

**HEGZAGONAL BOR NİTRÜRÜN NÖTRON ABSORBLAYICI
OLARAK KULLANILABİLİRLİĞİ**

Hakan Kemal SEVAL

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

MAYIS 2012

ANKARA

Hakan Kemal SEVAL tarafından hazırlanan HEGZAGONAL BOR NİTRÜRÜN
NÖTRON ABSORBLAYICI OLARAK KULLANILABİLİRLİĞİ adlı bu tezin
Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Ayşe MURATHAN
Tez Danışmanı, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği ile Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında
Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Ayşe MURATHAN
Tez Danışmanı, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Prof. Dr. İbrahim TÜKENMEZ
.....
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, G.Ü.

Dr. İsmet ÇELENK
Fizik Anabilim Dalı, SANAEM

Tarih: /05/2012

Bu tez ile G.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu Yüksek Lisans derecesini
onamıştır.

Prof. Dr. Bilal TOKLU
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Hakan Kemal SEVAL

HEGZAGONAL BOR NİTRÜRÜN NÖTRON ABSORBLAYICI OLARAK KULLANILABİLİRLİĞİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Hakan Kemal SEVAL

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Mayıs 2012

ÖZET

Türkiye'nin %72 civarında olduğu tahmin edilen bor madeni kaynaklarından ileri teknolojiye dönük uç ürünler eldesinin global ticaret ölçeğinde milli gelir payının oldukça yüksek olacağı bilinmektedir. Bu amaçla Hegzagonal BN yüksek sıcaklık refrakterliği, ısıl iletkenlik, kimyasal inertlik ve kolay işlenebilirlik özellikleri sebebiyle yüksek sıcaklığın olduğu nükleer reaktörlerde nötron absorplamada kullanılmaktadır.

Demir esaslı çelik gibi malzemeler havacılık ve tıp endüstrisi yanında daha birçok alanda kullanılmaktadır. Özellikle radyasyonun yoğun olarak kullanıldığı radyoloji gibi birimlerde bu malzemelerin kullanılması önemini daha da artırmaktadır. Bunun yanında nükleer enerji santrallerinde nötron kaçıışı en önemli sorun olduğundan nötron kaynaklı radyasyonun zırhllanması daha önemli ve zordur. Nükleer enerji üretimi sırasında hasıl olan radyoaktif fisyon ürünlerinin çevreye sızmasını önlemek amacıyla araya bir takım fiziksel engeller konulur. İnsanlar ve çevre öncelikle bu engeller vasıtasıyla korunurlar. Bunların tasarımları, bu engellere zarar verebilecek olası anormal çalışma şartlarına göre yapılır. Bu çalışma da, AISI 1040 çeliğinin tüm yüzeyi katı borlama tekniği ile 800-900°C'de bir saat süreyle kaplanmıştır. Işınlama çalışmaları TAEK – SANEM laboratuvarlarında yürütülmüştür. Sonuç olarak

35 µm h-BN kaplama kalınlığında kaplanmamış çeliğe göre %5,8 oranında nötron absorpladığı tespit edilmiştir.

Bilim Kodu : 910.1.140
Anahtar Kelimeler : h-BN, nötron absorplama, borlama, ışınlama
Sayfa Adedi : 86
Tez Yöneticisi : Prof. Dr. Ayşe MURATHAN

USEABILITY OF HEXAGONAL BORON NITRIDE AS NEUTRON ABSORBER

(M.Sc. Thesis)

Hakan Kemal SEVAL

**GAZI UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY**

May 2012

ABSTRACT

Turkey has approximately 72% as estimated for boron mineral resources and it is known that obtaining of high-tech end products from boron resources in the scale of the global trade, national income would be very high. Hexagonal BN has high temperature refractiveness, good thermal conductivity, chemical inert structure and easy processability properties, so it can be used as neutron absorber in nuclear reactors in which high temperature occurs. Neutron capture is an important problem in nuclear energy centrals because of to prevent irradiation and also to increase nuclear energy efficiency. With this aim, it is necessary to improve radiation shielding properties of materials. Lead and steel materials can be used in shielding. Design of these shielding materials has been occured according to compulsive working conditions. Also, boronizing is a method to provide extra shielding capability for materials. In this study, all surfaces of AISI 1040 steel material was coated with solid boronizing technique at 800-900°C temperature with one hour in a foundry furnace. Irradiation studies were obtained at TAEK-SANAEM laboratories in coated steel and noncoated steel materials. As a result, percent 5,8 neutron absorbing was obtained at 35 µm coating thickness in h-BN coated steel according to noncoated steel.

Science Code : 910.1.140

Key Words : h-BN, boronizing, irradiation, neutron absorbing

Page Number: 86

Adviser : Prof. Dr. Ayşe MURATHAN

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım boyunca bilgi ve desteğini hep yanımda bulduğum, kendisi ile çalışmaktan onur duyduğum değerli danışman hocam Prof. Dr. Ayşe MURATHAN, en içten teşekkürlerimi sunarım. Tez çalışmalarımın yönlenmesi ve değerlendirilmesinde bana yol gösterici olan tez izleme jürimdeki değerli hocalarım, Dr. İsmet ÇELENK'e ve Prof. Dr. İbrahim TÜKENMEZ'e teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuvar çalışmalarım boyunca özellikle bana her türlü desteği ve bilgiyi veren Prof. Dr. Atilla MURATHAN, XRD, FTIR SEM çekimlerinde bana yardımcı olan Dr. Nurcan AKDURAN'a ve her türlü desteği veren bölüm tez arkadaşlarım Elif ÖZTAŞ ve Aybüke AKSU'ya teşekkür ederim.

Ayrıca tüm hayatım boyunca içinde eğitim özlemi ile tutuşup tüm kardeşlerim dahil hepimizin yüksek tahsil yapmasını sağlayan, bin bir zorlukla kara topraktan kazandığını eğitime yatıran anneme ve annemim karnından bugüne dek hep yanımda olan İkizime ayrıca teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ÇİZELGELER LİSTESİ	xii
ŞEKİLLER LİSTESİ	xiii
RESİMLERİN LİSTESİ	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xv
1. GİRİŞ.....	1
2. BOR NİTRÜRÜN GENEL ÖZELLİKLERİ	2
2.1- Kübik Bor Nitrür (c-BN)	3
2.2- Pirolitik Bor Nitrür	5
2.3- Hekzagonal Bor Nitrür (Grafit özdesi)	5
2.3.1. Hekzagonal Bor Nitrür özellikleri	7
3. ÜRETİM YÖNTEMLERİ VE KULLANIM ALANLARI	8
3.1. Bor Nitrür Tozlarının Üretim Yöntemlerinin Tarihçesi	8
3.2. h-BN Toz Endüstriyel Üretim Yöntemleri	9
3.3. h-BN Kullanım Alanları	10
4. BOR NİTRÜRÜN PAZAR DURUMU	13
4.1. Pazar Durumu Ve Üreticiler	13
4.2. Tüketim Miktarları	14
4.3. Fiyatlar.....	14
5. KARAKTERİZASYON METOTLARI	16

Sayfa

5.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	16
5.2. X-Işını Kırınımı (XRD) Yöntemi.....	18
5.3. Fourier Transform Infrared Spektrofotometresi (FTIR)	20
6. BORLAMA VE BORLAMA YÖNTEMLERİ	22
6.1. Borlama	22
6.2. Borür Tabakası	24
6.3. Geçiş Bölgesi	25
6.4. Borlama Yöntemleri.....	25
6.4.1 Katı (Toz) ortamda borlama	26
6.4.2. Macunlama (Pasta) ile borlama.....	27
6.4.3. Sıvı ortamda borlama	28
6.4.4. Gaz ortamda borlama	30
6.4.5. Plazma (İyon) borlama	31
7. NÜKLEER REAKTÖRLERDE NÖTRON YAKALAMA	33
7.1.Nükleer Enerji	33
7.2. Fizyon Reaktörleri.....	33
7.3.Radyasyon Riski.....	40
8. RADYOAKTİVİTE VE NÖTRON ADSORPLAMA	44
8.1. Işınlama Sistemi (²⁴¹ Am-Be İzotopik Nötron Kaynağı).....	44
8.2. Sayım Sistemi.....	46
8.3. Nötron Madde Etkileşmesi	47
8.4.Gama Pik Alanlarının Hesaplanması	49
9. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	51
9.1. Yapılan Deneyler.....	51

Sayfa

9.1.1.h-BN sentezleme çalışmaları.....	51
9.1.2.h-BN karakterizasyon çalışmaları	52
9.1.3. Temizleme işlemi	52
9.1.4. Hegzagonal Bor Nitrür kaplama çalışmaları	53
9.1.5. Nötron absorplama çalışmaları ve hesaplamaları.....	55
9.1.6. Fe Elementinin en muhtemel nötron reaksiyonları	56
9.2. Kullanılan Cihazlar	59
10. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	67
10.1. XRD Sonuçları	67
10.2.FTIR Sonuçları	68
10.3. SEM Sonuçları	69
10.4. AISI 1040 Çelik Numune Sonuçları	71
10.5. h-BN ile Kaplama İşlemi Sonuçları	74
10.6. h-BN Nötron Absorplama Sonuçları.....	75
KAYNAKLAR	81
ÖZGEÇMİŞ	84

ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Bor nitrürün diğer yüksek sıcaklık malzemeleri ile kıyaslamalı olarak özellikleri	3
Çizelge 2.2. Bor nitrür ticari kalite sınıflandırması.....	6
Çizelge 3.1. Hegzagonal bor nitrürün kullanım alanları	12
Çizelge 3.2. Bilinen Bor Nitrür üreticileri	13
Çizelge 6.1. Çeşitli metallerde elde edilen borür fazları ve mikro sertlikleri	23
Çizelge 6.2. Demir borürlerin bazı Fiziksel Özellikleri	32
Çizelge 6.3. Teorik borür tabakası kalınlığı hesabı için yayınma katsayısı (D) değerleri	33
Çizelge 7.1. Alınan ışın miktarının değişik dozlardaki etkileri	41
Çizelge 9.1. Kararlı Fe izotoplarının en muhtemel nötron reaksiyonları ve nükleer parametreleri	56
Çizelge 9.2. Numuneler için ışınlama, bekleme ve sayım süreleri	57

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Kübik Bor Nitrür yapısı	5
Şekil 2.2. (a) Hekzagonal bor nitrür yapısı, (b) Grafit yapısı	6
Şekil 2.3. Hekzagonal bor nitrür yapısı	6
Şekil 5.1. SEM çalışma prensibi	18
Şekil 5.2. Bir X-ışını tüpü	19
Şekil 6.1. Bor tabakası, geçiş bölgesi ve ana yapının şematik resmi	24
Şekil 7.1. Fizyon reaksiyonu	33
Şekil 7.2. Nükleer reaktörün kalbi	34
Şekil 7.3. Basınçlı ağır su reaktör sistemi	36
Şekil 7.4. Bir ton kullanılmış yakıttan kaynaklanan üst düzey aktivite	38
Şekil 8.1. ^{241}Am -Be nötron kaynağı için nötron enerji spektrumu	45
Şekil 8.2. $3 \times 592 \text{ GBq } ^{241}\text{Am}$ -Be nötron ışınlama sistemi	46
Şekil 8.3. $3 \times 592 \text{ GBq } ^{241}\text{Am}$ -Be Nötron Işınlama Sisteminin Üstten Görünüşü	46
Şekil 8.4. Bir Hedef çekirdeğin, gama ışınlarının yayınımla son bulan, nötron yakalama sürecini gösteren diyagram	47
Şekil 8.5. Pik alanının hesaplanması	54
Şekil 10.1. Numuneye ait XRD çıktısı	67
Şekil 10.2. Numuneye ait FTIR çıktısı	68
Şekil 10.3 Çelik Numuneye ait analiz değerleri	72
Şekil 10.4. Çelik Numuneye ait sertifika değerleri	73
Şekil 10.5. Fe_2B ve geçiş bölgesi kalınlığının borlama süresi ile değişimi	75

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 9.1. SEM için numune hazırlama seti	59
Resim 9.2. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu İle Görüntüleme) cihazı	60
Resim 9.3. XRD cihazı, Bruker D8 Advance difraktometresi	61
Resim 9.4 Perkin Elmer Spektrum 100 FT-IR Spectrometer cihazı	63
Resim 9.5 Bondolin Sonorex' ait Ultrasonic Cleaner cihazı	63
Resim 9.6 Sputtering (püskürtme) cihazı	64
Resim 9.7. Edward cihazı	65
Resim 9.8. Edward cihazı kontrol paneli	65
Resim 9.9. ^{241}Am -Be İzotopik Nötron Kaynağı	66
Resim 9.10. İzotopik nötron kaynağı sayım sistemi ve gama spektrometresi	66
Resim 10.1. Numuneye ait SEM görüntüsü	69
Resim 10.2. Numuneye ait SEM görüntüsü	70
Resim 10.3. h-BN SEM görüntüsü	70
Resim 10.4. h-BN SEM görüntüsü	71
Resim 10.5. Borlama işlemi yapılan fırının görüntüsü	74
Resim 10.6. 1291,56 eV enerji seviyesinde 1 nolu numuneye ait değerler	77
Resim 10.7 1291,56 eV enerji seviyesinde 2 nolu numuneye ait değerler	77
Resim 10.8. 1099,22 eV enerji seviyesinde 1 nolu numuneye ait değerler	78
Resim 10.9. 1099,22 eV enerji seviyesinde 2 nolu numuneye ait değerler	79

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
c-BN	Kübik bor nitrür
h-BN	Hekzagonal bor nitrür
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
XRD	X-Işını Kırınımı
FTIR	Fourier Transform Infrared Spektrofotometresi
eV	Elektron volt
keV	Kilo elektron volt
cps	Saniyede sayma olarak nötron sayısı
SEI (ikincil elektron)	Yüzeye gönderilen elektronların etkisi ile numuneden (yüzeyden) çıkan numuneye ait elektronlar.
MeV	Mega elektron volt
N_A	Avogadro sayısı
f	Hedef elementteki ilgilenilen izotopun izotopik bolluğu
W	İzotopun atomik kütlesi
σ_a	Hedef çekirdeğin termal nötron absorpsiyon tesir kesiti
T_{1/2}	Radyoaktif çekirdeğin yarı ömrü
I	Gama ışınlarının şiddeti
NAA	Nötron aktivasyon analizi
PGNAA	Uni gama nötron aktivasyon analizi
DGNAA	Gecikmeli gama nötron aktivasyon analizi
D	Dedektörün sayısı

