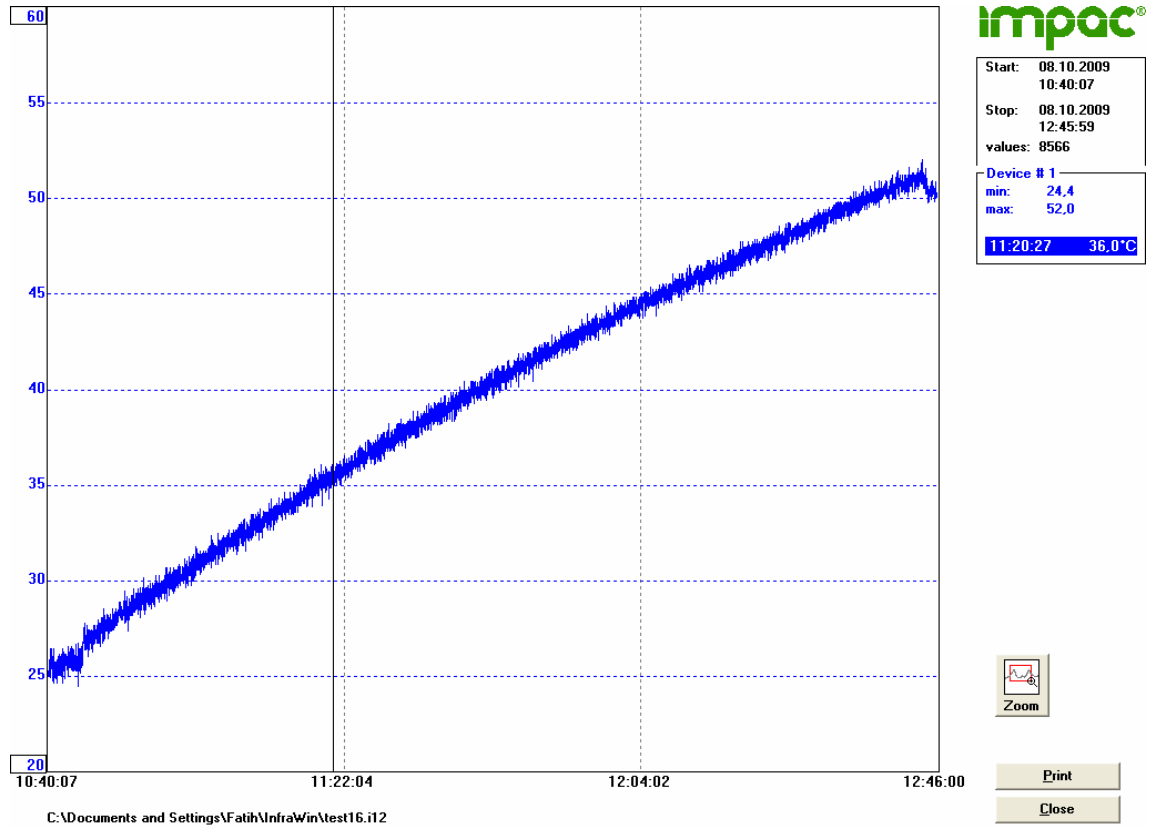
Şekil 3.11 Deney 11 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 3.12 Deney 13 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



Şekil 3.13 Deney 14 için sıcaklık – zaman değişim grafiği



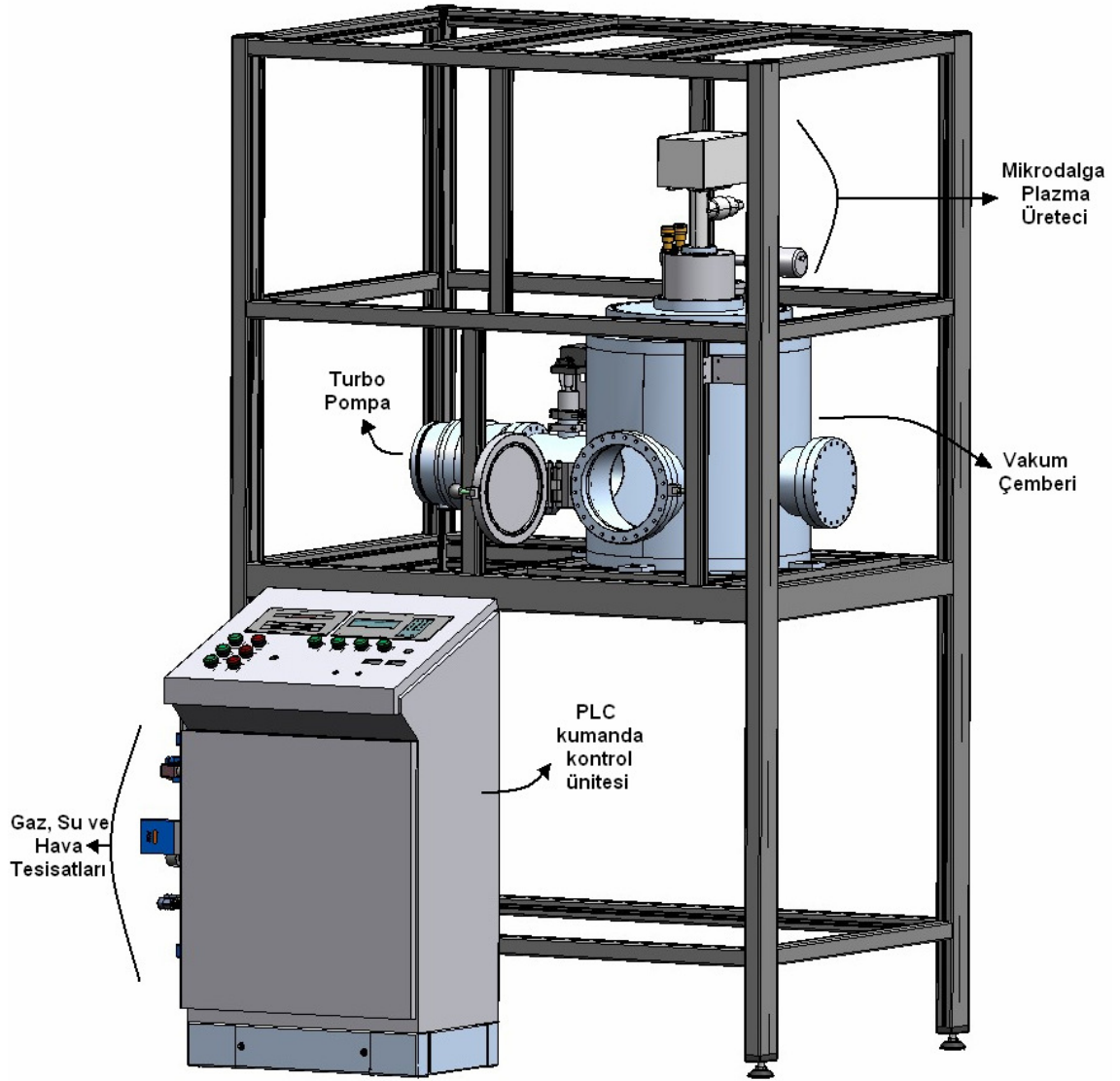
Şekil 3.14 Deneysel 16 için sıcaklık – zaman değışim grafiđi

Tablo 3.10 Her bir deney için ulařılan maksimum sıcaklık değeri

Maksimum Sıcaklık (°C)	Deneysel 1	Deneysel 2	Deneysel 3	Deneysel 4	Deneysel 5	Deneysel 6	Deneysel 7
		51,2	81,2	218,3	53,8	149,3	278,3
Maksimum Sıcaklık (°C)	Deneysel 8	Deneysel 9	Deneysel 10	Deneysel 11	Deneysel 13	Deneysel 14	Deneysel 16
		223,6	329,2	85,5	275,8	52,8	139,5

3.4 Plazma Daldırma İyon İmplantasyon İşleminin Uygulanışı

Ařađıda Şekil 3.15'te deneylerin yapılmıř olduđu PIII sistemi genel hatlarıyla gösterilmiřtir:



Şekil 3.15 Genel Hatlarıyla Plazma Daldırma İyon İmplantasyon Sistemi

Tablo 3.9’da 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:

- 1) İyon implantasyonu yapılacak numuneler alkol ile temizlenip vakum çemberi içerisindeki numune tutucu üzerine yerleştirilir. Pnömetrenin konumu kontrol edilir. Vakum çemberinin kapağı kapatılır. Sisteme bağlı olan bilgisayar açılır

ve vakum çemberi içindeki pnömetre aracılığıyla sıcaklığı ölçen MICRON / IMPAC programı hazır hale getirilir.

- 2) Gaz, su ve hava tesisatları kontrol edildikten sonra gaz tüpleri (bu çalışma için Ar ve N₂), su vanası ve kompresör açılır.
- 3) PLC kontrol ünitesi üzerinde bulunan ana elektrik şalteri açılır. Bu durumda PLC kontrol ünitesi üzerindeki ekranlar aktif ve çalışır durumdadır.
- 4) Kontrol ünitesi üzerindeki birincil pompa düğmesine basılarak çalıştırılır ve vakum çemberindeki basınç $1,3 \cdot 10^0$ mbar seviyesine ulaşıncaya dek beklenir (yaklaşık 15 dk).
- 5) Daha sonra turbo pompa aktif hale getirilir ve vakum çemberindeki basınç $5,5 \cdot 10^{-5}$ 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 $3,0 \cdot 10^{-2}$ mbar seviyesine ulaşıncaya dek gaz akış ayarı yapılır. Basınç istenen değere ulaşıncaya gaz akış seviyesi o konumda bırakılır ve implantasyon işlemine geçilir.
- 7) Vakum çemberinde ilk plazmanın oluşturulması için Mikrodalga güç kaynağı düğmesine basılır ve plazma ateşlenir. 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 peryot 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 dek 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.

3.5 Parlatma ve Dağlama İşlemleri

Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işleminden geçmiş numune yüzeyinin yapısal değişimlerinin araştırılması için implantasyon işleminden sonra yaklaşık \varnothing 18 x 12 mm boyutlarındaki AISI 4140 silindirik numuneler hem yan yüzeylerindeki hem de üst yüzeylerindeki değişikliklerin araştırılması ve karşılaştırılması amacıyla 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 Alümina tozu veya Al_2O_3) ile kullanılan (parlatma kumaşı) keçe yardımıyla parlatma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Numune yüzeylerinin (hem üst hem de yan yüzey) daha hassas duruma gelmesi için 0.05 μ m partikül boyutlu alumina 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 için numunenin özel bir solüsyonla dağlanması işlemi gerçekleştirilmiştir. Parlatılan numuneler %1- 2 nitrik asit (HNO_3), geri kalan oranın tamamı etil alkol çözeltisinde dağlanmıştır. Dağlama için yaklaşık 25 saniye zaman aralığı yeterli olmaktadır.

3.6 XRD (X – Işını Kırınımı) Çalışması

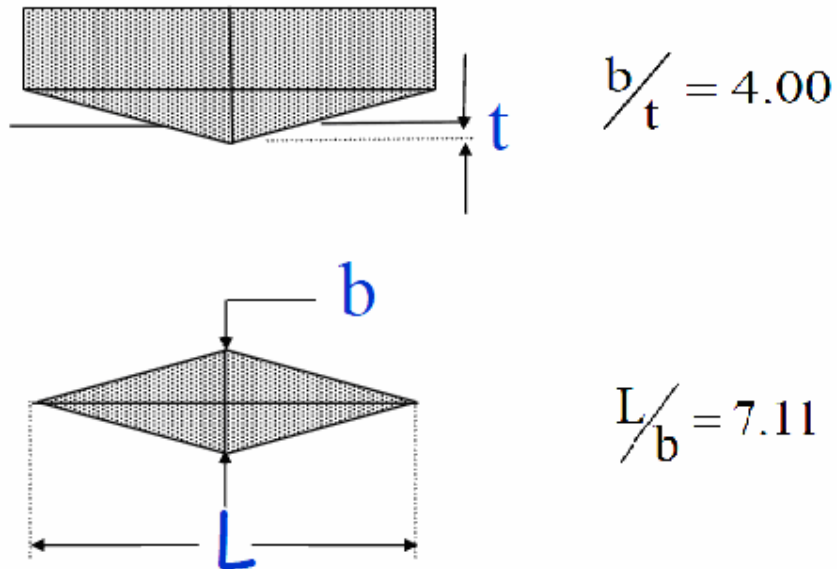
Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu uygulanmış numune yüzeylerindeki tabaka yapılarını ve fazlarını tespit etmek amacıyla XRD çalışması yapılmıştır. X-Işınları Difraksiyon Analizi, RIGAKU D/MAX-2200 marka X-Işınları Difraksiyon Analizi cihazında yapılmıştır. Faz analizleri x-ışınları difraktometresinde CuK-ALPHA1/ 40 kV/ 20 mA (X-Işını) radyasyonu kullanılarak yapılmıştır. Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu uygulanmış numunelerin tabaka yapıları x-ışınları difraksiyon analizleri ile incelenmiştir.

3.7 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.

3.8 Mikrosertlik Ölçümü

Numunelerin kesit yüzeylerinde oluşan tabakaların sertliklerinin hassas bir şekilde ölçümünde mikrosertlik ölçüm yöntemi kullanılmıştır. Ölçümler Beuhler MicroMet 5100 Series Microindentation Hardness Tester cihazında yapılmıştır. Ölçümlerde tepe açısı 130° ve $173^\circ 30'$ 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 deneyi gevrek malzemelerin sertliğinin ölçülmesi için uygundur.



Şekil 3.16 Knopp sertlik ölçümünde izin görünümü ve ölçü oranları

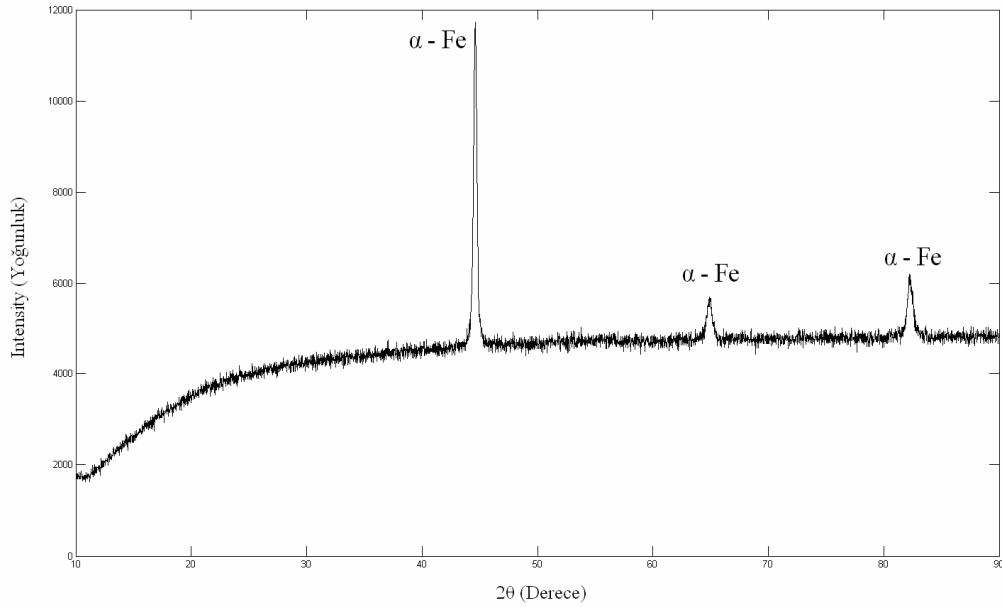
Ölçümlerde Knopp sertlik ölçüm yöntemi tercih edilmiştir çünkü Vickers sertlik ölçme yöntemine göre daha düşük kuvvetler uygulanır böylece numuneler üzerinde oluşmuş olan ince ve sert tabakaların ölçümü yapılabilmektedir. Ölçümlenmiş olan sertlik değerleri daha sonra Vickers sertliğine dönüştürülmüş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

BÖLÜM DÖRT

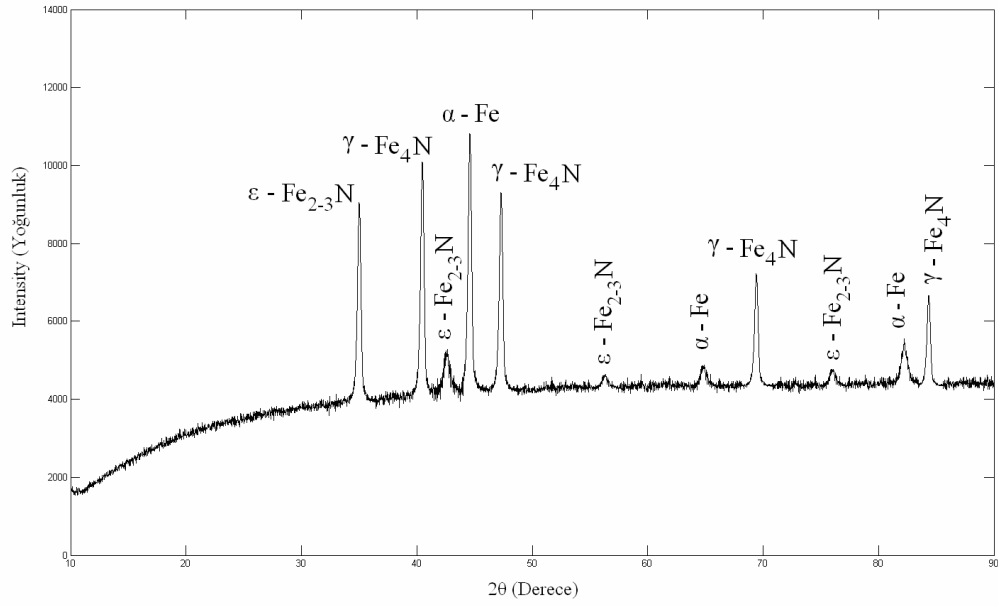
DENEY SONUÇLARI VE DEĞERLENDİRME

4.1 XRD (X – Işını Kırınımı) Analizi

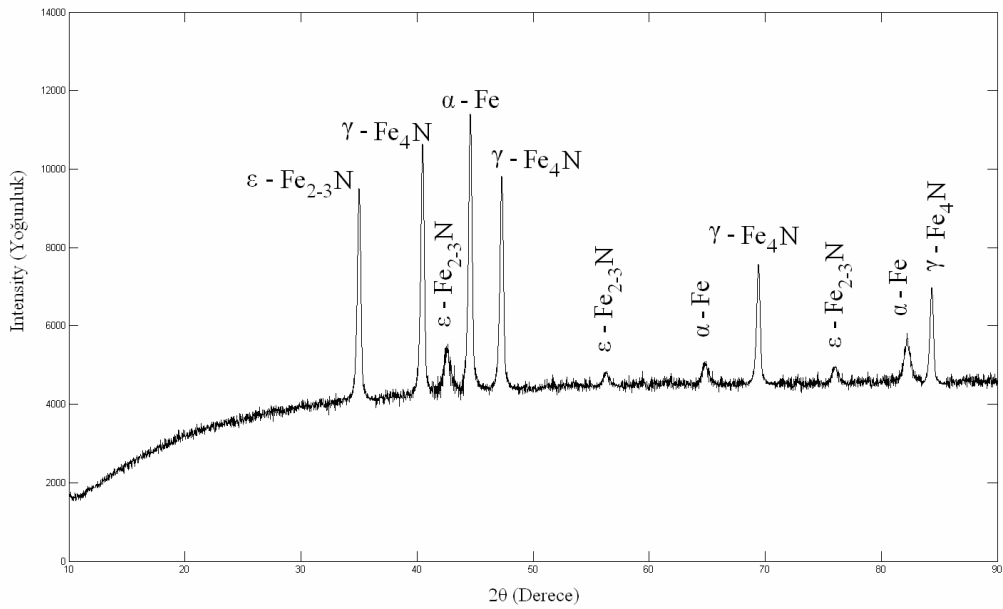
Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemine tabi tutulmuş AISI 4140 çeliğinin yüzeyinde oluşan nitrür ve difüzyon tabakalarını tespit etmek amacıyla numunelerin üst düzlemsel yüzeyleri CuK α radyasyon kullanan X-Ray difraktometrede 10-90 derece 2 θ açısı arasında taratılarak, X-Ray ölçümleri gerçekleştirilmiştir. 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:



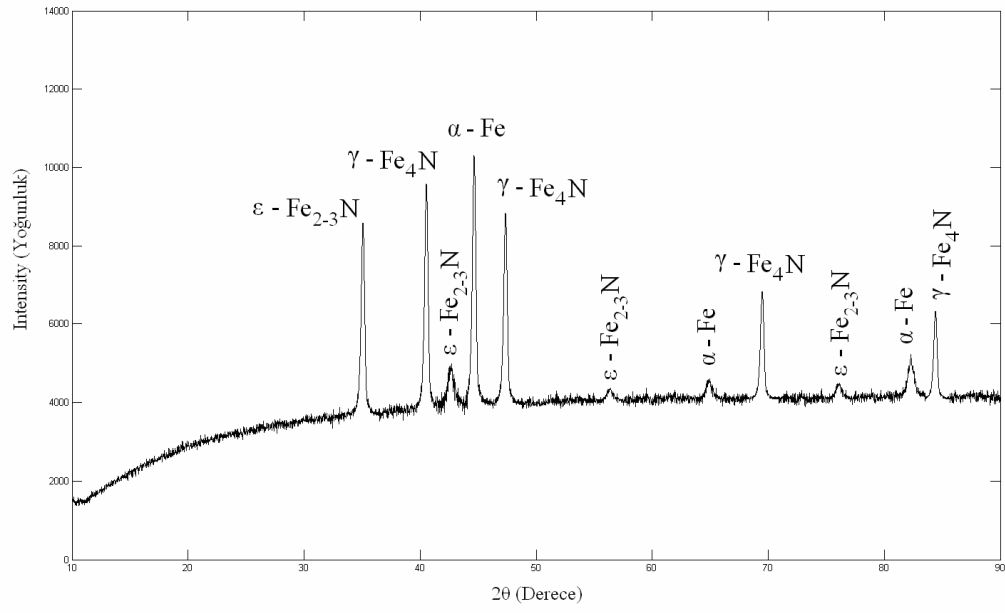
Şekil 4.1 İşlem görmemiş AISI 4140 çeliğine ait X-Işını Difraksiyon Analizi



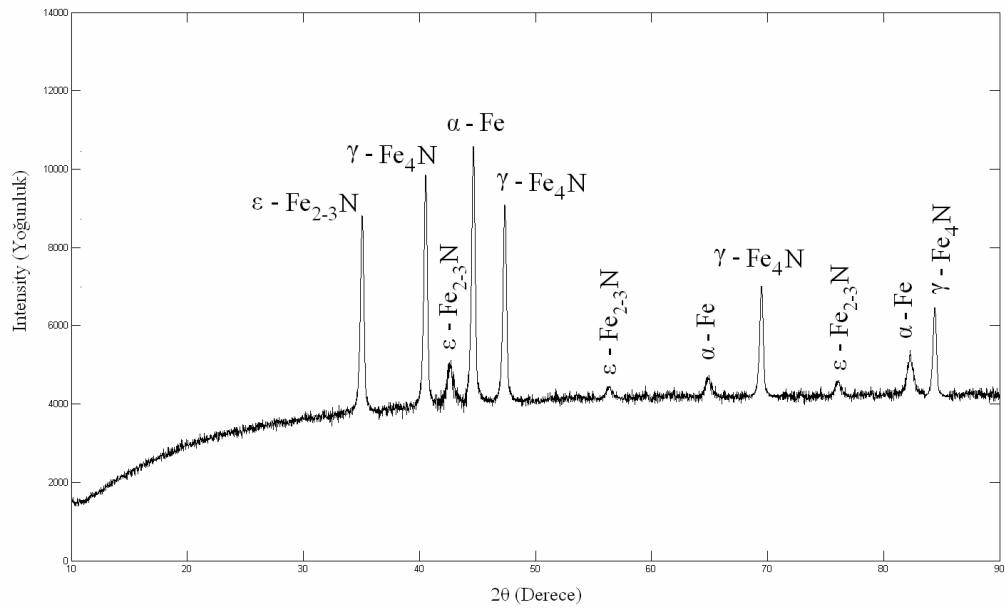
Şekil 4.2 Numune 1 için X-Işını Difraksiyon Analizi



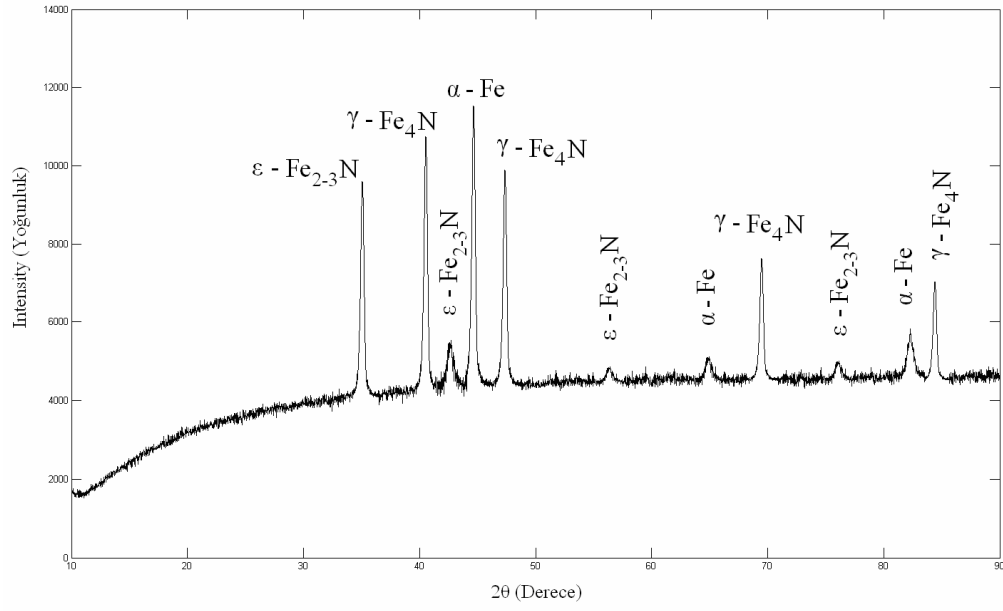
Şekil 4.3 Numune 2 için X-Işını Difraksiyon Analizi