Simgeler**Açıklama** **ϵ**

Dedektörün verimi

 k_m

Kütle normalizasyonu

C

Zaman normalizasyon

COMPOGeri yansıyan elektronlarla element dağılımına
bağlı olarak örnek yüzeyinin görüntüsü**TOPO**

Yüzey özelliklerini veren topoğrafik görüntü

Sv

Sievert

1. GİRİŞ

Bor nitrür, taşıdığı yüksek ısıl şok direnci, ısıl iletkenlik, elektriksel yalıtkanlık, kimyasal kararlılık ve yağlayıcılık gibi üstün özelliklere sahip sentetik bir malzemedir. Bu özellikleri nedeniyle metalurjik yüksek sıcaklık uygulamalarında, elektrik-elektronik endüstrisinde, seramik kompozit malzemelerin yapımında ve kimya endüstrisinde toz, şekillendirilmiş kütleler, sprey ve macun biçimlerinde kullanılmaktadır ve yeni kullanım alanları bulmaya yönelik bir potansiyeli de sahip olduğu özelliklerde barındırmaktadır [1]. Bor nitrürün üç farklı kristal formu mevcuttur; hekzagonal formu (h)BN, kübik formu (c)BN. Üçüncü ticari Bor Nitrür tipi ise kimyasal buhar indirgenmesi ile üretilen Piroliktik Bor Nitrür'dür. Bunlar çok farklı fiziksel özelliklere sahiptirler ve çok farklı uygulamalarda kullanılırlar [2,3]. Her bir yapının farklı özellikleri vardır. Doğada bulunmayan yapay bir malzeme olan hekzagonal bor nitrür bor ve azotun bir araya getirilmesiyle üretilmektedir. Hekzagonal bor nitrür sıcaklık ve basınç etkisiyle kübik bor nitrüre dönüştürüldüğünde elmas sertliğine benzer özelliklerine sahip olmaktadır [4,5].

Türkiye'nin % 72 civarında olduğu tahmin edilen bor madeni kaynaklarından ileri teknolojiye dönük uç ürünler eldesinin global ticaret ölçeğinde milli gelir payının oldukça yüksek olacağı bilinmektedir. Özellikle bor sektöründe dünya piyasasına hakim olmamıza rağmen, ülkemiz koşullarında işlenmiş bor ürünleri ve türevleri üretilmemektedir. Ülkemiz % 100 B₂O₃ bazında, dünya bor üretiminde ABD'den sonra ikinci sırada yer almaktadır. 2006 yılı verilerine göre öğütülmüş ve kristalin borik asit fiyatı 390 \$/ton+KDV iken işlenerek satılabilir hale getirilen ürünün değeri katlanarak artmaktadır [6,7]. Satış fiyatları miktara ve kaliteye bağlı olarak değişmektedir. Yapılan pazar araştırmalarına göre refrakter kalite bor nitrürün 50.000 \$/ton civarında satılmaktadır. Seramik kalitenin fiyatı ise 52.000-66.000 \$/ton arasındadır. Yüksek saflık tiplerinde ise siparişin büyüklüğüne ve kaliteye bağlı olarak fiyat 200-400 \$/kg arasında seyretmektedir [1].

2. BOR NİTRÜR (BN) GENEL ÖZELLİKLERİ

Bor Nitrür, bor ve azot elementlerinin oluşturduğu, kimyasal formülü BN olan, kimyasal metotlarla üretilen bir bileşiktir. Bor'un (B) molekül ağırlığı 10,811 g/mol olup, 2075°C ile 2175°C arasında ergir. Koyu gri rombohedral kristalleri metalik parlaklığa sahiptir ve yoğunluğu 2,34-2,55 gr/cm³'tür. Kahve-koyu kahverengi amorf tozların yoğunluğu 2,37-2,40 gr/cm³'dür. Bor katı yakıt olarak kullanılabilir. Yanma sonucu oluşan enerji karbon için 94 kcal/mol iken bor için 308 kcal/mol'dür. İnce amorf bor tozları oda sıcaklığında okside olur ve ısıya duyarlıdır, özellikle oksitleyici ortamda oksitlenip nem kapmaktadır. İnce tozlar hava ortamında 800°C'de tutuşur. Azot ile 1200°C'de karbon ile 1300°C'de reaksiyona girer. Bor p tipi yarı iletken katkı maddesidir [8]. Azot (N), mol ağırlığı 14,007 g/mol'dür, oda sıcaklığında gaz fazında olup -170°C'de sıvı fazdadır. Periyodik tabloda karbona komsu olan bor ve azot elementleri 1:1 bileşikler oluşturabilir ve bunlar yapay malzemelerdir. BN bileşikleri karbonun polimorfları ile aynı kristal yapıya sahiptir ve özellikleri hangi kristal yapıda olduğuna bağlıdır.

Bor nitrürün ilk sentezinin ardından bu konudaki çalışmalar uzun bir süre laboratuvar merakı olarak devam ettirilmiştir. Gelişmiş ülkelerde 1970'li yıllarda başlatılan ileri seramikler konusunda yapılan çalışmalar sırasında ise basınçsız olarak sinterlenmemesi sebebiyle diğer kovalent bağlı bileşikler gibi bir kenara terk edilmiştir. Daha sonraları çok yüksek sıcaklıklara ve basınçlara çıkabilen preslerin geliştirilmesiyle suni elmas üretilenmiş ve bor nitrür tekrar ilgi odağı haline gelmiştir. Bor nitrür, kompozit malzemelerde katkı malzemesi olarak da kullanılmaktadır. Ancak kovalent bağlı olması sebebiyle sinterlenmesi için bazı katkı maddeleri gerektirmektedir. Sinterleme mekanizmasının daha iyi anlaşılması için hegzagonal bor nitrürde kafes ve bağların oluşumu, kristalitlerin gelişimi gibi konuların aydınlatılabilmesi gerekmektedir [9].

Bir çok özellikleri bir arada bulundurması nedeniyle BN kullanımı her geçen gün artmaktadır. Diğer malzemelere göre yoğunluğu çok düşüktür, yüksek sıcaklık

kararlılığı (ergime sıcaklığı 2600°C normal ergime davranışı göstermez, 2300°C'de azot atmosferinde süblime olur), kimyasallara karşı dayanım (asitlere ve ergimiş metallerle karşı korozyon direnci), ısı şoklarına karşı kararlı oluşunun yanı sıra kolay işlenebilirliği, mükemmel elektrik yalıtkanlığı ve yüksek ısı iletkenlik özelliği bulunmaktadır [10,11]. Bazı fiziksel, kimyasal ve elektrik özellikleri, grafitle ve refrakter kullanımda rakip malzeme olan alümina ile kıyaslamalı olarak Çizelge 2.1.'de verilmiştir.

Çizelge 2.1. Bor nitridin diğer yüksek sıcaklık malzemeleri ile kıyaslamalı olarak özellikleri [1].

ÖZELLİKLER	BN	ALÜMİNA	TEKNİK GRAFİT
Yoğunluk	2,15-2,20	3,7-3,9	1,66 ± %10
Sertlik	Mohs 2	Mohs 9	-
Erime noktası	>3000°C (azot ortamında) 2730°C	2015°C	3700 ± 100°C
Elektrik direnci Ohm-cm	1,7×10 ¹³ (25°C'de) 3,1×10 ⁴ (1000°C'de)	1×10 ¹⁶ (14°C'de) 3×10 ¹³ (300°C'de)	109×10 ⁻⁶ (25°C'de) 8-15×10 ⁴ (1000°C'de)
Dielektrik katsayısı	4,15	9,0-10,0	-

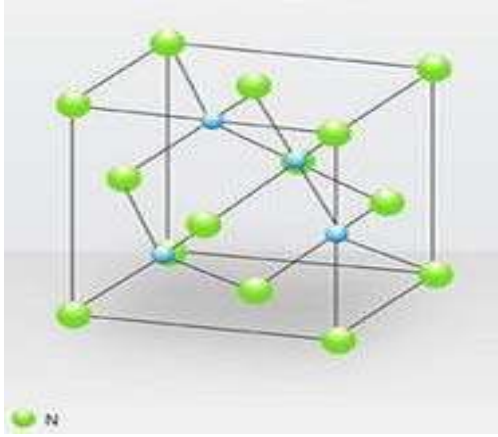
Çizelge 2.1. (Devamı) Bor nitrürün diğer yüksek sıcaklık malzemeleri ile kıyaslamalı olarak özellikleri [1].

Termal genleşme katsayısı ($\text{cm/cm } ^\circ\text{C} \times 10^{-6}$)	0,7 ($\perp$) 7,5 (//)	6-10	32 ($\perp$) 46 (//)
Çalışma Sıcaklığı ($^\circ\text{C}$) Havada Azot ortamında Klor ortamında	1000 3000 700	1600-1700 2000 -	330 1650 -
Termal iletkenlik $\text{W/m}^\circ\text{C}$	36 (//) 34 ($\perp$)	17-30	138 (//) 95 ($\perp$)

Bor nitrürün üç tane kristal şekli yaygın olarak bilinmektedir, bunlar:

2.1. Kübik Bor Nitrür (c-BN)

Kübik bor nitrür kristal yapısı ve diğer özellikleri yönünden elmasa benzer. Saf kübik bor nitrür renksiz, iyi bir elektrik yalıtkanıdır. Yüksek sıcaklık (1500°C), yüksek basınç (8 Gpa) teknikleri ile hekzagonal–kübik kafes dönüşümü ile elde edilen kübik bor nitrür c-BN, elmastan sonra ikinci en yüksek sertlik değerine sahiptir. Teorik yoğunluğu $3,48 \text{ g/cm}^3$ 'tür. Şekil 2.1.'de c-BN'e ait kristal yapısı görülmektedir.



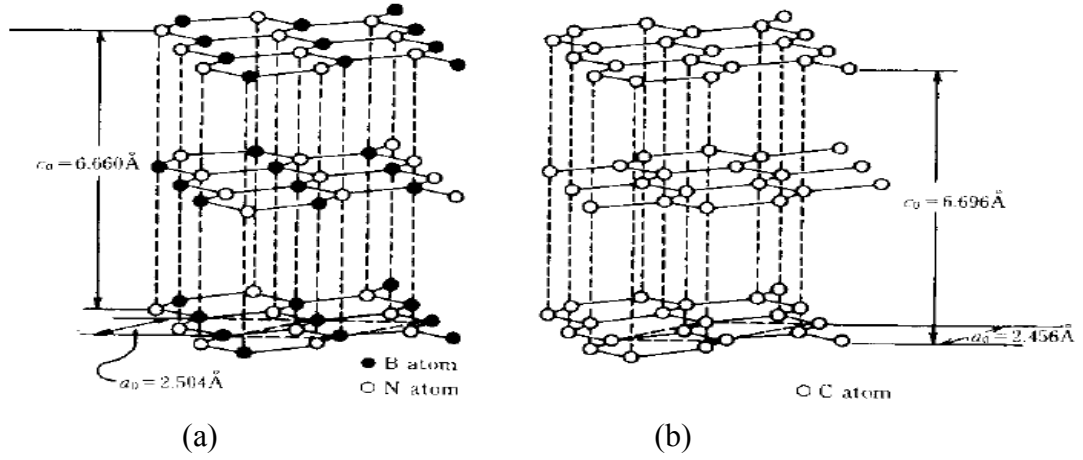
Şekil 2.1. Kübik Bor Nitrür yapısı [12]

2.2. Pirolitik Bor Nitrür

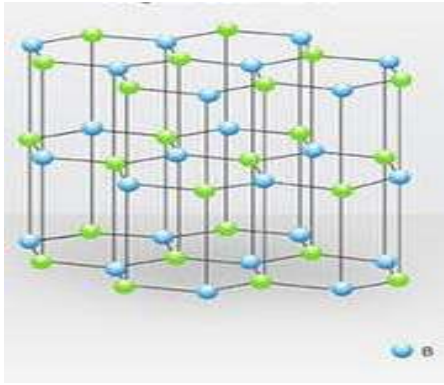
Kimyasal buhar indirgenmesi ile üretilir. Pirolitik bor nitrürün kullanma alanları kısmen sıcakta sıkıştırılmış bor nitrürle çakışır. Bu yüzden potalarda ve fırın parçalarında kullanılabilir. Çeşitli tiplerdeki kalıp şekilleri ve kapların kaplanmasında ve sıcakta çalışan memelerin üretiminde kullanılmaya uygundur. Pirolitik bor nitrürden ayrıca ısı kalkanı, elektrik kablolarının ısı izolasyonu, indüksiyon ısıtma bobinleri taşıyıcıları, elektrik dirençleri ve yüksek sıcaklık kondansatörleri, infrared cam ve plarizatörleri üretilebilir.

2.3. Hekzagonal Bor Nitrür (Grafite özdeşi)

Kristal yapısı, yumuşaklık, tabakalı olması ve kayganlık özellikleri nedeniyle grafit benzer. Beyaz grafit olarak da adlandırılır. Teorik yoğunluğu $2,27 \text{ g/cm}^3$ 'tür [4,13]. Şekil 2.3.'de h-BN ve grafitin kristal yapıları görülmektedir.



Şekil 2.2. (a) Hekzagonal bor nitrür yapısı, (b) Grafit yapısı [14]



Şekil 2.3. Hekzagonal bor nitrür yapısı

Hekzagonal BN'ün kalitesine göre ticarî sınıflandırılması ve kimyasal kompozisyonu Çizelge 2.2.'de görülmektedir.

Çizelge 2.2. Bor nitrür ticarî kalite sınıflandırması [15]

Komponent	Kompozisyon (%)		
	Refrakter kalite	Seramik kalite	Yüksek kalite
BN	92 - 96	> 98,5	> 99,5
B ₂ O ₃	5 - 7	0,1	< 0.03
Oksijen*	5	0.5 -1.5	0.3

Çizelge 2.2(Devamı) Bor nitrür ticari kalite sınıflandırması [15]

Karbon	0.1	0.1	0.1
Metal impüriteler	0.2	0.2	> 0.01

* B_2O_3 'in oksijen içeriğini de göstermektedir.