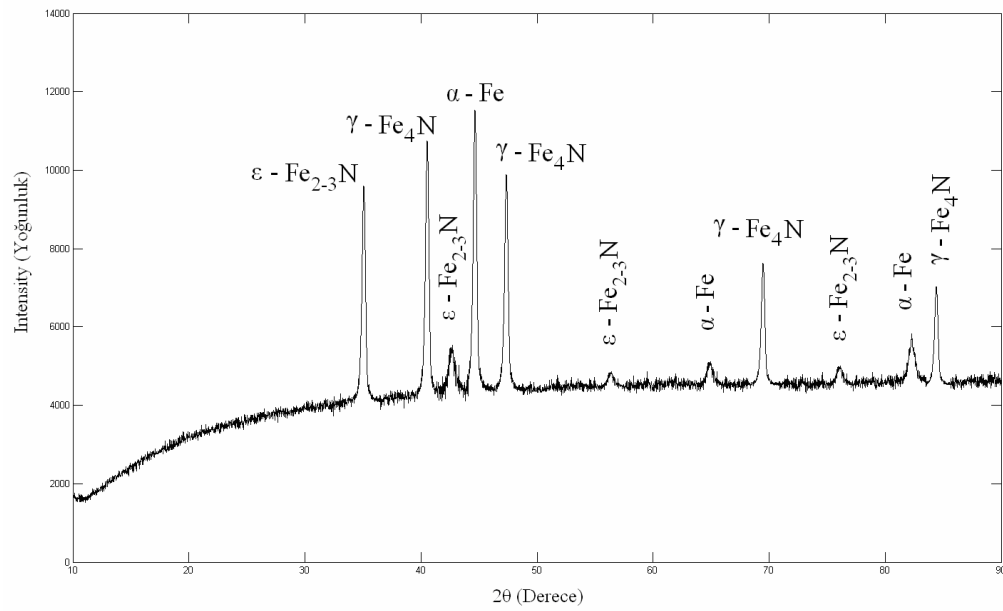
Şekil 4.4 Numune 3 için X-Işını Difraksiyon Analizi



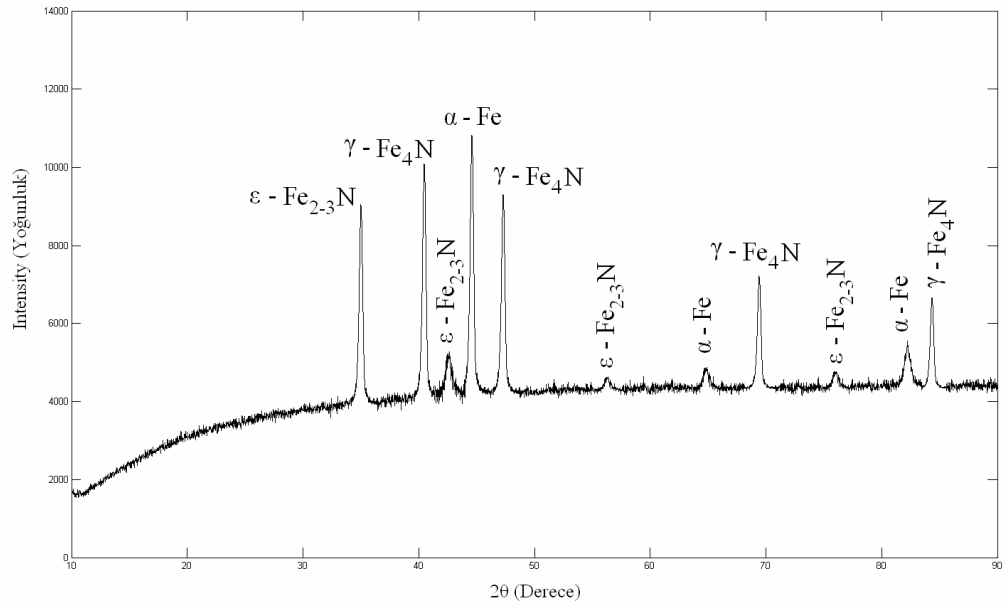
Şekil 4.5 Numune 4 için X-Işını Difraksiyon Analizi



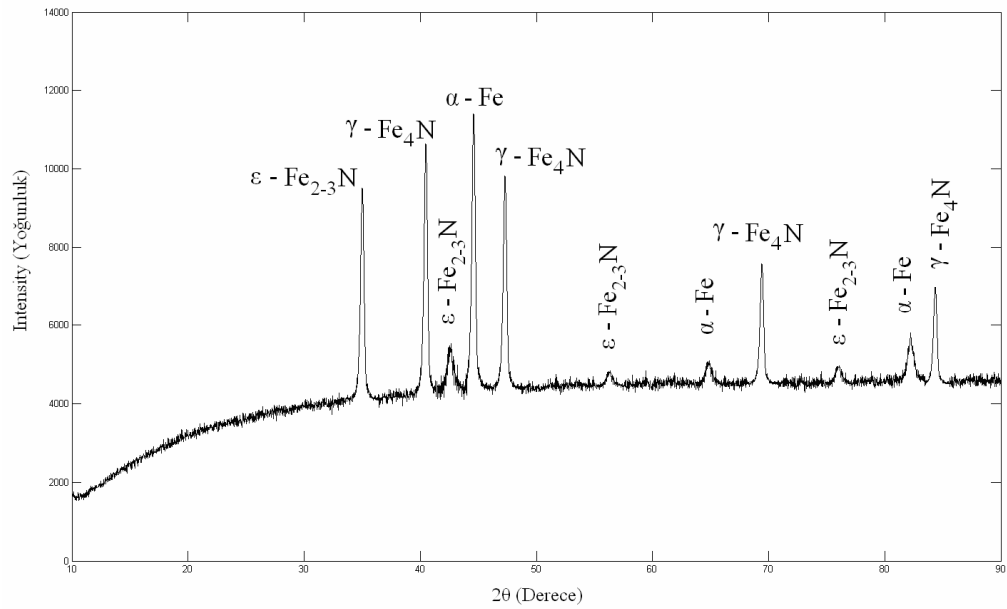
Şekil 4.6 Numune 5 için X-Işını Difraksiyon Analizi



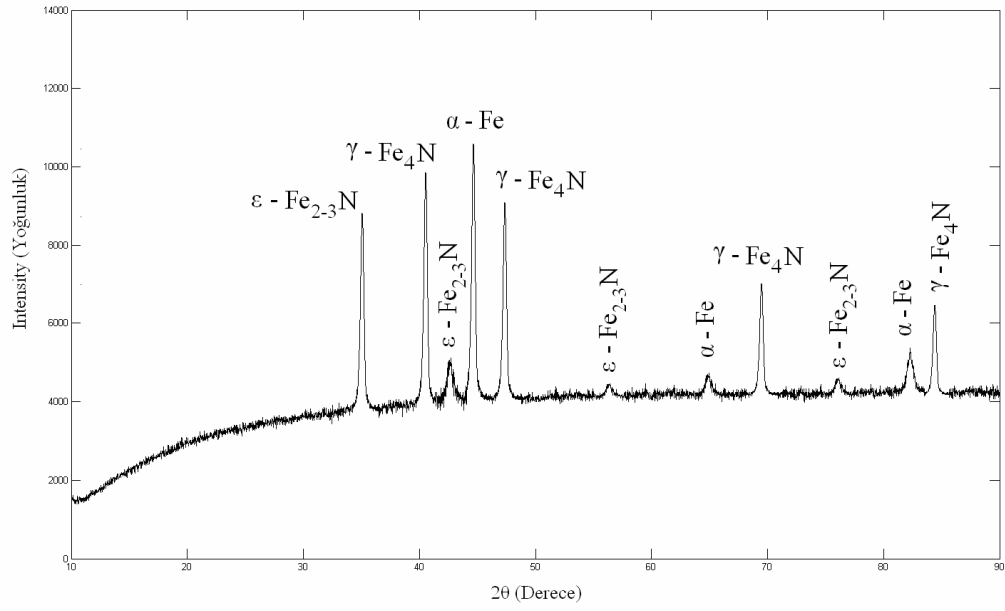
Şekil 4.7 Numune 6 için X-Işını Difraksiyon Analizi



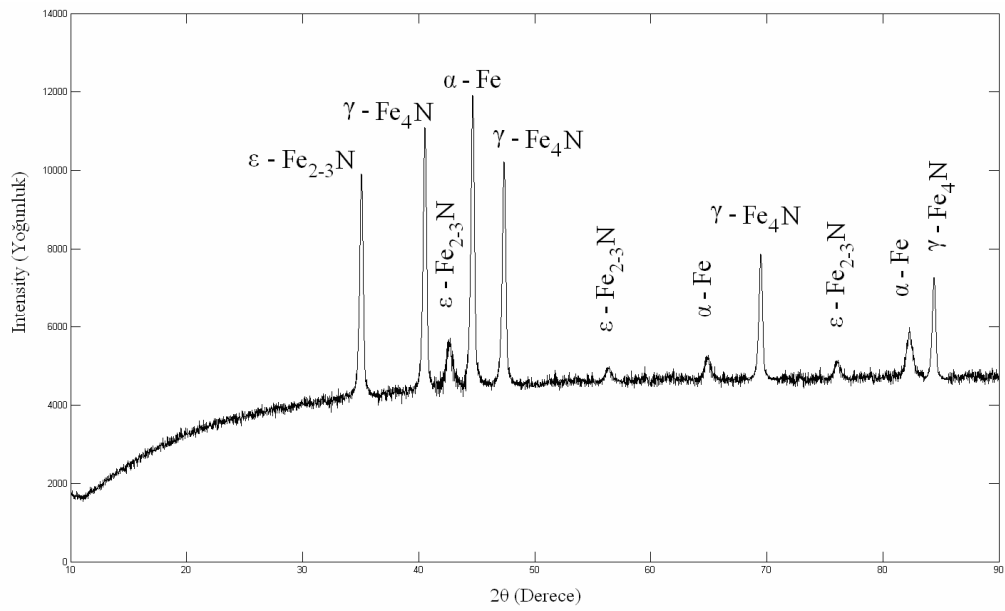
Şekil 4.8 Numune 7 için X-Işını Difraksiyon Analizi



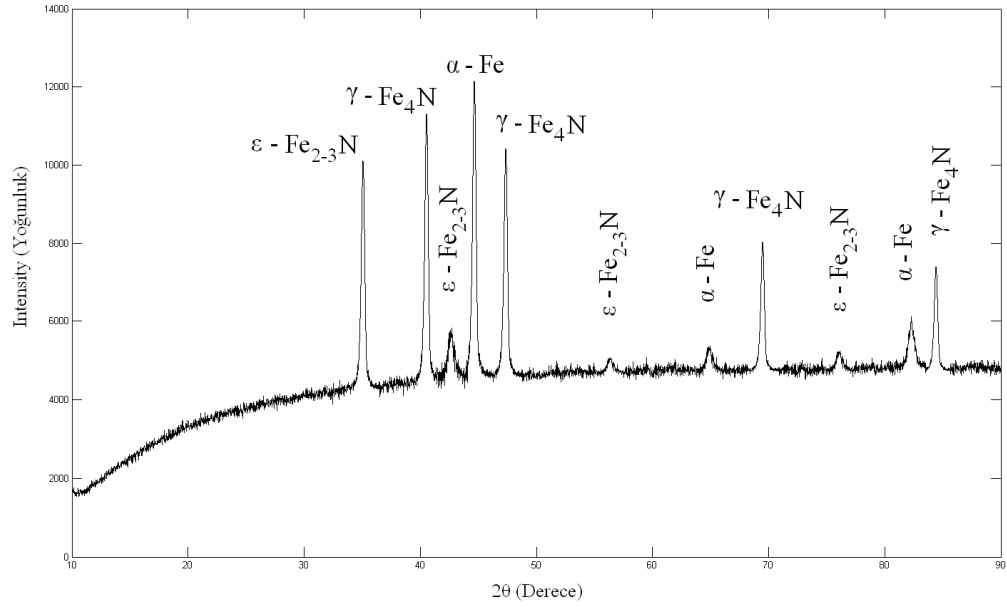
Şekil 4.9 Numune 8 için X-Işını Difraksiyon Analizi