2.3.1. h(BN) özellikler

- h(BN) yapısal yönden grafitte, görünüm olarak alüminaya benzeyen, Beyaz renkte, zehirsiz, geçirimsiz ve kaygan bir malzemedir.
- Seramik malzemeler içinde en düşük yoğunluklu olanıdır ($2,27 \text{ g/cm}^3$)
- Çok yüksek sıcaklıklara dayanıklıdır (inert atmosferde 3000°C 'ye kadar, hava ortamında 1400°C 'ye kadar).
- Isıl şok direnci oldukça yüksektir. $0-2000^\circ\text{C}$ arasındaki ısı şoklarına karşı dayanıklıdır.
- Birçok ergimiş metal veya cüruflar ve ergimiş camlar tarafından ıslatılma özelliği düşüktür.
- Mükemmel elektrik yalıtım özelliğine ve ısıl direncine sahiptir.

3. ÜRETİM YÖNTEMLERİ VE KULLANIM ALANLARI

3.1. Bor Nitrür Tozlarının Üretim Yöntemleri Tarihçesi

Bor nitrür ilk olarak 1840’larda İngiliz Kimyacı, W.H.Balmain tarafından ergimiş borik asit ve potasyum siyanür kullanılarak hazırlanmıştır. Ne yazık ki, bu yeni bileşik kararlı değildi ve kararlı bir bor nitrür elde edebilmek için çok sayıda girişimlerde bulunulması gerekmiştir. Farklı üretim yöntemlerinin teknik zorlukları ve bu yapay yöntemlerle elde edilen malzemenin yüksek maliyeti nedeniyle bor nitrür ile ilgili çalışmalar yaklaşık 100 yıl boyunca laboratuvar araştırması boyutunda kalmıştır. 1950’lerde Carborundum ve Union Carbide Firmaları sanayi ölçeğinde bor nitrür tozu hazırlamayı başarmış ve şekil verilmiş bor nitrür parçalarını ticari uygulamalara uygun şekilde gelişmiş sıcak presleme teknikleri ile işlemiştir [16-17]. Malzeme bilimcilerinin bor nitrüre ilgileri, malzemenin eşsiz özelliklerine, bu özelliklerin ise farklı konularda geniş bir uygulama alanı sağlamasına bağlıdır. Tüm diğer malzemelerde olduğu gibi, bu mükemmel özellikler esas olarak B-N atomları arasında kurulan bağ tipine, malzemelerin farklı kristal yapılarına ve bu iki yapı arasındaki faz dönüşümlerine dayanır [16].

Bor nitrür ile ilgili kaynaklar 1842’ye dek uzanmaktadır. Ancak, Alfred Stock ve meslektaşlarının 60 yıl kadar önce yaptıkları ilham verici çalışmalar ve bor hidrürlerin araştırılmasında geliştirdikleri basit deneysel teknikler, bor azot türevlerinin detaylı incelemelerinin yapılması için gereken kaynağı sağlamıştır. 1926’da Stock ve Pohland diboranın amonyak ile girdiği ve borazin ($-BH-NH_3$) “inorganik benzen” ile sonuçlanan tepkimesini incelediler. Bu olay modern bor azot kimyasının doğuşu olarak da nitelendirilebilir. Yine de 1950’lere dek bu konunun araştırılmasına çok az sayıda inceleme grubu gerçek anlamda katkıda bulunmuştur. 1960’lara kadar gerçekleştirilen çalışmaların ticarî beklentiden bağımsız şekilde ve temel olarak basit araştırma güdüsüyle yapılmış olması ilgi çekicidir [2, 18-19].

Ancak gelişmiş seramiklerin mühendislik veya diğer işlevsel malzemeler olarak kullanılması için yapılan ilk ticarî araştırmalarda bor nitrür, diğer bazı kovalent bileşiklerle birlikte katkılar hakkındaki bilgilerin az, sıcak preslemenin ise pahalı bir yöntem olarak bilinmesi nedeniyle bir kenara bırakılmıştır. Daha sonraları, sıcak pres uygulamalarının yüksek sıcaklık ve basınçlara çıkabilmesiyle birlikte, kübik bor nitrür elde edilmiştir ve bor nitrür araştırmaları daha çok ilgi toplamaya başlamıştır [16].

3.2. h-BN Toz Endüstriyel Üretim Yöntemleri

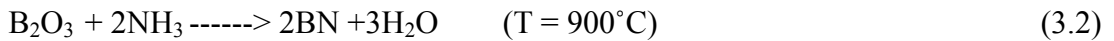
Bor nitrür endüstriyel alanda aşağıda açıklanan dört yolla üretilmektedir. Bunlardan birinci metot; karbon, bor oksit ve azot gazının 1450-1650°C arasında reaksiyona sokulmasıdır. Bu reaksiyon aşağıda görülmektedir. Literatürden edinilen bilgiye göre bu metot, dünyada bor nitrür üretiminde en yaygın olan prosesdir.

a) Bor nitrür üretiminde kullanılan birinci metot; karbon, bor oksit ve azot gazının 1450-1650°C arasında reaksiyona sokulmasıdır. Bu reaksiyon aşağıda görülmektedir. Literatürden edinilen bilgiye göre bu metot, dünyada bor nitrür üretiminde en yaygın olan prosesdir. Bu prosesde önce B₂O₃ ve kömür tozları karıştırılıp bir peletleme diskinde peletlenmektedir. Bu peletler elektrik ısıtmalı bir fırına yüklendikten sonra azot gazı ortamında yaklaşık 2 saat süreyle 1450-1650°C de ısıtılmaktadır. Böylece , aşağıda verilen reaksiyona göre bor oksit, karbon tarafından redüklenmekte ve açığa çıkan B ise derhal azot ile reaksiyona girerek bor nitrür oluşturmaktadır.



Üretilen Bor nitrür yaklaşık olarak %92 BN içermektedir, İçinde safsızlık olarak B₂O₃ ve kül vardır. Fırından alınan ürün, içindeki safsızlıkların uzaklaştırılması için, 1/1 oranında karıştırılmış hidroklorik asit/su çözeltisinde liç edilmektedir. Liç çözeltisi disk filtreden geçirilmek suretiyle, bor nitrür filtrede tutulmaktadır. Buradan elde edilen bor nitrür refrakter ve seramik kalitelere olmaktadır.

b) Bor oksit'in Amonyak gazı ile inert bir dolgu malzemesinin (genellikle trikalsiyum fosfat) varlığında 900°C'de nitrülenmesi ve reaksiyon sonrası saflaştırma ve kristalizasyon amacıyla ısıtıl işlem uygulanması[16]



c) Bor oksit veya boraks'ın, üre ve melamin gibi azot içeren organik bileşikler ile 1000 °C nin üzerinde nitrülenmesi [20-21].



d) Kalsiyum Hekzaborür ve bor oksit'in, azot gazı ile 1500 °C'nin üzerinde nitrülenmesi [22].



3.3. h-BN Kullanım Alanları

- Çok yüksek ısıt iletkenliğı sebebiyle kesme aletlerinde kullanılır. Elmasın aksine yüksek ısıt dirence sahip olup, çok yüksek sıcaklıklara dayanıklıdır (1370°C'ye kadar). Elmasla karşılaştırıldığında kübik bor nitrürün en önemli avantajı, demir veya diğ er metaller ile temasında veya havada yüksek sıcaklıkta sahip olduğı çok yüksek karalılığıdır. Çok kristalli kübik bor nitrür endüstriyel alanda son birkaç yıldır kullanım alanı bulmaktadır. Ferro malzemeler ile reaksiyon direnci ve mükemmel abrasif direnci ile kombine edilen c(BN) diğ er takım malzemelerden daha yüksek sıcaklıklarda ve daha yüksek hızlarda sert malzemelerin işlenmesinde kullanılmaktadır.

- Sertleştirilmiş çeliklerin işlenmesinde kullanılır. Bor nitrür kesici aletler, işlenme esnasında sıvı kullanılmadan çok yüksek hızlı işlenme için uygundur.

- Yüksek sıcaklıklarda kesici alet ve aşındırıcı olarak kullanılır.
- Mekanik şoklara karşı yüksek dayanımı sebebiyle dökümle ve dövmeyle üretilen parçaların işlenmesinde kullanılır.
- Aşındırıcı malzeme olarak kullanılır (küçük kristaller halinde aşındırıcı diskler içerisine ilâve edilerek demirli metallerin aşındırılmasında kullanılır). Yüksek sertliği ve yüksek sıcaklıklara dayanımı sebebiyle kübik bor nitrürden üretilmiş parçalar yüksek dayanıma ve uzun ömre sahiptirler. Ayrıca, yüksek ısı iletkenliğe sahip olması, aşındırıcı disk olarak kullanım esnasında oluşan ısının kolaylıkla uzaklaştırılabilmesinde bir avantajdır.
- 50 HRC'den daha sert demir bazlı malzemelerin ve 35 HRC'den daha yüksek sertliğe sahip kobalt ve nikel bazlı malzemelerin taşlanması, işlenmesinde ve parlatılmasında kullanılır.

Çizelge 3.1. Hegzagonal bor nitrürün kullanım alanları [23]

KULLANIM ALANI	İstenilen Özellik					
	R	T	E	İ	L	M
- Hegzagonal Toz Bor Nitrür						
Yüksek sıcaklık yataklarında katı yağlayıcı.....	+				+	
Cam ve metallerin kalıp dökümünde kalıp ayırıcı.....	+			+		
Lastik, reçine ve plastikler için aktif dolgu.....	+	+	+	+	+	
Yağ ve yüksek sıcaklık gresleri için katkı.....				+	+	
Çok yüksek basınç iletme ajanı.....	+			+	+	
Buharlaştırıcı kaplamalarında , kaplanan metali ayırıcı olarak.....	+			+		
Sıcak baskı grafit kalıplarının kaplamasında.....	+			+	+	
Isıtıcı tellerin yuvalarında.....	+		+	+		
Diğer borlu bileşiklerin üretiminde.....	+					
-Sıcak-Baskıda Hazırlanan BN Parçalar						
Cam ve metallerin ergitme krozlerinde.....	+	+		+		+
Yatay sürekli döküm için fren balatalarında.....	+			+	+	+
Yüksek sıcaklık elektrik fırınlı parçaları.....	+	+	+	+		+
Manyetik-hidrokinamik cihaz parçaları.....	+		+	+		+
Radar anten ve pencereleri için dielektrik.....			+			
Düşük ve yüksek frekans aletleri için izolatör.....	+		+			+
Plazma-jet fırını,ark puls jeneratörü,iyon makineleri için izolatör	+		+			+
Valf ve transistör devrelerinde tutucu,montaj plakası, taşıyıcı						
Ve soğutucu blok olarak		+	+			+
Ergimiş metaller için pompa parçaları, borular, memeler.....	+			+		+
Termokupllar için koruyucu tüp ve izolasyon gömlekleri.....	+	+	+	+		+
Otomatik kaynak elektrotları için koruyucu gömlek.....	+		+	+		+
Yarı iletkenlerde	+					+
B ₆ O veya B ₆ C gibi seramiklerin sıcak baskı kalıplarında	+	+		+	+	+
Nükleer reaktörlerde nötron absorberi ve kalkanı	+	+		+		+

R : Yüksek sıcaklık refrakter özelliği

T : Isıl iletkenlik özelliği

E : Elektriksel izolasyon özelliği

İ : Kimyasal inertlik özelliği

L : Yağlama özelliği

M : Kolay işlenebilirlik özelliği

4. BOR NİTRÜRÜN PAZAR DURUMU

4.1. Pazar Durumu Ve Üreticiler

- Dünya bor nitrür tüketimi yaklaşık 900 ton/yıldır. Bunun yarısının refrakter kalite ve yarısının da seramik kalite olduğu varsayımına göre Dünya pazarı yaklaşık 43.650.000 \$ 'dır.
- 1994-1999 yılları arasında kübik bor nitrür'ün aşındırıcı olarak tüketiminde yıllık ortalama büyüme oranları ABD'de %9, Avrupa'da %8 ve Pasifik ülkelerinde %8 olmuştur.
- Alet, takım sektöründe kübik bor nitrür tüketimi yılda %10 büyümektedir [1].

Çizelge 3.2. Bilinen Bor Nitrür üreticileri [24]

Kıta	Firma İsmi	Ürettiği Ürün
ABD	Advanced Ceramic Corp.	BN
	American Elements Corp.	BN
	Atomergic Chemetals Corp.	BN
	GE Superabrasives	(c) BN
	Morgan Advanced Ceramic	(c) BN
	Performance Materials Inc.	PBN
	Saint Gobain Advanced Ceramics (Avrupa'da mevc.)	(h) BN

Çizelge 3.2.(Devamı) Bilinen Bor Nitrür üreticileri [24]

Avrupa	Boride Ceramics & Composites Wacker Ceramics H. C. Starck Group, Germany UK Abrasives Inc., UK	BN BN BN BN
Asya	Denki Kagaku Kogyo, Japonya JSC Halogen, Russia JSC Zaporozhabrasive, Ukrayna Kawasaki Steel National Nitride Technologies Co, Taiwan Shin-Etsu Chemical co., Japonya Showa Denko KK, Japonya Sumitomo Electric, Japonya	BN BN (h) BN BN BN PBN (c) BN (c)BN
Afrika	De Beers Industrial Diamonds, G. Afrika	(c) BN

4.2.- TÜKETİM MİKTARLARI

- 1992 yılında ABD ve Batı Avrupa’da 170 ton bor nitrür tüketilmiştir.

- 1994 yılında ABD, Batı Avrupa ve Japonya'da 220-250 ton civarında tüketilmiştir [25].
- 1998 yılında ABD ve Batı Avrupa'da 650-700 ton bor nitrür tüketilmiştir [26].
- 1998 yılında ABD'de 500 tondan fazla bor nitrür tüketilmiştir. Bunun çok büyük bir kısmı hegzagonal bor nitrürdür [26].
- 1998 yılında Batı Avrupada 150 - 200 ton bor nitrür tüketilmiştir [26].
- 1998 yılında japonyada 120-150 ton hegzagonal, 6 ton kübik bor nitrür tüketilmiştir [26].
- 1998 yılında ABD, Batı Avrupa ve Japonya'da 770-900 ton bor nitrür tüketilmiştir [26].
- Etimine firmasının 2003 yılında hazırladığı bir rapora göre, dünya toplam bor nitrür üretimi 1000 ton dolaylarında tahmin edilmektedir [25].