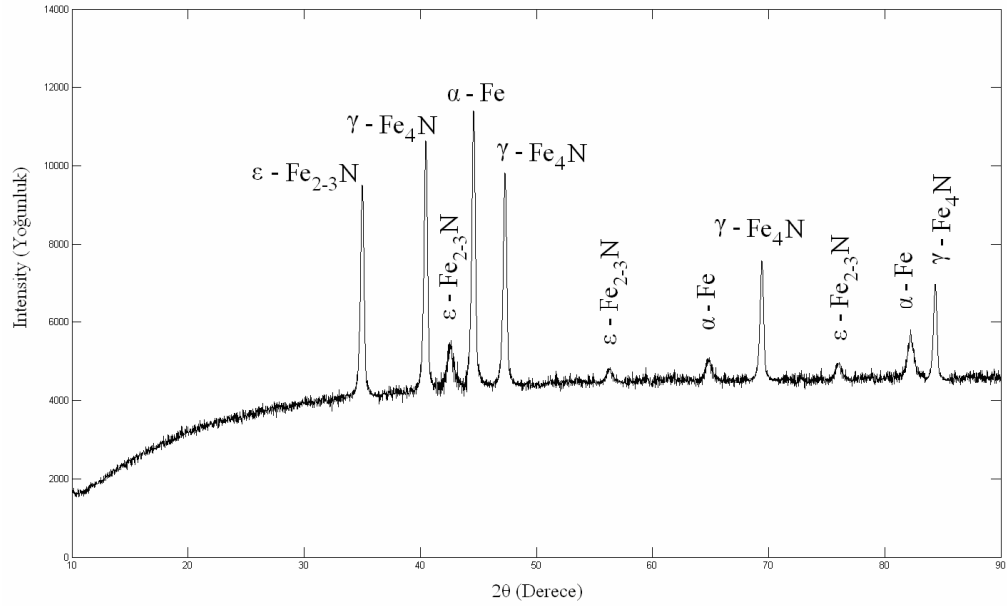
Şekil 4.10 Numune 9 için X-Işını Difraksiyon Analizi



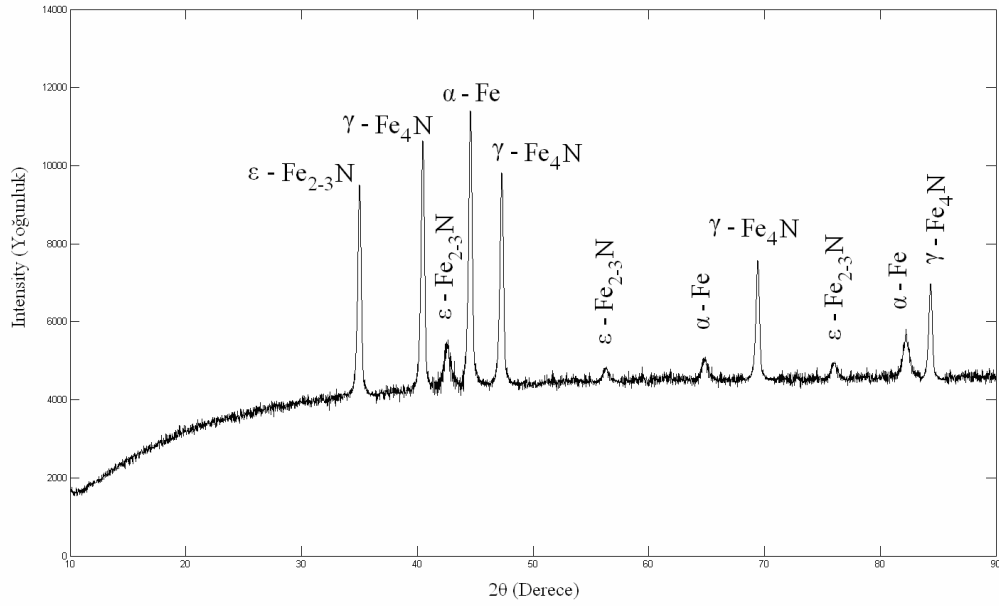
Şekil 4.11 Numune 10 için X-Işını Difraksiyon Analizi



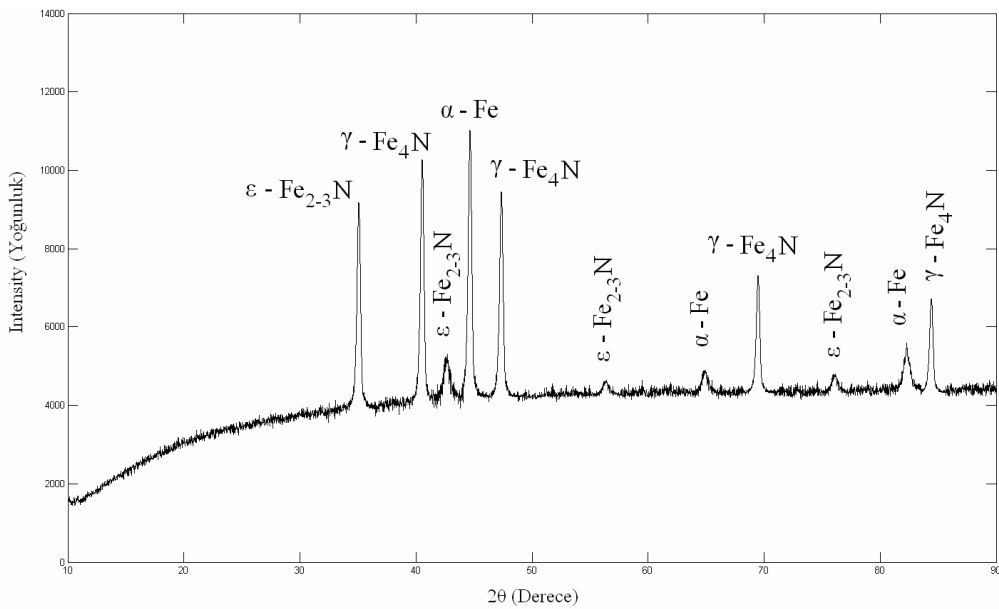
Şekil 4.12 Numune 11 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 4.13 Numune 13 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 14 Numune 14 için X-Işını Difraksiyon Analizi



Şekil 4.15 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, ϵ -Fe₂₋₃N ve γ -Fe₄N fazlarıdır. α -Fe fazı HMK kafes yapısına sahip ferritik çelik fazıdır. Bu faz içerisinde ayrıca azotun yüksek enerji ile difüzyonu sonucunda oluşan sert nitrür fazları bulunmaktadır. Bu sert nitrürleri barındıran bölge difüzyon tabakası olarak adlandırılır ve beyaz tabakanın hemen altında yer almaktadır. α -Fe fazı XRD analizleri incelendiğinde yaklaşık olarak 45 2 θ , 65 2 θ ve 82,5 2 θ kırınım açılarında ortaya çıkmıştır. Difüzyon tabakasının varlığı SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) incelemeleri tarafından desteklenmektedir. ϵ -Fe₂₋₃N ve γ -Fe₄N fazları ise yüzeyin en üst bölgesinde oluşan ve beyaz tabaka veya bileşik tabaka olarak adlandırılan faz yapılarıdır. XRD analizlerine göre ϵ -Fe₂₋₃N fazının yaklaşık 37 2 θ , 44 2 θ , 57.5 2 θ ve 77 2 θ kırınım açılarında ve γ -Fe₄N fazının ise yaklaşık 41 2 θ , 47.5 2 θ , 70 2 θ , 84 2 θ kırınım açılarında tespit edildiği görülmektedir. Bu iki faz birbiri içerisinde birlikte bileşik bir faz şeklinde oluşmuşlar ve yüzeyin en üstündeki beyaz tabakayı ya da diğer adıyla bileşik tabakayı oluşturmuşlardır. Bileşik tabakanın varlığı SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) incelemeleri tarafından desteklenmektedir.

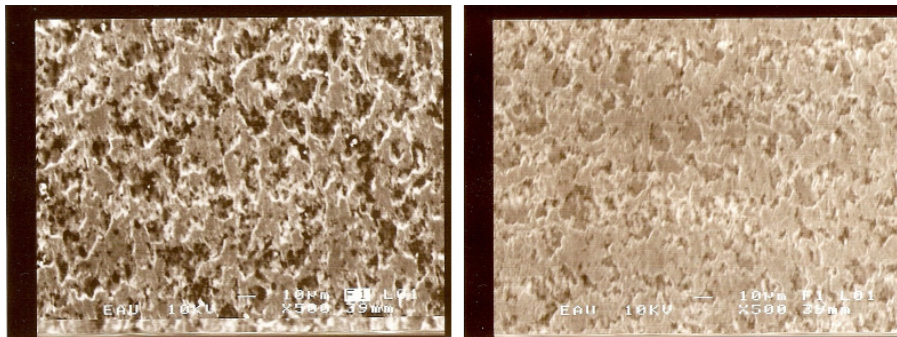
Malzeme nitrürlendiğinde oluşan nitrürler nedeniyle yapı içerisinde yüksek iç gerilmeler oluşacaktır. Nitrürlenmiş tabakada çok yüksek iç gerilmelerin oluşmasına neden olan bu nitrürler XRD analizlerinde oluşan nitrür fazlarının yükselmesi (dikleşmesi) ile kendilerini gösterirler. Fakat nitrür oluşumuna bağlı olarak yapı içerisinde yüksek gerilim oluştuğu düşünüldüğünde ana yapının piklerinin de artan iç gerilmeler nedeniyle yükselmesi gerekir ve deneyden deneye farklılık 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 piklerini de 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.

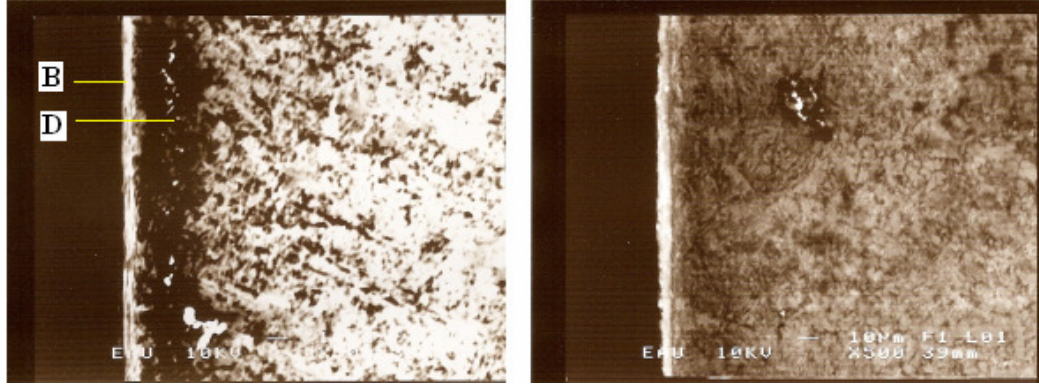
Tüm deneyler içerisinde en yüksek pik değerleri (yoğunluk değerleri) 10 numaralı 20 kV, 150 Hz, 10 μ s, 85,5°C maksimum sıcaklık parametrelerine sahip numune ile 11 numaralı 20 kV, 600 Hz, 25 μ s, 275,8°C maksimum sıcaklık parametrelerine sahip numunelerde gözlenmiştir. Buna göre yoğun tabakalar (şiddeti yüksek, keskinliği fazla) elde etmek amacıyla 20 kV darbeleri doğru akım geriliminde, 600 Hz frekans ve 25 μ s peryot 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 μ s, 218,3°C maksimum sıcaklık parametrelerine sahip numune en düşük pik değerlerine (yoğunluk değerleri) sahip olduğundan, bu parametre değerlerinin ideal değerler olduğu söylenebilir.