4.3.Fiyatlar

Satış fiyatları miktara ve kaliteye bağlı olarak değişmektedir. Yapılan pazar araştırmalarında, refrakter kalite bor nitrürün 50.000 USD/ton civarında satıldığı görülmüştür. Seramik kalitenin fiyatının ise 52.000-66.000 USD/ton arasındadır. Yüksek saflık tiplerinde ise siparişin büyüklüğüne ve kaliteye bağlı olarak fiyat 200-400 USD/kg civarlarında seyretmektedir [1].

5. KARAKTERİZASYON METOTLARI

5.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron mikroskobu (SEM), elektronları kullanarak örnek yüzeyinden yüksek çözünürlüklü görüntü alınmasını sağlayan sistemlerdir. SEM, örnek yüzeyinin üç boyutlu görüntülerinin belirlenmesinde son derece kullanışlı bir yöntemdir.

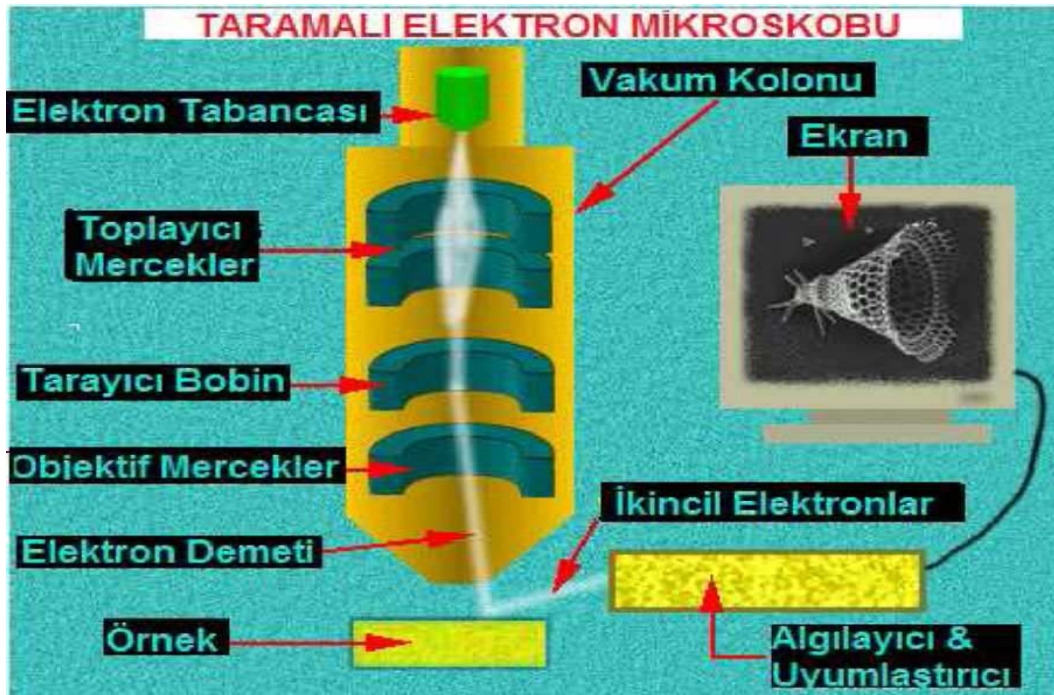
Temel olarak Taramalı elektron mikroskobu, Tungsten, Lantan hekza borit katottan veya alan emisyonlu (FEG) elektron tabancasından ortaya çıkan elektronların kullanımı incelenecek malzeme yüzeyine gönderilmesi sonucu oluşan etkileşimlerden yararlanılması esasına dayanır. SEM'ler genel olarak bu elektron enerjisi 200-300'eV dan 100 keV'a kadar değişebilir. Bu amaçla, yoğunlaştırıcı elektromanyetik mercekle (condenser lense) toplanan, objektif mercekle odaklanan elektron demeti, yine elektromanyetik saptırıcı bobinlerle örnek yüzeyinde tarama işlemini gerçekleştirir. Bir taramalı elektron mikroskopunda görüntü oluşumu temel olarak; elektron demetinin incelenen örneğin yüzeyi ile yaptığı fiziksel etkileşimlerin (esnek, esnek olmayan çarpışmalar ve diğerleri) sonucunda ortaya çıkan sinyallerin toplanması ve incelenmesi prensibine dayanır.

Bunlardan ilki, gelen elektron demetindeki elektronların, malzemedeki atomlarla yapmış olduğu esnek olmayan çarpışma sonucu (yani, örnek yüzeyindeki atomlardaki elektronlara enerjilerini transfer ederek) ortaya çıkan ikincil elektronlardır. Bu elektronlar örnek yüzeyinin yaklaşık 10 nm'lik bir derinliğinden ortaya çıkarlar ve bunların tipik enerjileri en fazla 50 eV civarındadır. İkincil elektronlar foto çoğaltıcı tüp yardımıyla toplanıp, örneğin tarama sinyali konumuyla ilişkilendirilerek yüzey görüntüsü elde edilir.

Elektron demeti ile incelenen örnek yüzeyindeki malzeme arasındaki etkileşimde ortaya çıkan diğer bir elektron grubu ise geri saçılma elektronları adı verilen

elektronlardır (bu elektronlar, yüzeye gelen elektron demeti ile yaklaşık 180° açı yapacak biçimde saçılırlar). Geri saçılma elektronları, yüzeyin derin bölgelerinden (yaklaşık 300 nm'ye kadar) gelen daha yüksek enerjili elektronlardır. Bu enerjideki elektronlar bir foto çoğaltıcı tüp tarafından tespit edilemeyecek kadar yüksek enerjiye sahip olduklarından, genellikle quadrant foto dedektörlerle (yani katı hal dedektörleri) yardımıyla tespit edilir. Bilindiği üzere bu tür dedektörler üzerine gelen elektronların indüklediği elektrik akımın şiddetine göre çıkış sinyali verirler (kısaca hatırlatmak gerekirse, incelenecek örnekteki yüksek atom numarasına sahip bir atomdan saçılan elektronun enerjisi küçük atom numaralı bir atomdan saçılana göre daha yüksektir). Sonuç olarak ikincil elektronlar incelenen örneğin kompozisyonu hakkında bilgi verir.

Gelen elektron demetinin incelenen örnek yüzeyi ile yapmış olduğu diğer bir etkileşme ise (yaklaşık 1000 nm derinlik civarında), karakteristik X ışınlarının çıktığı durumdur (enerjileri keV mertebesindedir). Buna göre örneğe çarpan elektron, örnekteki atomun iç yörüngesinden bir elektron kopmasına neden olunca, enerji dengelenmesi gereği bir üst yörüngedeki elektron bu seviyeye geçer ve geçerken de ortama bir X ışını yayar ve buna da karakteristik X ışını adı verilir. Bu X ışını meselâ 10 mm² çapındaki bir Si (Li) dedektörle algılanır, ortaya çıkan sinyal yükselticiye, oradan çok kanallı analizöre ve daha sonra da SEM sistemin bilgisayarına gönderilir. Sonuçta ortaya çıkan karakteristik X ışını (ki bu ışının enerjisi her atoma özeldir), SEM'de incelenen malzemenin element bakımından muhtevasının nitel ve nicel olarak tespit edilmesine yardımcı olur.



Şekil 5.1. SEM çalışma prensibi

5.2. X-Işını Kırınımı (XRD) Yöntemi

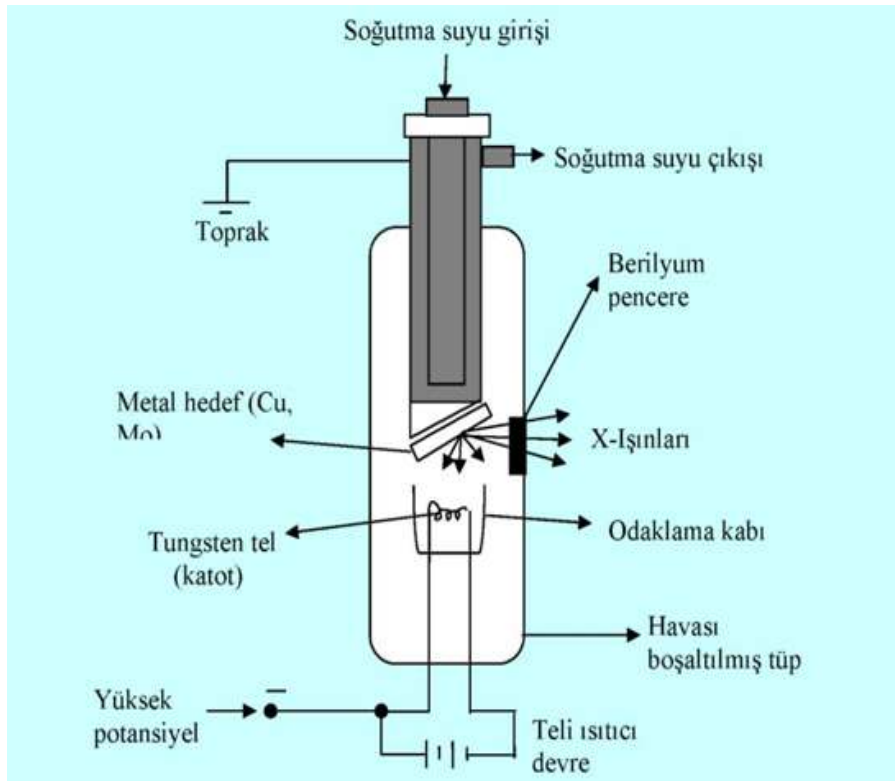
Kristal atomlarının geometrik düzeni ve aralarındaki mesafe hakkındaki çoğu bilgi bu yöntemle elde edilmektedir. Bundan dolayı X ışınları kırınımı (XRD) kristalin bileşiklerin kalitatif olarak tanınmasında pratik ve uygun bir yöntemdir. X-ışını kırınımı, aşırı miktarlardaki X ışını verilerini işleyebilen çok yüksek hıza sahip bilgisayarların kullanımıyla büyük ölçüde gelişmiştir. XRD tekniği, bir kristal düzleminin birim hücre boyutlarıyla birlikte kristalin atom düzlemleri arasındaki uzaklığı belirleyebilen bir tekniktir. X ışınının içinden geçtiği madde elektronları arasındaki etkileşme neticesinde saçılma oluşur. Eğer X-ışınları bir kristaldeki düzenli ortam tarafından saçılırsa, saçılmayı yapan merkezler arasındaki uzaklık X-ışınının dalga boyu ile aynı mertebeden olduğu için saçılan ışınlar yapıcı ya da yıkıcı girişim yaparlar. Bu durumda kırınım meydana gelir.

XRD çalışmalarında, dalga boyu sabit X-ışınları kullanılır. X-ışınları kaynağı olarak X-ışını tüpleri kullanılmaktadır. Dalga boyu sabit X-ışınları elde etmek için, ısıtılan

bir tungsten filamandan ısı tahriki ile yayınlanan elektronlar elektromanyetik bir alan içinde hızlandırılır. Hızlandırılarak yüksek enerji kazandırılan bu elektron demeti bir anota (bakır gibi) çarptığında, elektronlar anotun elektron kabuklarına girerler. Yüksek enerjili elektron demeti çekirdeğe yakın kabuktaki bir elektrona çarparak onu yerinden çıkartırsa, elektron kaybından dolayı atom kararsız hale geçer ve boş kalan elektronun yeri daha yüksek enerjili kabuktaki bir elektron tarafından doldurulur. Bu elektron geçişinden kaynaklanan enerji farkı, karakteristik X-ışını fotonu olarak yayınlanır. Yayınlanan enerji;

$$E = \frac{hc}{\lambda} \quad (5.1)$$

bağıntısıyla belirlenir. Burada; h: planck sabiti ($6,62 \times 10^{-34}$ J.s), c: ışık hızı (3×10^8 m/s), λ ise X-ışınının dalga boyudur.



Şekil 5.2. Bir X-ışını tüpü

Bir yarıktan geçirildikten sonra paralel hale getirilen X-ışınları, daha sonra döner bir masa üzerine yerleştirilmiş kristal düzlemine gelir. X-ışını kırınımı, basit bir ifadeyle bir kristal düzlemine gönderilen X-ışınlarının kristalin atom düzlemlerine çarparak yansımaları olayıdır. Ancak buradaki yansıma ışığın bir ayna düzleminden yansımaları olayından çok farklıdır. Kırınım olayında, gelen X-ışınları kristal yüzeyinin altındaki atom düzlemlerine ulaşır, yani kırınım yüzeysel bir olay değildir. Düzensiz yapıda (amorf) bir kristal düzlemine gelen X-ışını demeti kristal düzlemlerine herhangi bir açıyla çarparsa, kırınım gerçekleşmez. Çünkü kristal düzlemlerinden yansıyan X-ışınlarının aldıkları yolların uzunlukları farklı olduğundan, söz konusu ışınlar arasında faz farkı oluşur ve bu ışınlar birbirlerini söndürürler. Bunun sonucu olarak herhangi bir kırınım (difraksiyon) piki gözlenmez. X-ışını demetinin atom düzlemlerine Bragg açısı olarak bilinen belirli bir açı ile çarpması durumunda ise yansıyan ışınlar tarafından alınan yol, dalga boyunun (λ) tam katlarına eşit olacağından, ışınlar aynı faza sahip olur. Kırınımına uğrayan, yani atom düzlemlerinden yansıyan X-ışınlarının aynı fazda olması durumunda difraksiyon deseni oluşur.

5.3. Fourier Transform Infrared Spektrofotometresi (FTIR)

IR spektroskopisi, moleküllerin, elektromanyetik spektrumun görünür bölge ile mikrodalga bölgeleri arasındaki bölgede kendilerine özgü dalga boylarında absorpsiyon yapma özelliklerine dayanır. Bir IR spektrumu, dalga sayısına karşı absorbansın grafiğe alınmasıyla elde edilir. Dalga sayısı frekansla doğru orantılıdır. Bundan dolayı da IR de, frekans, yaygın bir şekilde dalga sayısı ile eş anlamlı olarak kullanılmaktadır.