4.2 Mikroyapı ve SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi

Farklı maksimum sıcaklık değerlerine ulaşmış, sabit 2 saat süreyle N₂ gazı eşliğinde Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemine tabi tutulmuş AISI 4140 çeliğinin nitrürlenmesi sonucunda, farklı işlem parametrelerine bağlı olarak farklı tabaka kalınlıkları fakat benzer mikroyapılar görülmüştür. İmplantasyon deneyleri esnasında darbeleri doğru akımın gerilim, frekans ve peryot 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:



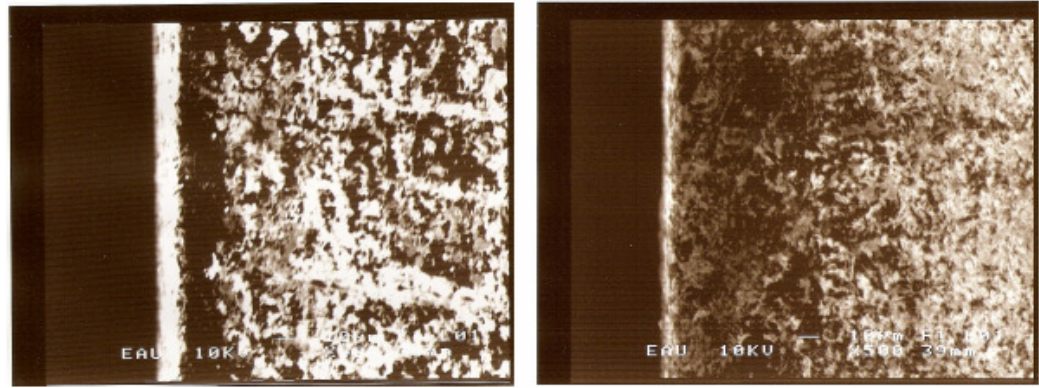
Şekil 4.16 AISI 4140 çeliğine ait mikroyapı resimleri



(a)

(b)

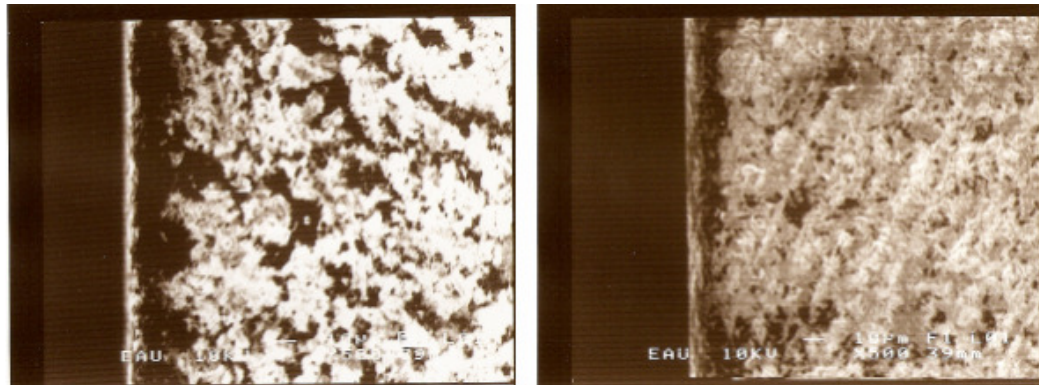
Şekil 4.17 Numune 1 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Yan silindirik yüzey, (B) Bileşik tabaka veya Beyaz tabaka (D) Difüzyon tabakası



(a)

(b)

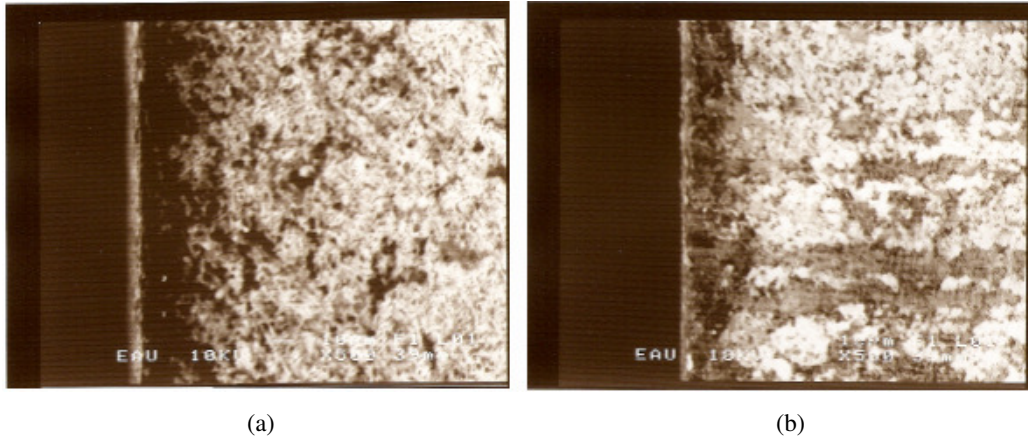
Şekil 4.18 Numune 2 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Silindirik yüzey



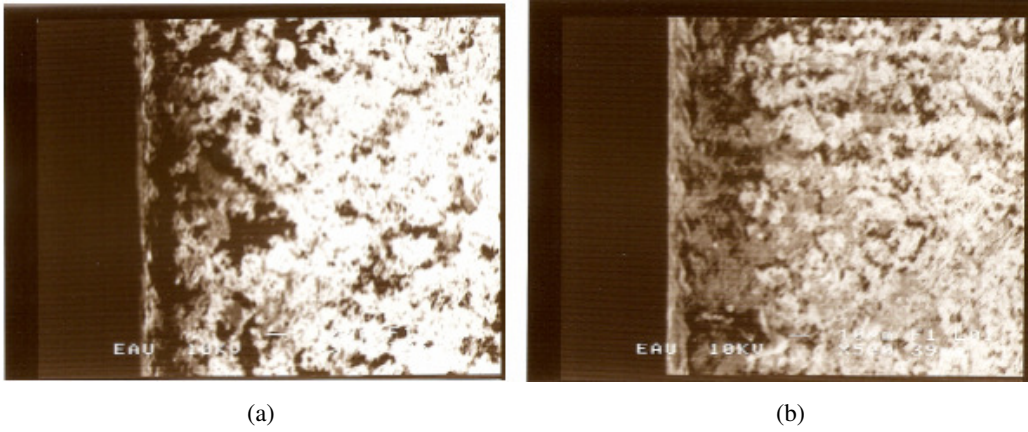
(a)

(b)

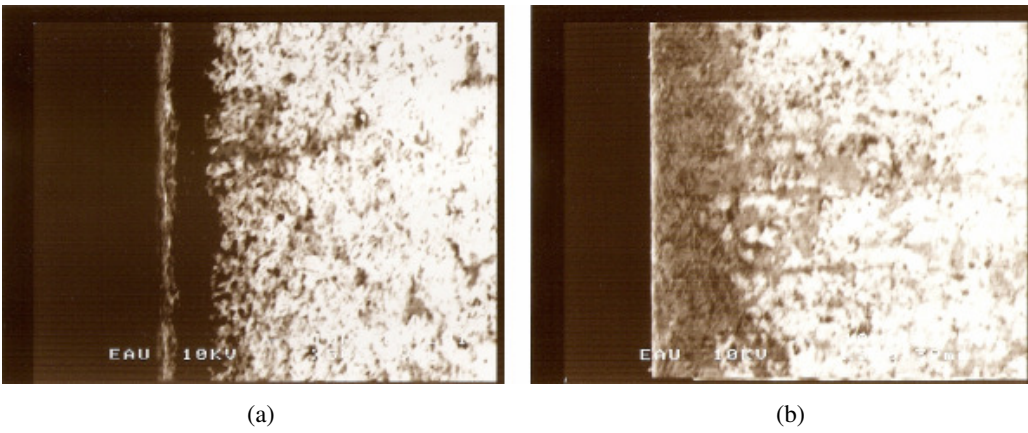
Şekil 4.19 Numune 3 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Yan silindirik yüzey



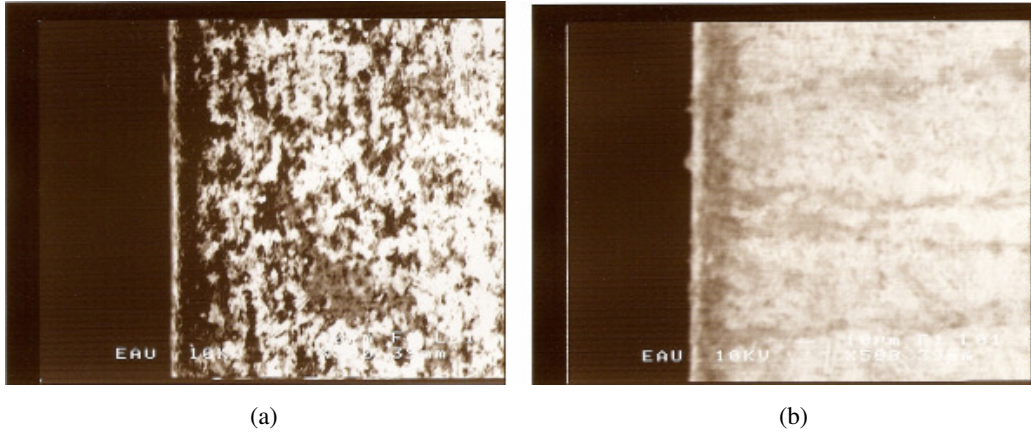
Şekil 4.20 Numune 4 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Silindirik yüzey



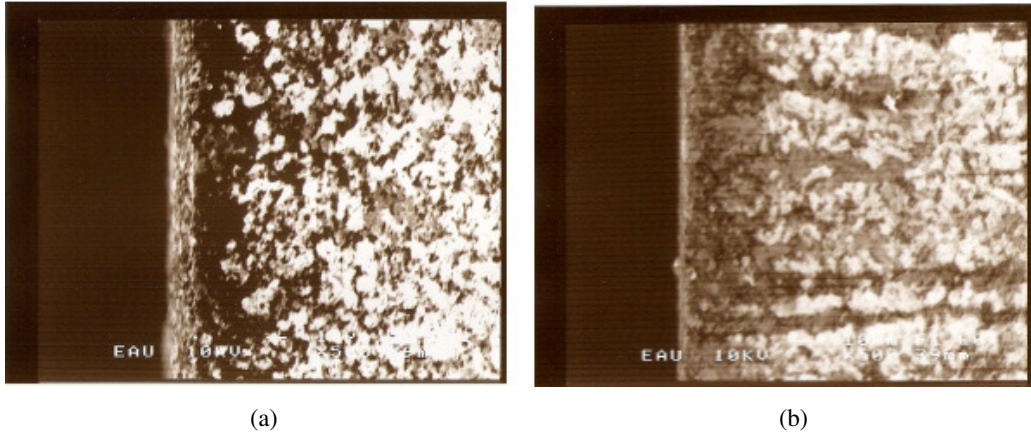
Şekil 4.21 Numune 5 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Silindirik yüzey



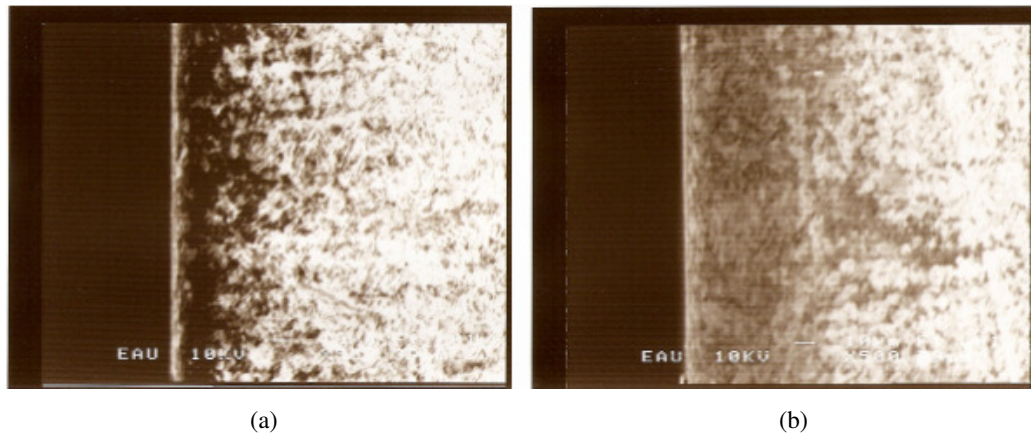
Şekil 4.22 Numune 6 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Yan silindirik yüzey



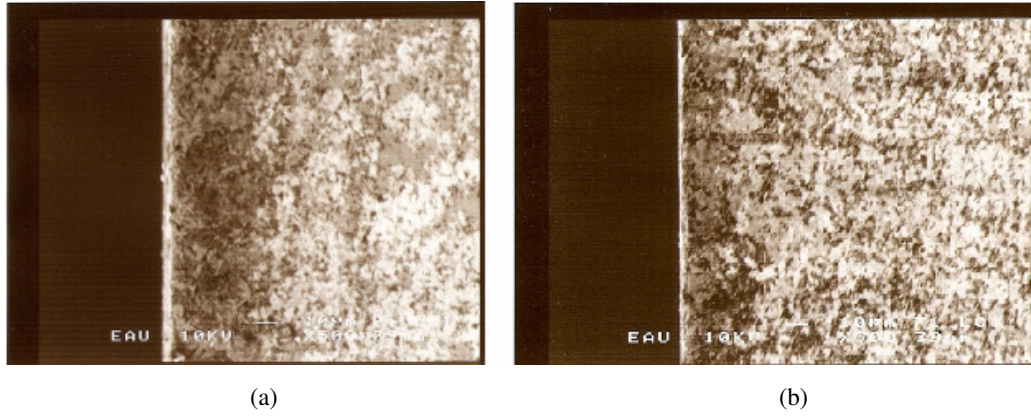
Şekil 4.23 Numune 7 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Silindirik yüzey



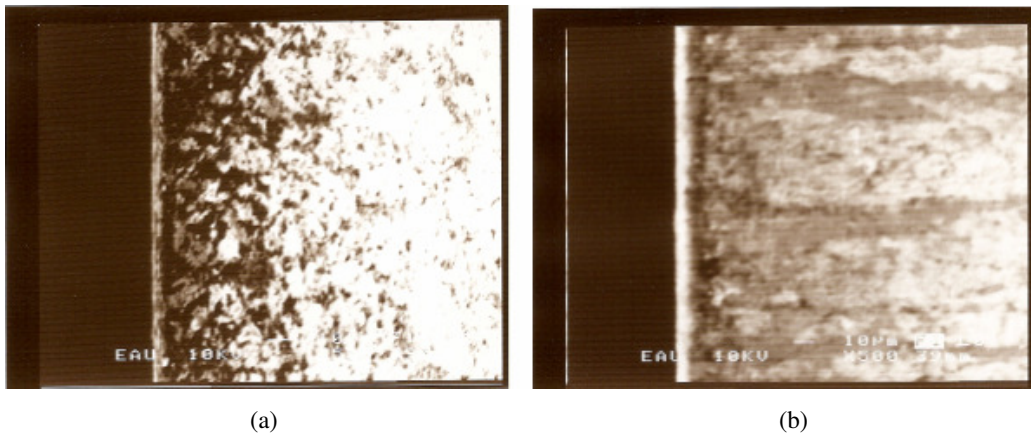
Şekil 4.24 Numune 8 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Silindirik yüzey



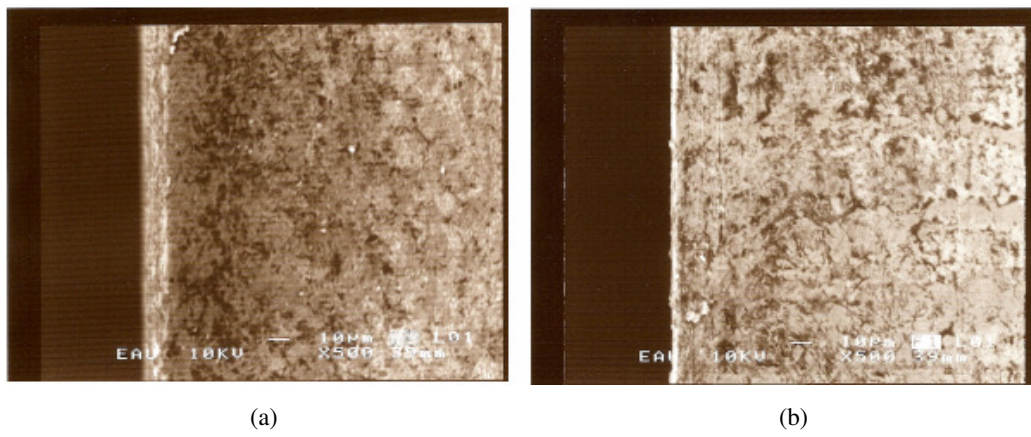
Şekil 4.25 Numune 9 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Yan silindirik yüzey



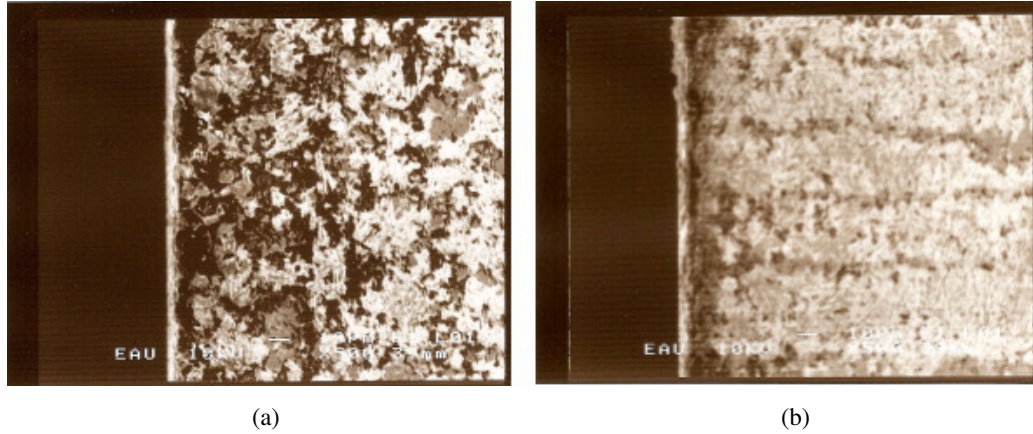
Şekil 4.26 Numune 10 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Silindirik yüzey



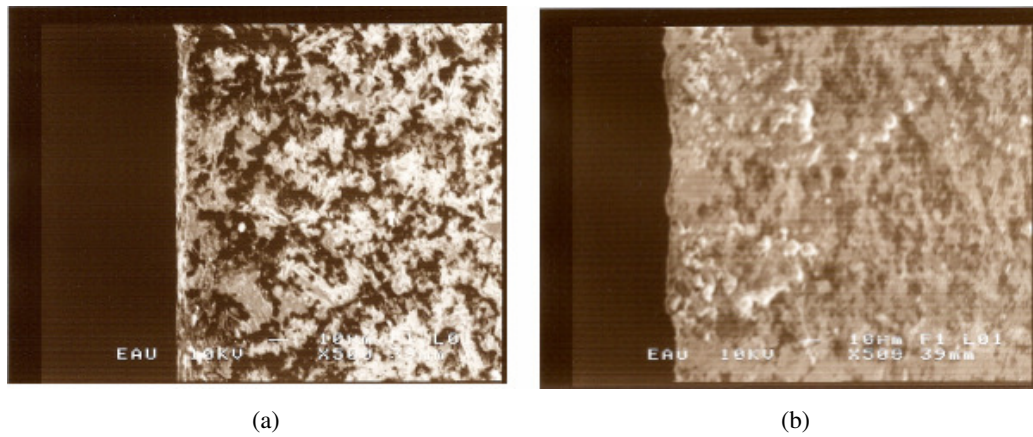
Şekil 4.27 Numune 11 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Yan silindirik yüzey



Şekil 4.28 Numune 13 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Yan silindirik yüzey



Şekil 4.29 Numune 14 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Yan silindirik yüzey



Şekil 4.30 Numune 16 için mikroyapı ve tabaka resimleri (a) Üst düzlem yüzey (b) Yan silindirik yüzey

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 geçip incelemeye hazır hale getirildiğini söylemiştik. 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 4140 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 -Fe_{2,3}N 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 -Fe_{2,3}N 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 4140 çeliğinin yapısıyla karşılaşmaktayız.

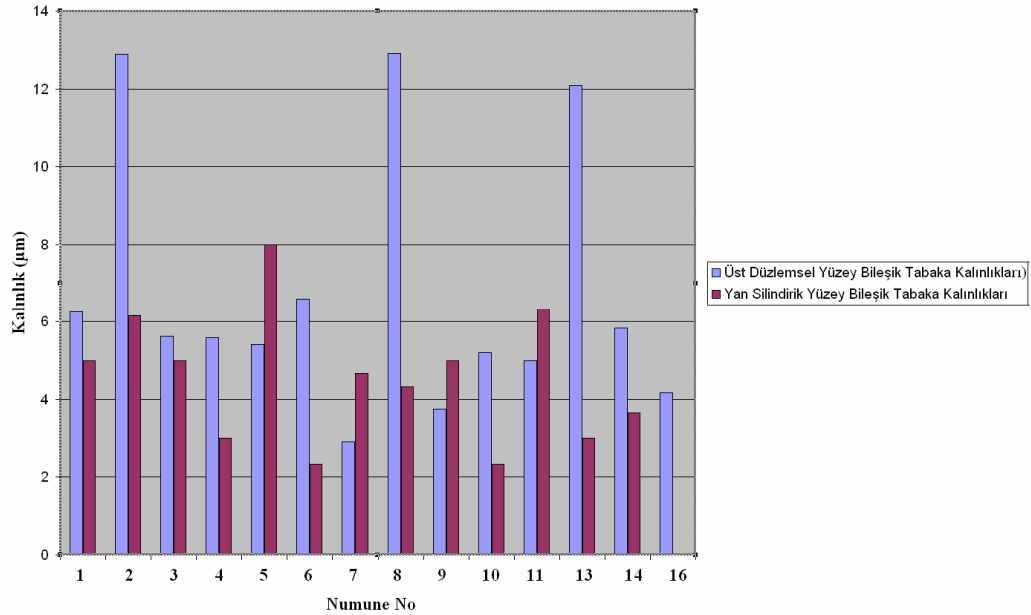
Yukarıdaki resimlerde gördüğümüz tabaka kalınlıkları SEM fotoğraflarından yararlanılarak ölçülmüştür. Bütün numuneler için ölçümler numunelerin hem üst düzlemsel yüzeylerinden hem de yan silindirik yüzeylerinden gerçekleştirilmiştir. Ölçümler her tabaka için üç farklı noktadan yapılmış ve ortalamaları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

Tablo 4.1 Bileşik tabaka ve Difüzyon tabakası Kalınlıkları

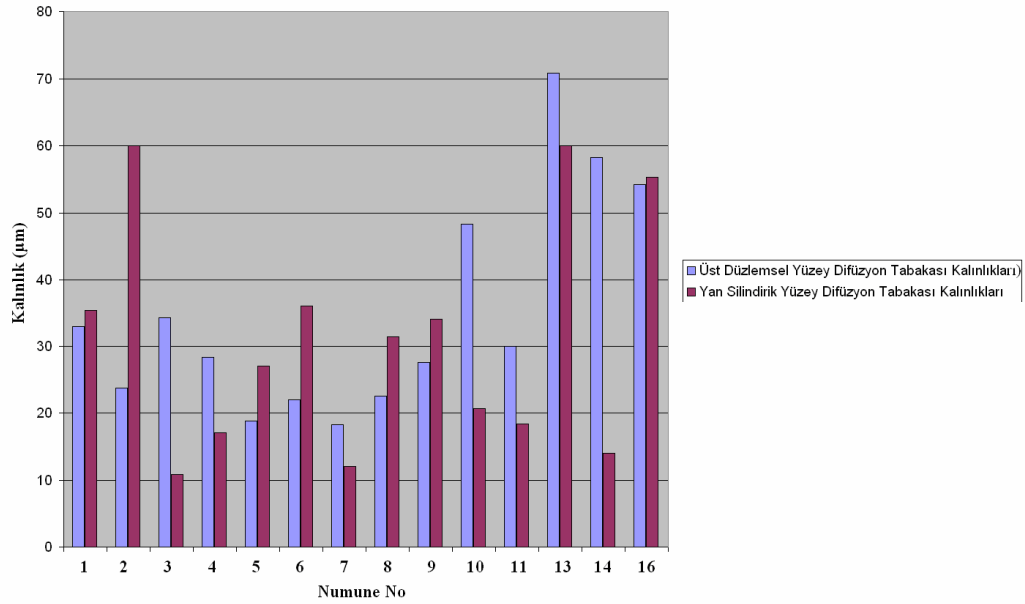
DENEY NO (NUMUNE NO)	Bileşik Tabaka (Beyaz Tabaka)(μm)		Difüzyon Tabakası (μm)	
	Üst Düzlemsel Yüzey	Yan Silindirik Yüzey	Üst Düzlemsel Yüzey	Yan Silindirik Yüzey
1	6,25	5	32,9	35,32
2	12,9	6,16	23,75	60
3	5,62	5	34,16	10,83
4	5,58	3	28,33	17
5	5,41	8	18,75	27
6	6,6	2,33	22	36
7	2,91	4,66	18,3	12
8	12,91	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

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

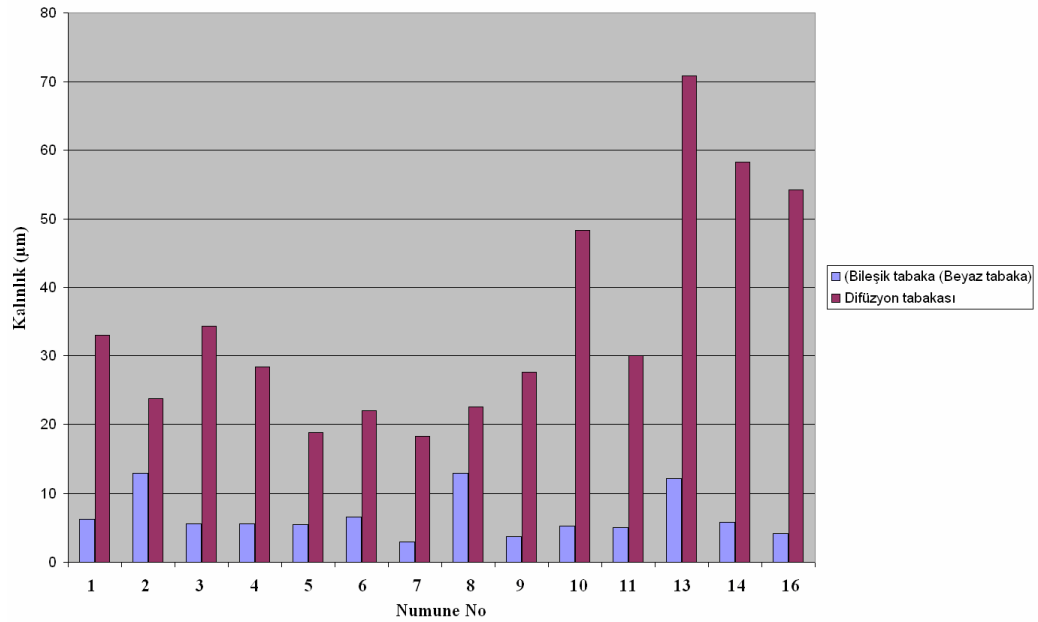


Şekil 4.31 Tüm numuneler için Bileşik tabaka Kalınlıklarının Üst düzlemsel yüzey ile Yan silindirik yüzey arasında geometrik açıdan karşılaştırılması