$E = h \cdot \nu$ eşitliği ışığın enerjisi ile frekansı arasındaki ilişkiyi verir. Işığın frekansı ile enerjisi arasında doğrudan bir ilişki vardır ve frekans arttıkça enerji artar. Bu ikisi arasındaki oran sabiti h Plank sabiti olarak bilinir.

$$E = h \cdot c / \lambda ; \quad \nu = c / \lambda \quad (5.2)$$

Moleküller çeşitli enerji düzeylerinde bulunabilirler. Örneğin herhangi bir moleküldeki bağlar gerilebilir, bükülebilir, dönebilir ve elektronlar bir orbitalden diğerine geçebilir. Bağlar sadece belirli frekanslarda gerilebilir bükülebilir ya da dönebilir ve elektronlar belirli enerji düzeyleri arasında geçiş yapabilir. IR spektrofotometresinde ışınlar moleküllerin titreşim ve dönme hareketi nedeniyle soğrulurlar.

E_1 enerji düzeyine sahip bir molekül üzerine ışın gönderildiğinde ışın molekülden geçerek dedektöre ulaşır. Eğer ışın molekül tarafından soğurulmazsa kaynak tarafından yayılan ışın miktarı dedektöre ulaşan ışının miktarına eşit olacaktır. Spektrum, dedektör tarafından algılanan ve zaman içinde değişen ışın miktarının (enerji miktarının) grafiğe geçirilmesidir. Her geçiş türü farklı miktarda enerji gerektiren bir olaydır [27-28].

6.BORLAMA VE BORLAMA YÖNTEMLERİ

6.1.Borlama

Borlama, diffüzyon mekanizmasıyla gerçekleştirilen yüzey sertleştirme işlemlerindendir. Borlama, metalik malzemenin yüzeyine borun yayındırıldığı termo kimyasal bir işlemdir. Borla yüzey sertleştirme, esas olarak borun yüksek sıcaklıkta çeliğe yayınımlı olayıdır. Demir ve demir dışı birçok alaşım ile sinterkarbür ve seramik malzemelere uygulanabilir. Borlanacak malzemeler, özelliklerine göre 700–1000 °C sıcaklık aralığında, yaklaşık 1-12 saat süre ile katı, macun (pasta), sıvı veya gaz fazındaki bor verici ortamlarda bekletmek suretiyle yapılan bir işlemdir [29].

Borlu tabakanın özellikleri, borlanan çeliğin bileşimine, borlama sıcaklığına, süresine ve ısıtılma işlemine bağlıdır. Borlamayla çelik yüzeyinde oluşan tabaka çok sert olup ayrıca sementasyon da olduğu gibi sertleştirmeye gerek kalmaz. Borlu tabakada bor Fe_2B ve FeB şeklinde bulunur. Bor, çeliklerde alaşım elementi ve yüzey sertleştirici ve ayrıca çelik üretiminde cüruf yapıcı olarak kullanılır.

Borlama işlemi uzun bir geçmişe sahiptir. Çeliklerde bor yayınımlı yüzey sertleştirme, ilk kez 1895 yılında Moissan tarafından yapılmıştır. 1970'li yıllardan itibaren borlama konusunda çalışmalar hızlanmıştır. Günümüzde borlama, teknolojik olarak gelişmiş ve endüstride, özellikle alternatif bir yüzey sertleştirme yöntemidir. Almanya'da katı ortamda borlama, Rusya'da ise sıvı ortamda borlama bir çok endüstriyel alanda başarıyla kullanılmaktadır. Nitrürasyon, karbürizasyon v.b. konvansiyonel yüzey sertleştirme işlemlerinde (600-1100) HV'lık bir yüzey sertliği elde edilirken, borla yüzey sertleştirmede (borlama) 1500-2000 HV'lık sertliğin yanında çok düşük sürtünme katsayıları elde edilmektedir. Endüstriyel uygulamalarda, hem daha az gevrek olması ve hem de borlama sonrası ısıtılma işlemlere izin vermesi bakımından Fe_2B 'den oluşan tek fazlı borür tabakaları tercih edilir [30].

Demirli malzemelerin borlanması da, malzeme yüzeyinde FeB ve Fe₂B ile bu bileşiklerin karışımından oluşan tek veya çift fazlı borür tabakaları elde edilir. Alaşımlı çeliklerde ve diğer malzemelerde kendi alaşım elementlerinin borürleri oluşur. Çizelge 6.1.'de çeşitli malzemelerde borlama ile elde edilen borürler ve mikro sertlik değerleri verilmiştir [31]. Özellikle demir ve çelik türü malzemelerde, borlama işlemi sonucunda ana yapının dışında borür tabakası ve geçiş bölgesinden oluşan iki farklı yapı ortaya çıkmaktadır.

Çizelge 6.1. Çeşitli metallerde elde edilen borür fazları ve mikro sertlikleri [31]

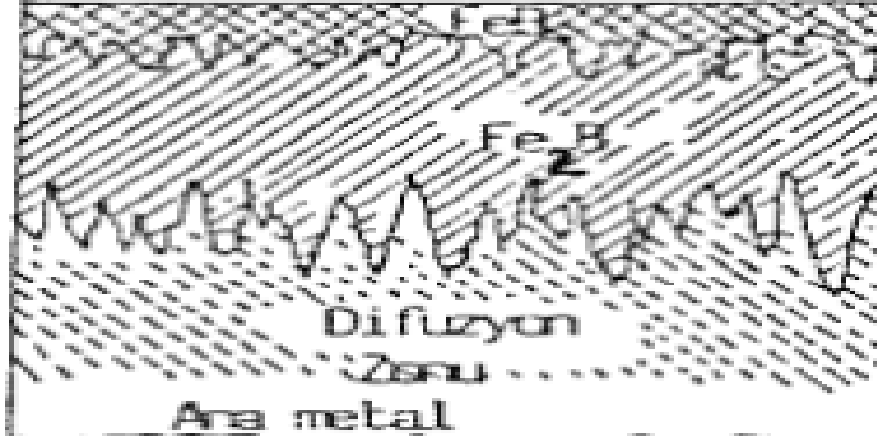
Borlanan alt yüzey	Borür tabakasındaki fazlar	Borür tabakasının sertliği (HV)
Fe	FeB Fe ₂ B	1900-2100 1800-2000
Co	CoB Co ₂ B Co ₃ B	1850 1500-1600 700-800
Ni	Ni ₄ B ₃ Ni ₂ B Ni ₃ B	1600 1500 900
Mo	Mo ₂ B MoB ₂ Mo ₂ B ₅	1660 2330 2400-2700
W	W ₂ B	2600
Ti	TiB TiB ₂	2500 3370
Nb	NbB ₂ NbB ₄	2200 -
Ta	Ta ₂ B TaB ₂	- 2500
Hf	HfB ₂	2900
Zr	ZrB ₂	2250
Re	ReB	2700-2900

Endüstriyel uygulamalarda kullanılan malzemelerin korozyon, sürtünme ve aşınma gibi tribolojik etkiler neticesinde azalan kullanım ömürlerinin artırılması yüzey bölgesinin iyileştirilmesi ile mümkündür. Aşınma ve korozyondan dolayı dünya da her yıl önemli malzeme kayıpları olmaktadır. Ülkelerin korozyon nedeniyle kayıpları

gayri safı milli hasılatlarının %3,5-5'i arasında değişmektedir. Yalnız Türkiye'deki 1991 yılı kaybı 4,5 milyar dolar olarak tahmin edilmektedir [32].

6.2. Borür Tabakası

Bu tabaka malzemenin en dış yüzeyi ile yüzeyin altındaki parmaklı (dişli) kısım arasına verilen addır. Bu bölgeye difüzyon bölgesi de denmektedir. Bu tabaka borlayıcı ortamdan sağlanan aktif bor, FeB veya Fe_2B oluşumu için, esas malzeme tarafından tüketilen miktardan daha fazla olduğu işlem şartlarında sadece FeB veya Fe_2B oluşmaz aynı zamanda Fe_2B 'a göre borca daha zengin olan reaksiyon ürünleri de meydana gelebilir. Borür tabakasının kalınlığı malzemenin kimyasal bileşiminin yanı sıra işlem sıcaklığı, işlem yöntemi ve süresine bağlıdır [33]. Şekil 6.1.'de bor tabakası, geçiş bölgesi ve ana yapının şematik resmi verilmiştir.



Şekil 6.1. Bor tabakası, geçiş bölgesi ve ana yapının şematik resmi [34].

Genellikle, bor tabakasında testere dişi şeklinde tek bir Fe_2B fazının oluşumu istenir. FeB ve Fe_2B çift fazlı tabakanın oluşmasından daha fazla arzu edilir, çünkü FeB fazı borca zengindir. Bu faz yaklaşık ağırlıkça %16,23 oranında bor içerir. Bu istenmez çünkü FeB fazı diğer demir bor fazlarından daha gevrekler. Fe_2B fazı ağırlıkça %8,93 bor içerir. FeB ve Fe_2B fazları çok farklı ısıl genleşme katsayılarına sahiptir. αFeB

fazının ısı genleşme katsayısının $23 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ iken, $\alpha\text{Fe}_2\text{B}$ fazının ise $7,85 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ dir. Borür tabakasında, çatlak oluşumu ve kabuk gibi kalkma ve yırtılmalar çift fazlı tabakalarda ve FeB fazında çok sık oluşur. Bu çatlaklara bir mekanik yük uygulandığı zaman pul pul ve yaprak yaprak dökülmelere yol açmaktadır [35].

FeB ve Fe_2B fazları birbirlerine çekme ve basma gerilmeleri uygulamakta ve fazlar arasında yüzeye paralel ve dik çatlaklar oluşturmaktadır. Dolayısıyla borür tabakasında mümkün olduğunca çok az oranda FeB fazının oluşturulmasına çalışılmalıdır. Borür tabakasının kalınlığı, kaplanan malzemenin kimyasal bileşiminin yanı sıra işlem sıcaklığı, süresi ve yöntemine bağlıdır [33].

6.3. Geçiş Bölgesi

Bu bölge, borür tabakası ile ana yapı (matris) arasında kalan bölgeye verilen addır. Borlama işlemi esnasında, çelik bileşiminde bulunan elementler bu bölgede yeniden dağılırarak şekillenirler. FeB ve Fe_2B tabakalarının karbon, silis gibi elementleri çözündürememesi nedeniyle bu elementler yüzeyden içeri doğru itilir. Bu bölgede bulunan bor, borür oluşturamayacak miktardadır. Bunun neticesiyle de bu geçiş bölgesinin meydana geldiği bilinmektedir. Geçiş bölgesi, mikroyapı bakımından esas malzeme ve borür tabakasından farklıdır. Bu bölgenin kalınlığı, borür tabakasının kalınlığının 10-15 katı kadardır [36]. Bor tane irileşmesine sebep olduğundan geçiş bölgesinde malzemenin taneleri irileşmekte ve sertliği de artmaktadır.

6.4. Borlama Yöntemleri

Esas itibarıyla bir yayınma işlemi olan borlama, karbürleme ve nitrürlemeye benzer. Difüzyon yöntemi olan borlama termokimyasal bir işlemdir. Uygun işlem sıcaklıklarında metal malzemenin yüzeyine yayınan bor, metal ile bir ve birkaç inter metalik fazdan meydana gelen bir tabaka oluştururlar. Bu işlemin esas borla metalin bir arada bulunduğu bor verici ortamda kimyasal veya elektro-kimyasal reaksiyonlar

neticesinde borun metal yüzeyine yayınması olayıdır. Borlama ortamı ise, bor kaynağı (bor veya bileşikleri), aktivatör, dolgu veya deoksidantlardan oluşur. Aktivatörler tabakanın düzenli büyümesine ve oluşumuna etki ederler. Dolgu ve deoksidantlar ise borlama sıcaklığında oksijeni tutarak redükleyici bir ortam oluştururlar ve ayrıca borlama maddelerinin ana malzemeye yapışmalarını önlerler. Borlama sonucu oluşan borür tabakasının özelliklerini şöyle sıralayabiliriz [37].

- 1- Çok yüksek sertlik
- 2- Yüksek ısınma direnci
- 3- Alt yüzeye iyi tutunma özelliği
- 4- Yüksek sıcaklık dayanımı
- 5- Yüksek sıcaklarda sertliğini koruma özelliği
- 6- Demir malzemelerinkine uygun genleşme kat sayısı

6.4.1. Katı (Toz) ortamda borlama

Yüzeyi borlanacak malzeme, toz halindeki bor verici ortam içinde 800-1000°C sıcaklıklarda 4-10 saat bekletilerek borlama işlemi yapılır. Borlama tozu ısıya dayanıklı çelik saç kutu içine konur ve borlanacak parça bu tozun içine gömülür. Bu toz, parçanın tüm yüzeylerinde en az 10 mm kalınlığında olmalıdır. Kutuların ağzı bir kapak ile kapatılarak önceden belirli bir sıcaklığa ısıtılmış fırına konur. Ve fırın kapağı kapatılarak fırın içi sıcaklığı borlama sıcaklığına yükseltilir.

Bir süre bekletildikten sonra kutu fırından alınarak soğutulur ve parça içinden çıkarılır. Bu sırada çelik kutunun kapağı kutunun üzerinde kendi ağırlığı ile durmalıdır. Sementasyonda olduğu gibi sıkıca kapatılmasına gerek yoktur. Eğer işlem normal atmosfer de yapılacaksa kapak sıkıca kapatılır. Bu yöntem koruyucu gaz atmosferi içinde de yapılabilir. Yöntem ucuzdur ve özel bir teknik gerektirmez. Borlama ortamının ana bileşini borkarbür, ferrobor ve amorf bordur. Borkarbür diğerlerine göre ucuzdur. Amorf borun saf halinin çok pahalı oluşu ve saf ferroborun

eldesinin endüstriyel olarak çok zor olması bu metotların bırakılmasına neden olmuştur. Diğer bor verici toz ortam bor karbür ise amorf bor ve ferrobordan ucuz olup, bileşimi zamana göre sabittir. Elverişli tane boyutunun ve etkin aktivatörün seçimi ile iyi sonuçlar alınmıştır. Bütün bunlara rağmen amorf bor tuzuna aktivatör olarak amonyum klorür eklenerek yapılabilir. Ferrobor ortamında yapılan borlama sonucu elde edilen tabaka teknik açıdan kullanılamaz. Aktivatör dolgu maddeleri ile kullanılabilir. Katı ortam borlamasında kullanılan bazı borlama bileşiklerine ait örnekler % ağırlık olarak aşağıda verilmiştir [30].