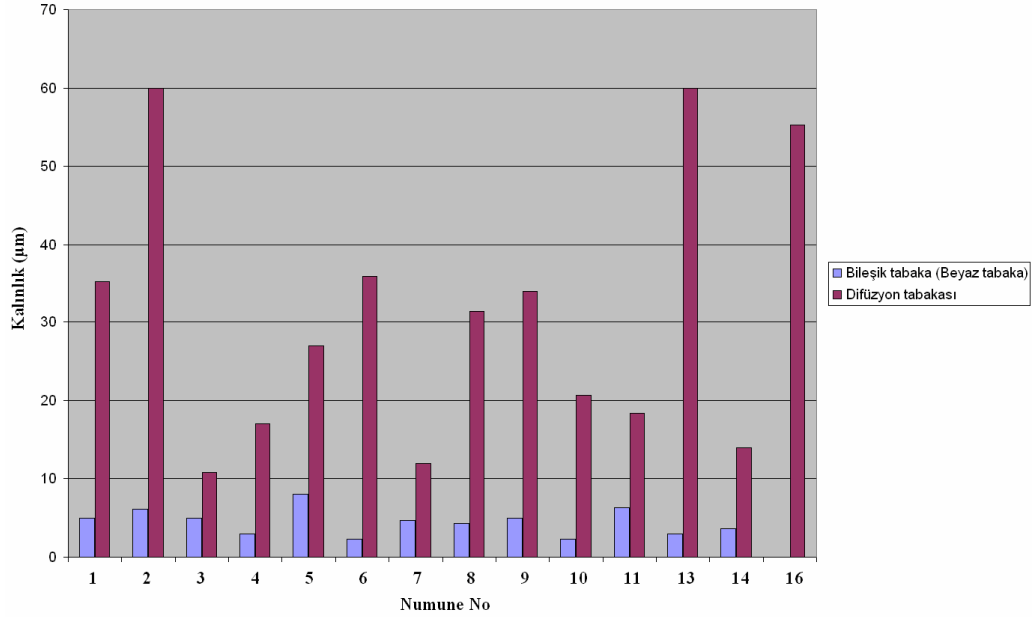


Şekil 4.32 Tüm numuneler için Difüzyon tabakası Kalınlıklarının Üst düzlemsel yüzey ile Yan silindirik yüzey arasında geometrik açıdan karşılaştırılması

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



Şekil 4.33 Tüm numuneler için Üst düzlemsel yüzeyde oluşan tabakaların kalınlık kıyaslamaları



Şekil 4.34 Tüm numuneler için Yan silindirik yüzeyde oluşan tabakaların kalınlık kıyaslamaları

PIII işleminde, bu çalışmada yapılan deney parametreleri incelendiğinde, darbeli doğru akım için gerilim değerinin yükselmesi ile ulaşılan maksimum sıcaklık arasında herhangi bir bağlantının bulunmadığı görülmektedir (Tablo 3.9 ve Tablo 3.10). Buna nazaran darbeli doğru akım için frekans ve peryot değerlerinin artırılması ulaşılan maksimum sıcaklık değerlerinde çok etkili olmakta ve paralel olarak yükselmesini sağlamaktadır. Çünkü frekans ve peryot 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 sıcaklığın yükseldikçe numunenin elektriksel direncinin artması ve sabit gerilim değeri için akımın düşmesi olarak açıklanabilir.

Yukarıda verdiğimiz tabaka kalınlıkları ile ilgili kıyaslamalar incelendiğinde, 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 4.33 ve 4.34).

İyonitürasyon 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 olduğu durumlarda iç gerilmeler artarak gevrek kırılmaya olan eğilim artmaktadır. Bu çalışmada iki fazlı bir bileşik tabakanın olduğu belirtilmiştir. 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 gibi mekanik özellikler yükseltilmektedir.

Şekil 4.33'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 μ s, 218,3 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 12 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 4 numaralı (150 Hz, 10 μ s, 53,8 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 15 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 9 numaralı (1500 Hz, 55 μ s, 329,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 20 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 10 numaralı (150 Hz, 10 μ s, 85,5 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu ve 30 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 14 numaralı (600 Hz, 25 μ s, 139,5 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu söylenebilir. Gerilim değerindeki artışın beyaz tabaka kalınlığındaki değişimle doğrusal bir ilişkisi olmadığı görülmektedir. Fakat difüzyon tabakası kalınlıklarının yüksek gerilim değerlerinde oldukça arttığı,

12 kV - 15 kV gerilim değeri civarlarında ise düştüğü görülebilir. Biraz önce bahsettiğimiz numunelerin frekans, peryot ve ulaşılan maksimum sıcaklık değerlerine baktığımızda farklılıklar gözlemekteyiz. Bu nedenle frekans, peryot ve ulaşılan maksimum sıcaklık değerlerindeki artışın da tabaka kalınlıklarındaki değişimle doğrusal bir ilişkisinin olmadığı söylenebilir.

Şekil 4.34'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 μ s, 81,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 12 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 6 numaralı (1500 Hz, 55 μ s, 278,3 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 15 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 9 numaralı (1500 Hz, 55 μ s, 329,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu, 20 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 10 numaralı (150 Hz, 10 μ s, 85,5 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunede olduğu ve 30 kV çalışma parametresi değeri için en uygun tabaka kalınlıklarının 13 numaralı (150 Hz, 10 μ s, 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 fakat gerilim değerindeki artışın beyaz tabaka kalınlığındaki değişimle doğrusal bir ilişkisi olmadığı yine aşikardır. Yukarıda verdiğimiz optimum numune örneklerinin frekans, peryot ve ulaşılan maksimum sıcaklık değerlerine baktığımızda farklılıklar gözlemekteyiz. Bu yüzden frekans, peryot 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 çalışma parametreleri, mekanik özellikleri iyileştirmek açısından en uygun optimum parametreler olarak verilebilir. O halde 16 numaralı numune mekanik özelliklerin iyileştirme açısından uygun parametrelerde işlem görmüş diyebiliriz. Çünkü üst düzlemsel yüzeyinde sadece 4,16 μ m'lik bileşik tabaka kalınlığı ve 54,16 μ m'lik oldukça iyi difüzyon tabakası

kalınlığı, yan silindirik yüzeyinde ise bileşik tabaka oluşmamış 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 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 4.31). Difüzyon tabakası kalınlıkları açısından bakıldığında; 1, 2, 5, 6, 8, 9, 16 numaralı numunelerin üst düzlemsel yüzeylerinde kalınlık düşükken, yan silindirik yüzeylerinde kalınlık fazladır. Diğer deneylerde yani 3, 4, 7, 10, 11, 13, 14 numaralı numunelerde tersine üst düzlemsel yüzeylerinde kalınlık fazlayken, yan silindirik yüzeylerinde kalınlık değeri daha düşüktür (Şekil 4.32). Deney parametreleri ile bu durum karşılaştırılmaya çalışıldığında parametrelerin yükselmesi veya azalması ile birlikte kalınlıklarda paralel bir değişim gözlenmemektedir ve 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.

4.3 Mikrosertlik Analizi

AISI 4140 çeliğinin sertlik değeri gördüğü işleme bağlı olarak değişiklik göstermektedir ve bu değerler Tablo 3.4 te verilmiştir. İşlem görmemiş AISI 4140 çeliğinin sertlik değeri ise 192 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.

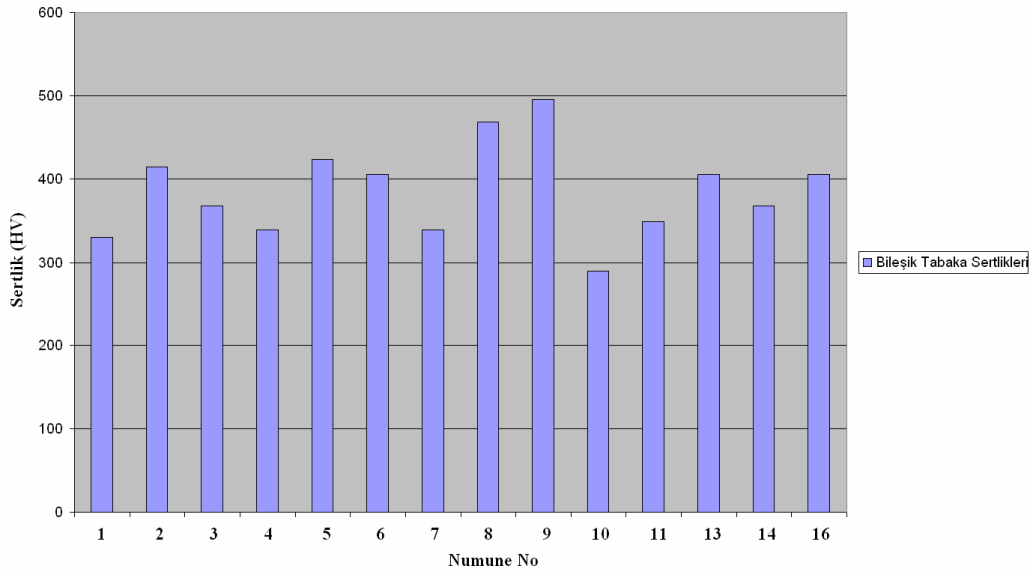
Deney numunelerinin sertliğinin ölçülmesinde 15 sn boyunca 10 gr yük ile Knopp mikrosertlik ölçme yöntemi (HK_{0,01}) kullanılmıştır. Böylece birkaç mikron mertebesindeki tabakalar bile ölçülebilmektedir. Ölçümler yan silindirik yüzeyin sabitleyici bir aparat üzerine oturtulması ile numunelerin üst düzlemsel 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 Konpp 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.

Tablo 4.2 Numunelere ait sertlik değerleri

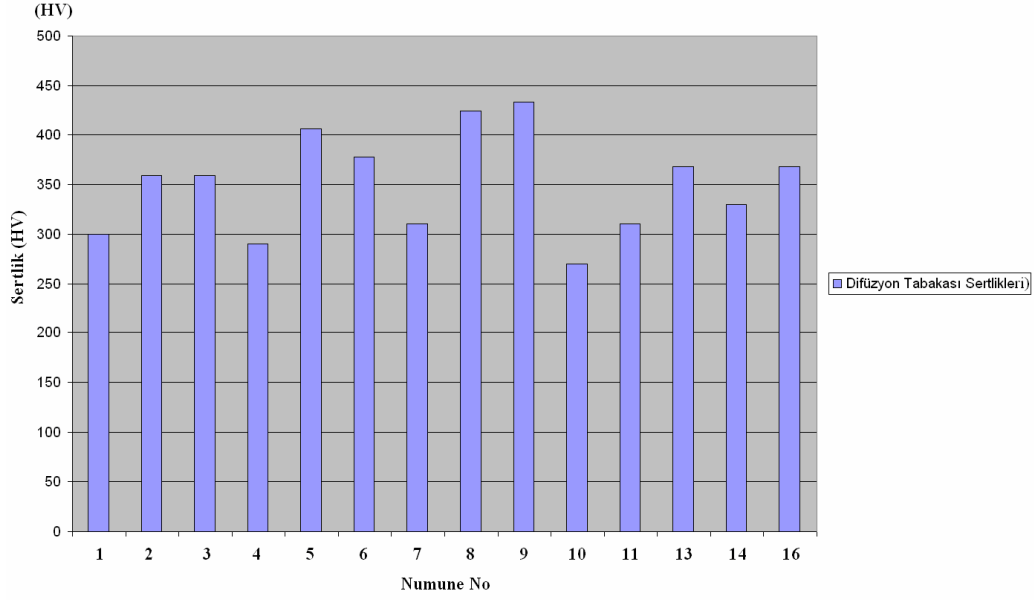
Deney No (Numune No)	Bileşik Tabaka HV (HK)	Difüzyon Tabakası HV (HK)	İşlemsiz AISI 4140 (DIN 42CrMo4) HV (HK)
1	330 (340)	300 (310)	208 (220)
2	415 (430)	359 (370)	208 (220)
3	368 (380)	359 (370)	208 (220)
4	339 (350)	290 (300)	208 (220)
5	424 (440)	406 (420)	208 (220)
6	406 (420)	378 (390)	208 (220)

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)