1. % 60 B_4C + %5 B_2O_3 + %5 NaF + %30 Demir oksit
2. % 50 Amorf bor + %1 $NH_4F.HF$ + %49 Al_2O_3
3. %100 B_4C
4. % (7,5-40) B_4C + % (2,5-10) KBF_4 + % (50-90) SiC
5. %84 B_4C + %16 $Na_2B_4O_7$
6. %95 Amorf bor + %5 KBF_4
7. %20 B_4C + %5 KBF_4 + %75 Grafit
8. % (40-80) B_4C + % (20-60) Fe_2O_3
9. %80 B_4C + %20 Na_2CO_3

6.4.2. Macunlama (Pasta) İle borlama

Borlama için kullanılacak tozlar macun haline getirilir ve borlanacak parçanın üzerine 2 mm kalınlıkta sürülür. Parça yüzeyine sürülen macun derhal sıcak hava akımında, ön ısıtma odasında veya kurutma fırınında maksimum 150°C’de kurutulması gerekir. Gerektiği taktirde macun üzerine tekrar birkaç kez daha sürülebilir. Kurutma işleminden sonra macun ile kaplanmış parçalar önceden ısıtılmış fırına konur ve fırın ağzı kapatılarak borlama sıcaklığına ısıtılır. Belirli süre bu sıcaklıkta tutulan parçalar dışarı alınır. Ve soğumaya terk edilir. Parçalar soğuduktan sonra yüzeyinde yapışmış olan artıklar temizlenir ve böylece borlama yapılmış olur. Bu yöntemle borlama mutlaka koruyucu gaz ortamında yapılması

gerekir. Aksi takdirde kötü bir borür tabakası oluşur. Bu yöntemle kısmî borlama yapılabilir. Bor korbür (B_4C), kriyolit (Na_3AlF_6) ve bağlayıcı olarak da hidrolize edilmiş etilsilikat karışımından macun yaparak borlama yapılmıştır. Bu yöntemde kullanılan koruyucu gazlar; Argon, Formier Gazı, NH_3 ve saf azottur.

6.4.3. Sıvı borlama

Borlama şartlarında ortam sıvıdır. Borlanacak malzeme $800-1000^\circ C$ arasındaki sıcaklığa sahip sıvı bir borlu ortam içinde 2-6 saat bekletilerek bor yayılımı gerçekleştirilir. Sıvı ortamda borlama tuz eriyi içinde elektrolitli veya elektrolitsiz (daldırma) ve derişik çözeltide olmak üzere yapılabilir [38].

Daldırma yöntemi

Elektrolizsiz ergitilmiş tuz eriyiği veya normal sıvı ortam borlaması olarak da adlandırılır. Bu yöntem genelde B_4C 'in katı fazı ile sıvı sodyum klorit ($NaCl$) den ibarettir. Bu da boraksın viskozite azaltma yöntemleriyle elektrolit olarak erimesi esasına dayanır [39].

Ortamın esas bileşemi boraks olup, aktivatör olarak B_4C , SiC , Zr , B , vs. kullanılır. Klorürlerin karışımı veya klorürler ile floritlerin karışımına bor korbür ilâvesi ile ya da erimiş boraks banyolarına bor korbür ilâve edilerek yapılır. Bu yöntem ucuz ve fazla ihtisas istemez. Fakat termal şok, borlamadan sonra parçanın temizlenmesi, büyük boyutlu ve kompleks parçalara uygulanmaması, metodun kötü yönleridir. Çalışma sıcaklığı $800-1000^\circ C$ ve borlama süresi 2-6 saattir.

Elektroliz yöntemi

Yüksek sıcaklıkta tuz banyosu, elektrolit iş parçası katot ve grafit çubuk anot olarak işlem gerçekleştirilir. Tuz banyosu ise ergitilmiş boraktır. Bu yöntem laboratuvar çalışmalarında gayet iyi sonuçlar vermiştir. Ancak ergimiş boraksın viskozitesinin çok yüksek olması, endüstriyel uygulamalarda sıcaklığın homojenliğini engeller yani boraks eriyinin yüksek viskozitesi 850°C 'nin altında borlamayı pratik olarak imkânsız kılar. 850°C 'nin üzerinde ise banyodaki düzgün sıcaklık dağılımı oldukça güçleşir.

Farklı akım şiddetleri, özellikle karmaşık şekilli parçalarda borür tabakasının kalınlığının düzgün olmasına neden olur. Bu yöntemde iş parçası bir tuz tabakasıyla kaplanır ki bunu temizlemek oldukça masraflıdır. Elektrolizle borlama da anodun bir tarafında ince borür tabakası oluşur. Bu da gölge etkisi yaparak değişik ve düzensiz kalınlıklara sebep olur. Sodyum klorür ve borasit anhidritin karışımı ile yapılan çalışma sonucu banyodaki sıcaklık dağılımının eşit olduğu, parçaların daha kolay yıkandığı ve viskozitenin azaldığı görülmektedir. Ayrıca NaCl , B_4C ve NaBF bileşiminden oluşan tuz eriyinde diğer problemler çıkmaktadır. Bu yöntemin tesisi pahalıdır. Karışık şekilli parçalarda homojen kalınlıklı tabaka oluşumu oldukça zordur. İşlem $800\text{-}1000^{\circ}\text{C}$ arasında 0,5-5 saat süre ile yapılır. Banyo bileşimlerinde $0,2\text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu, $600\text{-}700^{\circ}\text{C}$ sıcaklık ve 2-6 süre şartlarını kullanarak sade karbonlu çelikte 15-70 μm kalınlıkta borlu tabaka elde edilmiştir [39]. Elektrolizin ana bileşimi boraks ve borik asittir. Ana bileşene ilaveten NaF , NaCl gibi aktivatörler kullanır. Bu aktivatörlerden ayrıca banyonun akışkanlığını artırması istenir.

Derişik çözeltide borlama

Boraks ve Borasitli anhidriti içeren derişik ortamlarda yüksek frekanslı ısıtmayla deneyler yapılmıştır. Belli bir bor difüzyonu sağlandığı halde birleşik tabakalar elde edilememiştir. Boraks ve borasidi anhidriti içeren derişik miktartlı çözeltilerde

yapılan deneyler kapalı borür tabakası vermemiş ve 1000°C 'de 10 dakika süre ile $0,1 \text{ A/cm}^2$ ve 450 kHz frekans ile doymuş boraks çözeltisinde tabakalar elde edilmiştir. Bu yöntem esnasında açığa çıkan bor halojenleri ilgili (uygun) asit oluşumları altında su ile kuvvetli reaksiyona girerler. Bu sebeple derişik çözeltide borlama başarılı olmamıştır [39].

6.4.4. Gaz ortamda borlama

Gaz ortamın bileşimi, basıncı ve gazın tanktan akış hızı borlamaya etki eden faktörlerdir. Gaz ortamda borlama yapmak için bor verici ortam olarak bor halojenleri, diboran B_2H_6 ve organik bor bileşikleri kullanılır. Bu bor vericilerden BF_3 , BCl_3 , BBr_3 saf veya su ile; B_2H_6 su ile ve $(\text{CH}_3)_3\text{B}/(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{B}$ olarak kullanılırlar. Bunlardan diboran (B_2H_6) ile beraber bor halojenleri kullanılırsa çok olumlu sonuçlar elde edilir. Fakat diboran zehirli ve patlayıcıdır. Ayrıca diboranın hidrojen ile inceltilmesi çok pahalı olup 150°C 'ye yakın sıcaklıklarda ayrışır. Bu nedenle sıcak bir parça üzerine uygulamak için soğutmak gerekir. Bu da işlemi karışık hale getirir. Bütün bunlara rağmen birçok araştırmacı diboran ve su ile gaz ortamda borlamayı yapmışlardır [38].

Organik bileşiklerden bortrimetil ve bortrietil yüksek oranda karbon ihtiva ettikleri için, borlama sonucu oluşan borür tabakası yanı sıra yüksek karbonlu bir tabakada oluşur. Böylece borlama ile yayılan karbon oluşan tabaka kalıntısını bozar. Bor halojenleri ise uygun halojen bileşimlerinin teşekkülü ile korozyona neden olurlar. Amerika'da geliştirilen bir yöntem ise bor ve borkarbürden ayrışan bir gaz fazıyla yapılan borlamadır. Bunun esasını ise, bortriklorit ile hidrojen karıştırılarak $1300-1500^{\circ}\text{C}$ 'de sıcak grafit çubuk üzerine gönderilir ve bor karbür oluşumu sağlanır. Bu yöntem ilk etapta daha yüksek ergime sıcaklığına sahip malzemelere uygulanmaktadır. Bu yöntemle Fe esaslı malzemelerin yanı sıra silika, mullite, Ti, Ni, Co ve W'da başarıyla borlanmıştır [39].

Bor triklorit ile yapılan borlama esnasında ayrışarak serbest kalan klor, ortamdaki mevcut hidrojen ile birleşerek HCl oluşturur. Oluşan klor ve HCl, atmosfer ve sıcaklık oranlarına göre borlanan demir ile reaksiyona girer. Bu durum ise gaz ile borlamada asıl problemi teşkil eder. Çünkü borlama çelikte yapıldığında demir klorit oluşur. Bu ise demir borürün oluşumunu engeller ve böylece korozyona neden olur. Eğer işlem gazı %150 oranında Azot ve geri kalanı Hidrojenden olursa az miktardaki bortriklorit aktif bor taşıyıcı olarak etkide bulunur. Bunun sonucu olarak da borür tabakasının yapısı pratik olarak atmosferde en az miktarda bulunan BCl_3 'ten dolayı BCl_3 'ün miktarından bağımsızdır. Bu yöntemde ise sürelerin kısa olması gerekir. Gaz ortamda borlama esnasında bor verici olarak Hidrojen ve Azottan oluşan taşıyıcı gaz içindeki bortriklorit olursa ve BCl_3 ile Hidrojen oranları ayarlanırsa işlem hacmi HCl ve H_2 'den oluşan gaz ile dolarsa parça yüzeyi korozyona uğramaz. Aşağıdaki gaz bileşenleri kullanılarak borlama yapılabilir.

- 1) $BCl_3 / H_2 = 1/15$
- 2) B_2H_6
- 3) $B_2H_6 / H_2 = 1/50$
- 4) $BCl_3 + H_2$
- 5) $(C_2H_5)_3 B$
- 6) $(CH_3)_3 B$

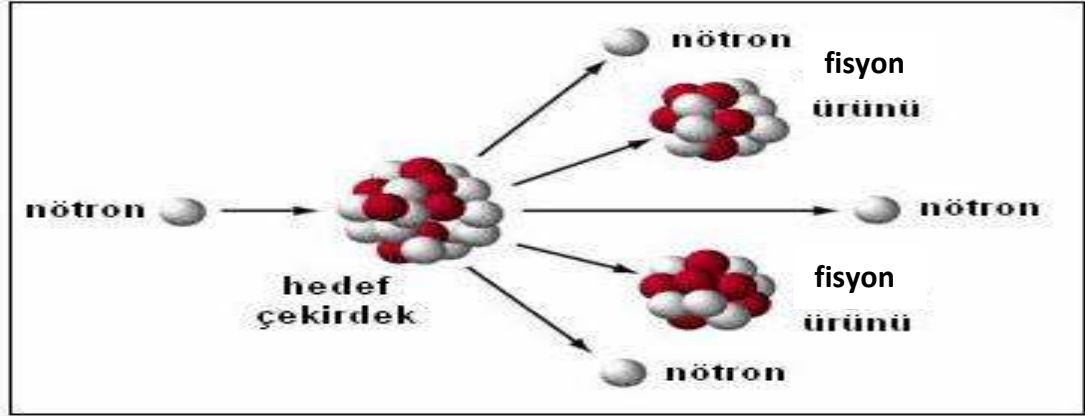
6.4.5. Plazma (İyon) borlama

Gaz ortamda 300-700 Pa basınçla borlama yapmak mümkündür. İşlem sıcaklığı diğer borlama yöntemlerine kıyasla düşmekle ve borlama süresi kısalmaktadır. Reaktif gazın daha iyi kullanımı ile işlem atmosferinde BCl_3 buharının miktarı azaltılır. Bu yöntemde işlenen parça yüzeyinin aktiflenmesi katodik püskürtmeden dolayı (özellikle işlemin başlangıç aşamasında, yani ısınma esnasında) akkor ışık ile başlar. Yüzey difüzyonu ve kimyasal emilme gibi yüzey işlemlerinin büyük ölçüde yükseltilmiş yüzey enerjisinden dolayı yüzeydeki kimyasal reaksiyonlar katalitik etki

ile hızlanırlar. Bunun sonucu oluşan iyon ve elektronlar elektrik alanına etkide bulunurlar. Sistemi besleyen enerji, bu iyon ve elektronlar tarafından iletilir. Elektriksel alanın etkisi altında iyon ve elektronlar gaz moleküllerin bu sıcaklığa ait ortalama enerjisinden daha yüksek bir enerji kazanırlar. Elektronlar ile moleküllerin çarpışmasında sonuç olarak moleküllerin bir kısım enerjisi iletilir. Bu durum, bu şartlar altında, sistem içindeki partiküller (iyonlar, atomlar, moleküller)'in uygun sayıları yüksek enerji ile mevcut olduklarından ve atmosferdeki bu sıcaklıkta dengeli enerji dağılımını anormal akkor ışık saçılımı olmadan karşılanabildiği için başarılıdır. Gaz ortamda termik aktiflenme sonucu meydana gelen kimyasal reaksiyonlar aktiflenmiş malzeme yüzeyinin katalitik etkisi ile hızlanırlar. Bu yöntem genelde BCl_3 -buharı ile hidrojenin oluşturduğu gaz karışımında yapılmaktadır. Bu ortamda BCl_3 -buharı ve hidrojenden oluşan atmosfer içinde plazma (iyon) borlama esnasında kloritin hidrojen ile indirgenmesi borür tabakasının oluşumuna ait ayrıntılı rolü oynar. İlgili reaksiyon, indirgenme reaksiyonunun tahrik edildiği katodik bölge içindeki atomik hidrojenin varlığına bağlı olarak akkor ışık saçılımı ile oluşur. Reaksiyon sonucu açığa çıkan bor katodik püskürtme ile aktiflenen malzeme yüzeyine emdirilir. Reaksiyon gidişinin yükseltilmiş hızı gaz karışımındaki fazla hidrojene bağlıdır. BCl_3 -buharı ve hidrojen karışımının kullanılmasında hacmin %10'unu teşkil eden BCl_3 miktarı ile gaz fazındaki kimyasal reaksiyonlar ile kimyasal emilmiş bor miktarı ve hatta iş parçasının kenar tabakasına borun yayınması arasındaki dinamiksel denge elde edilir. Karışımda BCl_3 -buhar kısmının artması gevrek ve gözenekli tabakaların oluşmasına neden olur.

7. NÜKLEER REAKTÖRLERDE NÖTRON YAKALAMA

7.1. Nükleer Enerji



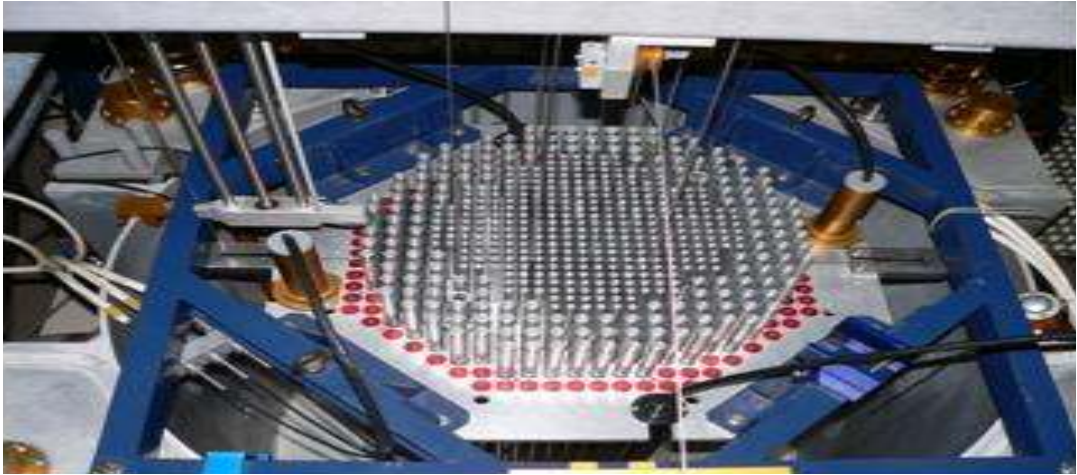
Şekil 7.1. Filyon reaksiyonu

Nükleer enerji, atomun çekirdeğiyle ilgili bir olay olup, iki şekilde elde edilebilir. Bunlardan birincisi, iki küçük çekirdeğin birleştirilmesi, yani füzyon, ikincisi ise büyük bir çekirdeğin parçalanması, yani filyondur. Konumuz ikincisini kapsamaktadır [40].

7.2. Filyon Reaktörleri

Fisil çekirdek; yavaş (termal) nötron absorpsiyonu sonucu iki ayrı çekirdeğe bölünen çekirdeklere denir. Uranyum, doğada bulunan yegane fisil elementtir. Doğal hali sayıca; % 99.274 oranında U-238, % 0.7205 oranında U-235 ve bir de, çoğunlukla gözardı edilen %0.0055 oranındaki U-234 izotoplarından oluşur. Bunlardan fisil olan U-235'in parçalanması sonucunda açığa; 'filyon ürünü' denilen orta ağırlıkta iki çekirdekle, yüksek kinetik enerjiye sahip, yani 'hızlı' iki veya üç nötron çıkar. Şekil 7.1'de bahse konu reaksiyon verilmiştir. Bu nötronlar diğer U-235 çekirdeklerine çarparak, onların da bölünmesine yol açabilir. Açığa yine, filyon ürünleriyle birlikte iki veya üçer nötron daha çıkar. Böylelikle, nötron sayısının nesilden nesile arttığı bir 'zincirleme tepkime' oluşturulabilir. Bir nesildeki nötron sayısının bir öncekindekine

oranı, ‘etkin çoğalma faktörü’ olarak adlandırılıp, k ile gösterilir. Yeterli sayıda U-235 içeren bir sistemde, k ’nın değeri 1’den küçük, 1’e eşit veya 1’den büyük olabilir ve ilgili hallerde sistemin sırasıyla; ‘kritik altı’, ‘kritik’ veya ‘kritik üstü’ olduğu söylenir. Kritik üstü bir sistemde, sayısal yoğunluğu giderek artan fisyon tepkimeleri yer alırken, her parçalanmadan, 200 milyon elektronvolt (MeV) kadar enerji açığa çıkmaktadır. Bunun 165 MeV kadarı fisyon ürünlerinin kinetik enerjisi şeklindedir. Elektronlarının 10 ile 18 kadarını geride bırakarak fırlayan bu iyonlar, civardaki çekirdeklerle çarpışmalar sonucunda, kısa mesafelerde durdurulurlar. Kinetik enerjilerini ortama aktarıp, ortamı ısıtmaktadırlar. Bir karbon



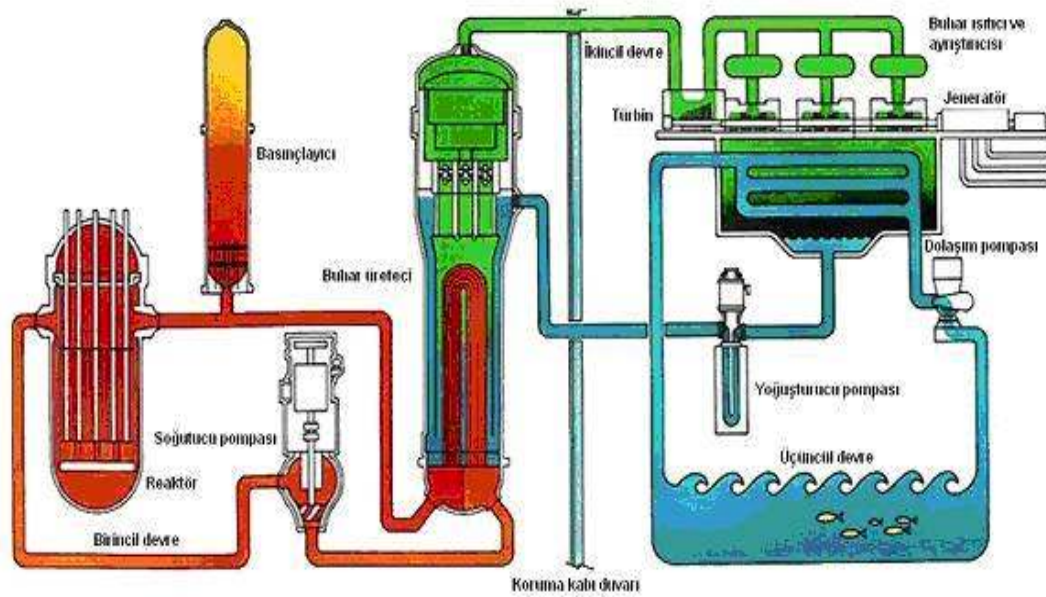
Şekil 7.2. Nükleer reaktörün kalbi

atomunun yanmasıyla açığa çıkan kimyasal enerji 4 eV kadar olduğuna göre; U-235’in bir gramı, 2,5 ton saf kömüre, kilogramı ise yüzlerce ton TNT’ye eşdeğerdir. Bu kıyaslama aynı zamanda, uranyum kütlesinin birim hacmi başına enerji üretim hızının, yani özgül gücünün, bir kömür kazanındakinin milyon katına kadar ulaşabilmesi anlamına gelir. Böyle bir tepkime zinciri kontrol altına alınıp, enerji üretim amacıyla kullanılabilir. Bunun için, kritik üstü olabilen bir uranyum kütlesi kompozisyonunun oluşturulması gerekir. Bu ise, fisyonla açığa çıkan nötronların, sistemden dışarı kaçarak veya fisyonla sonuçlanmayan ‘parazit yutulmalara uğrayarak ziyanının, olabildiğince alt düzeyde tutulmasını gerektirir. Böyle bir kritik

üstü sistemin içine nötron gönderildiğinde, nötron sayısı hızla artmaya, birim zamanda üretilen enerji miktarı, yani güç tırmanmaya başlar. İstenilen güç düzeyine ulaşıldığında, sistemi; içine fisyonu uğramayan güçlü nötron yutucularından oluşan ‘kontrol çubukları’ sokmak suretiyle kritik hale indirmek mümkündür. Bundan sonra sistem, ulaşılmış olan güç düzeyinde enerji üretimini sürdürür. Gücün tekrar artırılması istendiğinde, çubukları bir miktar dışarı çekmek yeterlidir. Tam tersine, çubukların daha fazla sokulması, sistemi kritikaltı hale getirip, güç düzeyini azaltır. Kontrol çubuklarının içerdiği yutucu miktarı, tümüyle sokulmaları halinde tepkime zincirini durdurmaya fazlasıyla yetecek düzeyde seçilir. Şekil 7.2’de bir nükleer reaktör kalbi verilmiştir [40].

Tâbi bu arada, uranyum kütlesinin erimemesi için, içinde üretilen enerjinin sistemden uzaklaştırılması, yani soğutulması gerekir. Soğutucu olarak ilk akla gelen, fiziksel özelliklerini yakından tanıdığımız suyu kullanmaktır. Ancak, doğal uranyumdaki fisil U-235 oranı zaten çok düşük iken, normal sudaki hidrojen çekirdeklerinin nötron yutma eğilimi yüksektir. O kadar ki, normal suyla soğutulan bir doğal uranyum kütlesini, hacmi sonsuz olsa bile, kritik hale getirmek mümkün değildir. Halbuki, D₂O moleküllerinden oluşan ağır su, hidrojen yerine, onun zaten bir nötron yutmuş hali olan döteryum çekirdeklerini içermektedir ve bu çekirdeklerin nötron yutma eğilimi, hidrojene oranla çok daha düşüktür. Dolayısıyla, ağır suyla soğutulan, uygun büyüklük ve geometrideki bir doğal uranyum kütlesi, kritiküstü hale getirilebilir. Isı üretimi yoğun, yani birim hacim başına güç düzeyi yüksek olabildiğinden, uranyumla suyun arasındaki ısı aktarım yüzeyinin olabildiğince geniş tutulması gerekir. Uranyum kütlesi bu yüzden, ince uzun ‘yakıt çubukları’ halinde üretilip, aralarında su gezdirilir ve suyun uranyumla kimyasal tepkimeye girmesini önlemek için, yakıt çubuklarının her biri, zirkonyum alaşımından birer zarfın içine yerleştirilir. Yalnız, zarfın içine konan uranyumun metal halinde olmaması lazımdır. Çünkü uranyum metalinin kararlı hali; 667,7°C’ye kadar alfa (‘ortorombik’), 667,7°C ile 774,8°C arasında beta (tetragonal), 774,8°C’den sonra, 1132,2°C’deki ergime noktasına kadar da gama (cisim merkezli küp) fazıdır. Sıcaklık değişimleri sırasında

metalın faz deęiřtirmesi, hacminin b y k oranda deęiřerek, zarfı patlatmasına yol a acaktır. Halbuki uranyumun seramik hali olan UO_2 , hem bu a ıdan kararlıdır, hem de $2827^\circ C$ gibi  ok daha y ksek bir sıcaklıkta erir. Dolayısıyla reakt r yakıtı elemanlarında, genelde uranyumun bu oksit hali kullanılır. řekil 7.3’de ticar  olarak en  ok kullanılan basın lı aęır su reakt r sistemi verilmiřtir [40].



řekil 7.3. basın lı aęır su reakt r sistemi

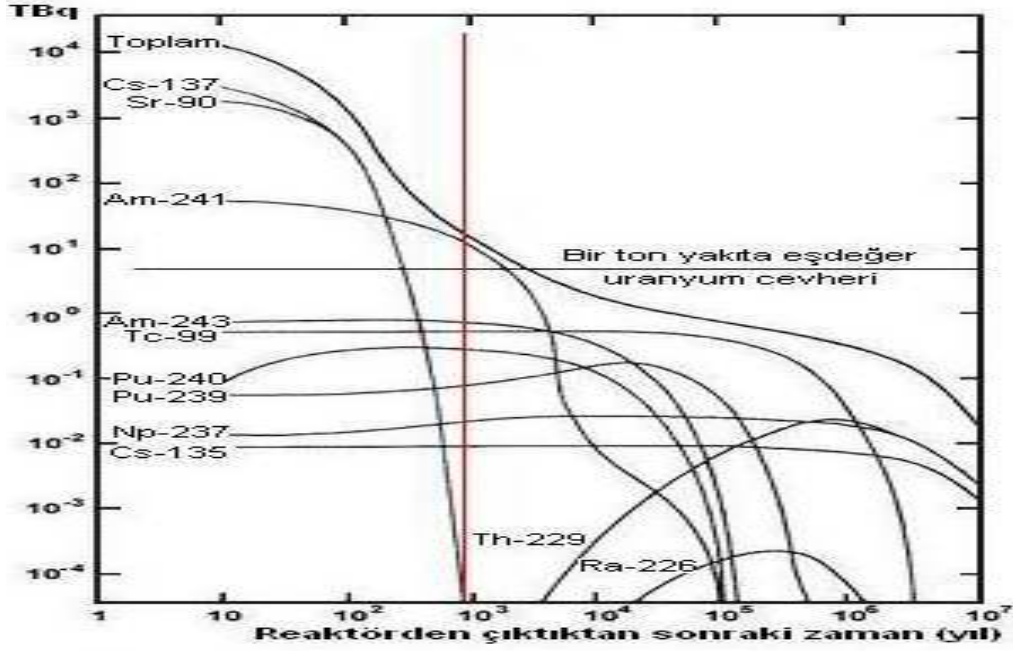
Bu durumda, herhangi bir  ubukta yer alan bir fisyonun a ıęa  ıkan hızlı bir n tron, y ks z olduęundan kolayca dıřarı  ıkabilerek,  ubuktan  ubuęa seyahat edebilmekte ve aralarındaki sudan da ge mektedir. Bu arada, aęır sudaki hafif d teryum  ekirdeklerine  arptık a yavařlar. Neyse ki; $U-235$ ’in, ‘termal’ de denilen yavař n tronlar karřısında fisyonun uęrama olasılıęı, hızlı n tronlarınkine oranla daha y ksektir. Dolayısıyla, aęır suyun varlıęı, sistemin kritik st  durumu pekiřtirir. Adeta bir tařla iki kuř vurulmuř olmakta ve sistemi soęutan su, hem de kritik st l ę  artırarak bir ‘yavařlatıcı’ iřlevi g rmektedir. Buharlařması halinde, her iki iřlevi de zaafa uęrayacaktır. Bu istenmiyorsa eęer, kaynamasını  nlemek i in y ksek basın  altında tutulması gerekir. B yle bir reakt re ‘basın lı aęır su reakt r ’ (‘Pressurized Heavy Water Reactor’, PHWR) denir. Aęır suyun emdięi ısı, ikincil bir

soğutma devresindeki normal suya aktarılır. Bu normal su bir buhar üreticinde buharlaştırıldıktan sonra, türbinlerden geçirilip elektrik üretiminde kullanılır. Kanada tasarımı CANDU reaktörü bu tipten, doğal uranyumla çalışan, ağır su soğutmalı bir reaktördür [40].