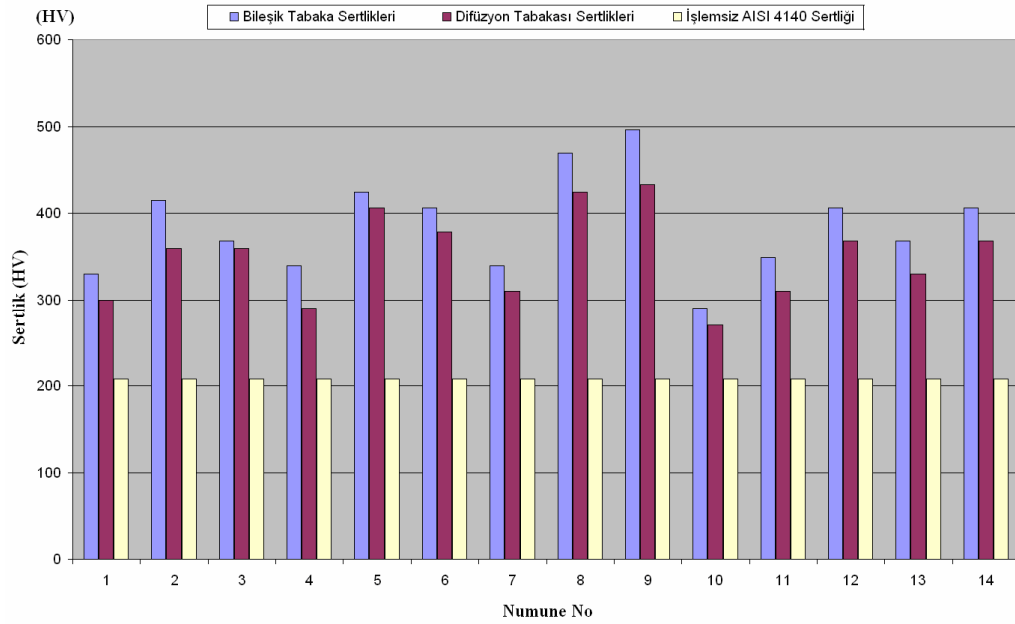
Bileşik tabakaya ve Difüzyon tabakasına ait sertliklerin Vickers normundaki değerleri aşağıda kıyaslamalı grafikler halinde verilmiştir:



Şekil 4.35 Tüm numuneler için Bileşik tabaka sertlikleri



Şekil 4.36 Tüm numuneler için Difüzyon Tabakası Sertlikleri



Şekil 4.37 Tüm numunelere ait Bileşik tabaka, Difüzyon tabakası ve İşlemsiz AISI 4140 çeliğinin sertlik değerleri

Grafikler incelendiğinde, tüm numuneler için bileşik tabaka sertliklerinin difüzyon tabakası sertliklerine göre yüksek değerlerde olduğu, difüzyon tabakası sertliklerinin ise işlem görmemiş AISI 4140 çeliğinin sertliğine göre yüksek değerlerde olduğu görülmektedir (Şekil 4.37).

Şekil 4.35'deki bileşik tabaka sertlikleri incelendiğinde, 8 kV çalışma parametresi değerine sahip 1, 2, 3 numaralı numuneler içerisinde 1 numaralı numunenin (150 Hz, 10 μ s, 51,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) en düşük bileşik tabaka sertliğine, 2 numaralı numunenin (600 Hz, 25 μ s, 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 ve periyot değerlerinin arttıkça sertlik değerlerinin de arttığı gözlenmektedir. 30 kV çalışma parametresi değerine sahip 13, 14 numaralı numunelerde ise tam tersine maksimum sıcaklık, frekans ve periyot 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 darbeleri 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 darbeleri doğru akım gerilimlerinde ise düşük sıcaklık, frekans ve periyot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte faydalı olduğu söylenebilir.

Şekil 4.36'daki difüzyon tabakası sertlikleri incelendiğinde, 8 kV çalışma parametresi değerine sahip 1, 2, 3 numaralı numuneler içerisinde 1 numaralı numunenin (150 Hz, 10 μ s, 51,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) düşük difüzyon tabakası sertliğine, 2 numaralı numunenin (600 Hz, 25 μ s, 81,2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) ve 3 numaralı (1500 Hz, 55 μ s, 218,3 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) numunenin yüksek difüzyon tabakası sertliğine sahip olduğu görülür. 12 kV çalışma parametresi değerine sahip 4, 5, 6 numaralı numuneler içerisinde 5 numaralı numunenin (600 Hz, 25 μ s, 149,3 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) en yüksek sertlik değerine, 4 numaralı numunenin (150 Hz, 10 μ s, 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 ve peryot parametreleri arttıkça difüzyon tabakası sertliğinin arttığı görülmektedir. 30 kV çalışma parametresi değerine sahip 13, 14 numaralı numunelerde ise tam tersine ulaşılan maksimum sıcaklık, frekans ve peryot parametreleri arttıkça difüzyon tabakası sertliğinin azaldığı görülmektedir. En yumuşak difüzyon tabakası 10 numaralı numunede (20 kV, 150 Hz, 10 μ s, 52,8°C maksimum sıcaklık), en sert difüzyon tabakası ise 9 numaralı numunede (15 kV, 1500 Hz, 55 μ s, 329,2°C maksimum sıcaklık) elde edilmiştir. Böylece 12 kV darbeleri doğru akım değerine kadar olan parametrelerde çalışıldığında, çok yüksek veya çok düşük sıcaklık, frekans ve peryot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte faydalı olmadığı, bir optimum sıcaklığın uygun olduğu söylenebilir. 15 kV – 20 kV aralığında yüksek sıcaklık, frekans ve peryot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte yararlı olduğu, 30 kV ve üstü darbeleri doğru akım gerilimlerinde ise düşük sıcaklık, frekans ve peryot değerlerinin sert tabakalar elde etmekte faydalı olduğu söylenebilir. Buna göre, bileşik tabaka ve difüzyon tabakası sertliklerinin çalışma parametrelerine bağlı olarak birbirine paralel şekilde değiştiği artışı 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 μ s parametreleri, eğer çok sert tabakalar elde edilmek istenmiyorsa 20 kV, 150 Hz, 10 μ s parametreleri verilebilir. Bu parametrelere göre elde edilmiş en yüksek tabaka sertlik değerleri 9 numaralı numuneye (15 kV, 1500 Hz, 55 μ s, 329.2 °C ulaşılan maksimum sıcaklık) aittir. Bu numunenin bileşik tabaka sertliği 496 HV, difüzyon tabakası sertliği 433 HV değerindedir ve işlem görmemiş AISI 4140 çeliğine (208 HV) göre bileşik tabaka sertliği % 238 yani yaklaşık 2,5 kat, difüzyon tabakası sertliği % 208 yani yaklaşık 2 kat artmıştır.

BÖLÜM BEŞ

SONUÇLAR

5.1 Sonuçlar

Bu çalışmada, AISI 4140 (DIN 42CrMo4) çelik numuneleri, değiştirilmiş 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 4140 (DIN 42CrMo4) çeliğine Plazma Daldırma İyon İmplantasyonu işlemi 2 saat sabit süre ile N₂ gazı ortamında 8 kV – 40 kV darbeleri doğru akım gerilimi, 150 Hz – 1500 Hz frekans ve 10 µs – 55 µs 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-Fe_{2,3}N, γ-Fe₄N ve sert nitrürler içeren α-Fe olmak üzere tüm deney numunelerinde üç farklı faz tespit edilmiş, parametrelerin değişimi ile 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 Plazma Daldırma İyon

İmplantasyonuna maruz bırakılmış AISI 4140 çeliğinin yüzeyinde ϵ -Fe₂-₃N ve γ -Fe₄N bileşik tabakasının oluşmuş olduğu, bu tabakanın altında ise sert nitürler 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 μ s peryot 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 μ m'lik bileşik tabaka kalınlığı ve 54,16 μ m'lik difüzyon tabakası kalınlığı, yan silindirik yüzey için oluşmamış bileşik tabaka ve 55,32 μ m'lik difüzyon tabakası kalınlığı olarak belirlenmiştir.

- Mikrosertlik incelemeleri sonucunda işlem görmüş tüm numunelerde AISI 4140 çeliğine nazaran belirgin sertlik artışları gözlenmiştir. Hem bileşik tabaka hem de difüzyon tabakası açısından en sert tabakaların oluştuğu parametreler 15 kV, 1500 Hz, 55 μ s, 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 4140 çeliğine göre bileşik tabaka sertliği % 238 yani yaklaşık 2,5 kat, difüzyon tabakası sertliği % 208 yani yaklaşık 2 kat artmıştır.

KAYNAKLAR

- 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., 2000.
- 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., “*The Science and Engineering of Materials*” , University of Missouri-Rolla, Çeviri: Dr. Mehmet Erdoğan, Cilt 1, Baskı No:3, Yayın No: 62.
- Akbaş, N. , Saklakoğlu, İ.E. (2001) “İmplantasyon prosesinde kullanılan iyon ışını ekipmanları” , Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, *Makine Mühendisleri Odası Mühendis ve Makine Arşivi*, Sayı:497, Haziran, 2001.
- 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 p. 70–76
- Bayça S. U., ve Şahin S. (2004). Borlama. *Mühendis ve Makina*. 532,
- 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*. Vol. 52, s.468-471.
- Bull, S.J. & Rickerbery D.S., (2001) *Handbook of Hard Coatings*. Noyes publishes.
- Çelik, A. & Karadeniz, S. (1995). Improvement of the Fatigue Strength of AISI 4140 Steel by an Ion Nitriding Process. *Surface and Coatings Technology*. 72. p.169-173.
- Çelik, A. & Karadeniz, S. (1996). Investigation of Compound Layer Formed During Ion- Nitriding of AISI 4140 Steel. *Surface and Coatings Technology*. Vol.80, p.283-286.
- Çelik, A. , Alasaran, 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*. p.108–109
- Czerwiec, T., Renevier, N., Michel, H. (2000). Low-Temperature Plasma-Assisted Nitriding. *Surface and Coatings Technology*. 131 p.267.
- Dal, K., (1993). *Manufacturing Engineer’s Reference Book*. Butterwoorth-Heinman.

- Demirci, H. (2004). Malzeme Bilgisi ve Malzeme Muayenesi, *Alfa Yayınları*.
- Edenhofer, B. (1974). Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding. *Heat Treatment of Metals*. Vol.1, s.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’’ , Universitat Augsburg, Institut fur Physik, 86135 Augsburg, Germany, *Surface and Coatings Technology* 100-101 (1998),341-352.
- Epik, ˆ. ,Epik, H. ,Sever, K. ve Karadeniz, S. (2004) ‘‘İyon implantasyonu ile metal yuzeyi ıslahı’’ ,Dokuz Eylul ˆniversitesi, Fen Edebiyat fakultesi, Fizik Bolumu, Dokuz Eylul ˆniversitesi, Muhendislik fakultesi, Makine Muhendislięi Bolumu, TAEK, Haziran 2004, Ankara.
- Gule, Ő. Aran, A. (1995) Malzeme bilgisi Cilt II. *İTˆ Makina Fakultesi Ofset Atolyesi*, İstanbul.
- Habashi, F., (1997). Handbook of Extractive Metallurgy. Vol. 2, *WILEY-VCH*, Germany.
- Hombeck, F., & Bell, T. (1991). Environmentally Harmless Plasma Thermochemical Process. *Surface Engineering*. 7 (1) p. 45-52.
- Karadeniz S. (1984). *Plazma ve endustrideki yeri*. ODTˆ, Ankara
- Karadeniz, S. (1990) ‘‘Plazma Teknięi’’ ,Makine Muhendisleri 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 nitürasyon işlemi üzerine etkisinin incelenmesi” ,Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 1998, Erzurum, 27-29.

Karakan, M., Alsaran, A. & Çelik, A. (2002). Plazma borlama. *Mühendis ve Makina*. 512, 51-54

Karakan M., Alsaran A., Çelik A. ve Yetim F. (2004). Plazma Nitrokarbürleme. *Makine Tek. 84*, 138-142

Matsuda, F., Nakata, K., Makishi, T. & Kiya, S. (1988). Method and apparatus for reactive plasma surfacing *Trans. JWRI* 17. p. 127.

Medina Flores, A., Oseguera, J., Santiago, J.A., Ascencio, J.A. (2004) “Structural Analysis of AISI SAE 4140 steel nitrided by post-discharge microwave” Universidad Michoacana de San Nicolas de Hidalgo, Instituto de Investigaciones Metalurgicas, Edificio U. Ciudad Universitaria, Morelia, Michoacan, C.P. 58040, Mexico, *Surface and Coatings Technology*. 188-189.

Medina Flores, A., Oseguera, J., Santiago, J.A., Ascencio, J.A. (2004) “Electrochemical tests of an AISI SAE 4140 steel nitrided by post-discharge microwave” Universidad Michoacana de San Nicolas de Hidalgo, Instituto de

Investigaciones Metalurgicas, Edificio U. Ciudad Universitaria, Morelia, Michoacan, C.P. 58040, Mexico, *Surface and Coatings Technology*. 188-189, 140-145.

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. and Bell, T. (1991). Plasma Surface Engineering Of Low Alloy Steel. *Mater. Sci. Eng.*_140A pp. 419–434

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 p.157–163.

Weissbach, W. (1993). *Malzeme Bilgisi ve Muayenesi* (4. Baskı) (Çev: Selahaddin Anık, Sabri Anık, Murat Vural). İstanbul, Birsen Kitabevi,