Karbonun nötron yutma tesir kesiti de keza, hidrojeninkine oranla çok düşüktür. Öte yandan kütle numarası düşük olduğundan, karbon aynı zamanda iyi bir nötron yavaşlatıcısıdır. Dolayısıyla, doğal uranyuma dayalı bir sistem, su yerine karbon, örneğin karbondioksit soğutucu ve grafit yavaşlatıcı kullanılarak da kritiküstü hale getirilebilir. Böyle bir reaktöre, ‘gaz soğutmalı reaktör’ denir. Uranyumun metal hali, karbondioksitle tepkimeye girmediğinden, bu reaktörlerde yakıt olarak kullanılabilir. İngiltere’de tasarımlanmış olan ‘Magnox’ ve AGR (‘Advanced Gas Reactor’) bu tiptendir.

Normal suyla çalışan kritiküstü bir sistem ise, ancak uranyumdaki U-235 oranının yükseltilmesiyle mümkündür. Buna ‘zenginleştirme’ işlemi denir ve değişik yöntemlerle yapılabilir. Normal suyla çalışan ve zenginleştirilmiş uranyum kullanan bir reaktör, diğer yönlerden, ağır sulu bir reaktör gibi çalışır. Bu reaktörlere, ‘basınçlı su reaktörü’ (‘Pressurized Water Reactor’, PWR) denir. Dünya’nın halen çalışmakta ve elektriğinin %16 kadarını üretmekte olan, toplam 365 GW gücündeki 443 ticarî nükleer reaktöründen 268’i bu tiptendir. Yakıt olarak, U-235 içeriği %2-5 oranında zenginleştirilmiş uranyum kullanırlar.

Araştırma reaktörleri ise, hacimleri görece küçük olduğundan, daha yüksek zenginlikte yakıt kullanmak zorundadır. Parmak kuralı olarak, %20'ye kadar



Şekil 7.4. Bir ton kullanılmış yakıttan kaynaklanan üst düzey aktivite

zenginleştirilmiş olan uranyuma, 'düşük zenginlikte uranyum' denir. %20'nin üstü, 'yüksek zenginlikte uranyum' sayılır. Öte yandan, ortalama kinetik enerjisi görece yüksek bir nötron nüfusuyla çalışan reaktörlerin 'hızlı' olduğu söylenir ve U-235'in hızlı nötronlar karşısında fisyonu uğrama olasılığı, yavaş nötronlara oranla çok daha düşük olduğundan; böyle reaktörlerde kullanılan yakıtın daha zengin olması gerekir. Hızlı ya da termal bir reaktörün yakıtındaki U-235, hızlı ya da yavaş nötronlarla fisyonu uğrarken, U-238 izotopu, sadece hızlı nötronlarla bölünebilir. Bu arada, bir yavaş nötron yuttuğunda, iki β^- bozunmasından geçip, Pu-239 izotopuna dönüşür. Pu-239, yavaş nötron absorpsiyonu ile fisyonu uğrama olasılığı daha yüksek olduğundan, U-235'ten bile daha iyi bir yakıt malzemesidir. Uygun tasarımı bir reaktör, birim zamanda tükettiği U-235'ten daha fazla Pu-239 üretebilir. Böyle çalışan, net olarak yakıt üretmekte olan bir reaktörün "üretken" olduğu söylenir. Bu işlem, yavaş nötronlar yerine hızlı nötronlarla daha kolay başarılabilir. Çünkü, hızlı

bir nötronun fisyonu yol açma olasılığı görece düşük olmakla beraber, bu düşük olasılık gerçekleştiği takdirde bölünmede açığa çıkan nötron sayısı daha fazladır. Yani, ortalama enerjisi yüksek olan bir nötron nüfusuyla çalışan bir reaktörün ‘nötron ekonomisi’ daha iyidir. Bu yüzden de "üretken" reaktörlerdeki nötronlar, fisyonundan çıktıktan sonra yavaşlatılmazlar. Suyun yavaşlatıcı etkisinden kaçınmak için soğutucu olarak, su yerine örneğin sıvı sodyum kullanılır ve bu türden reaktörlere "hızlı üretken reaktör" denir [40].

Reaktör kalbindeki çekirdek bölünmelerinin yol açtığı ‘fisyon ürünleri’ yüksek enerjilerle doğar. İçinde bulundukları malzeme tarafından sonunda durdurulur, fakat bu arada, etraftaki çekirdeklerle çarpışarak, malzemenin yapısında epeyce hasar yaratırlar. Ayrıca kendileri kararsız olup, oluşumlarından belli bir süre sonra, başka çekirdeklere dönüşürler. Bu arada; gama ışınları denilen yüksek enerjili elektromanyetik radyasyon veya helyum çekirdeklerinden oluşan alfa parçacıkları, ya da elektron veya pozitron gibi katı parçacıklar yayınlırlar. Bu türden etkinliğe sahip olan çekirdeklerin, ‘radyoaktif’ olduğu söylenir. Herhangi bir radyoaktif izotopun, başlangıçtaki sayısının ve dolayısıyla da ışıma gücünün yarıya inmesi için gereken süreye ‘yarı ömür’ denir. Bu süre çekirdeğin türüne bağlı olup, bazıları için saniyenin küçük bir kesri, bazıları diğerleri için ise binlerce yıldır. Radyoaktif çekirdeklerin bozunması çoğu kez, diğer radyoaktif çekirdeklerin oluşumuyla neticelenir. Bunlar da bozunduklarında, daha başka radyoaktif çekirdeklere dönüşebilir. Öte yandan, kalpteki diğer bazı çekirdekler de nötron yutarak, keza radyoaktif hale gelirler. Bunlardan bazılarının, kalbi soğutan suya karışması mümkündür. Kaldı ki; suyun içerisinde nötronlar dolaşmakta, suyu oluşturan çekirdekler tarafından yutulmaktadır. Örneğin hidrojen, bir nötron yutup döteryum, döteryum bir nötron daha yutup trityum olabilir. Bunlardan trityum radyoaktiftir. Keza, sudaki oksijen bir nötron yutup radyoaktif bir izotopa dönüşebilir. Dolayısıyla, kalbi soğutan ‘birincil devre’ suyu, reaktör içerisinde dönüp durdukça radyasyon biriktirir ve bu suyun dışarı sızması gerekir. Kısacası; birkaç ay süreyle çalıştırılan bir reaktörün kalbinde 800 kadar farklı çekirdek oluşur ve kalpte, çalışma gücünün her megawattı için

1megaCurie (1 Curie = saniyede 37 milyar bozunum) düzeyinde bir radyoaktivite stoğu birikir. Bu stoğun yakın civarda yol açtığı aktivitenin, reaktör çalışanlarının güvenliği açısından şart koşulan üst sınırın altına indirilebilmesi için, reaktör kalbinin etrafı birkaç metre kalınlığında kurşunlu veya bizmutlu betondan yapılmış bir ‘biyolojik zırhla’ çevrilidir.

7.3. Radyasyon Riski

Radyasyonu oluşturan parçacıklar, mikroskopik birer mermi gibidirler. Önerine çıkan malzeme içerisinde durdurulup soğurulana kadar, o malzemeye enerji aktarırlar. Malzeme tıpkı, üzerine bir tabanca ile defalarca ateş edilen çelik bir levha gibi ısınır. Bundan öte, radyasyon parçacıkları, yolları üzerindeki molekül bağlarını kırarak, maddenin yapısında değişikliklere de yol açar. Eğer malzeme uzun molekül zincirlerinden oluşuyorsa, ışınımın kırdığı molekül parçaları bazen de, yine radyasyon ışınlarının etkisi sonucu, gelişigüzel yerlerinden birbirlerine bağlanır. Yani radyasyon, tıpkı bir oksijen tüpünün ucundaki alev gibi; uzun molekül zincirlerini bazı yerlerinden kesmekte, diğer bazı yerlerinden de, parçaları kaynak edip birleştirmektedir. Bu olguya ‘radyasyonla polimerizasyon’ da denir ve bazı plastik türleri bu yöntemle sertleştirilir. Ancak bu olay eğer canlı bir organizmada yer alıyor ise, bu; organizmanın aleyhinedir.

Canlı hücreler çoğunlukla, uzun protein zincirlerinden oluşmaktadır. Hücrenin radyasyona maruz kalması halinde, bu moleküler bağlardan bazıları kırılır ve ortaya çıkan parçalardan bazıları, gelişigüzel şekillerde bağlanır. Bu moleküller artık işe yaramaz olmuştur ve tamir edilmeleri gerekir. Çünkü aksi halde, hücrede arızalı molekül yapıları birikecek, hücrenin metabolizması değişecektir. Nitekim, hücrenin bu tür hasarları gidermek için, belli bir tamir kapasitesi vardır. Hatta gelişkin organizmalardaki hücreler, molekülleri tek tek kontrol edip rastlanan hasarlıları tamir etmek yerine, tüm molekülleri belli aralıklarla, hasarlı olsun veya olmasın, parçalayıp yeniden inşa etmeyi tercih ederler. Ancak, hücrenin tamir kapasitesi sınırlıdır ve bu

sınır aşıldığında, hasarlı moleküller birikmeye, hücrenin yaşamsal etkinlikleri aksamaya başlar. Örneğin kıl dibi hücreleri, dış kaynaklı radyasyona karşı ön cephede yer alırlar ve radyasyona karşı aşırı duyarlıdırlar. Dolayısıyla aşırı radyasyona maruz kalan insanların, saçları dahil, vücutlarındaki tüyler dökülür. Keza gözün kornea tabakası, radyasyona karşı duyarlıdır; polimerizasyona uğrayarak şeffaflığını yitirir ve bilindiği gibi, buna ‘katarakt hastalığı’ denir. Bunlar radyasyonun ‘somatik’ etkileridir.

Radyasyonun bir de "genetik" etkileri var. Eğer radyasyon hücre çekirdeğine ulaşacak olursa, buradaki DNA'nın yapısında bazı değişikliklere yol açar ve insanın özelliklerini belirleyen şifreyi, adeta yeniden ve gelişigüzel bir şekilde yazar. Hücrenin faaliyetlerini yöneten emir komuta zinciri değişmiştir. Hücre,

Çizelge 7.1. Alınan Işın Miktarının Değişik Dozlardaki Etkileri

Doz	Anlamı
6000 mSv	Bir anda alındığında ölüme yol açabilir.
1000 mSv	24 saatlik bir süre içerisinde alındığında, örneğin, yorgunluk gibi ‘radyasyon hastalığı’ septomlarına yol açabilir.
100 mSv	Radyasyonla çalışan bir insanın 5 yılda almasına izin verilen en yüksek doz miktarı.
4 mSv	Bir Finlandiyalıının, binalardaki radon gazı ve teşhis amaçlı x-ışını kaynaklarından yılda aldığı ortalama doz.
2 mSv	Uçakta çalışan birisinin yılda aldığı kozmik ışınım dozu.
0,1 mSv	Bir akciğer x-ışını görüntülemesinde alınan doz.
0,01 mSv	Bir dişçinin x-ışını görüntülemesinde alınan doz.

aksayan faaliyetleri dolayısıyla ölebilir veya daha da kötüsü, hızlı bir üreme çabasına girerek kanserleşir. Örneğin kemik iliği hücreleri üzerindeki radyasyon baskısı, ‘lösemi’ye yol açabilir. Öte yandan, eğer çekirdeği hasar gören hücre, sperm veya yumurtaları oluşturan "haploid" hücrelerden birisi ise, bu hücrenin dölleyeceği yavru, yapısal bozukluklarla doğar [40].

Bu çerçevede, iyonlaştırıcı radyasyonun canlı organizmalar üzerinde yol açacağı fiziksel etkinin, hedef canlıda birim kütle başına soğurulan enerji miktarıyla orantılı olması beklenir. Bu yüzden, ‘radyasyon dozu’ ölçüsü olarak kullanılan ‘Uluslararası Standart’ (SI) birimi ‘Gray’ (Gy); 1 kg’lık yumuşak doku başına 1 Joule soğurulmuş enerjiye eşdeğer olarak alınmıştır. Ancak, belli bir radyasyon dozunun hedef dokuda yol açabildiği ‘biyolojik hasar’, yalnızca soğurulan enerji miktarına değil; radyasyonun türüne, organizmanın cinsine, dokunun niteliğine ve organ hacmine de bağlıdır. Dolayısıyla, hedef dokudaki biyolojik etkinin ölçüsü olarak, soğurulan enerji miktarının boyutsuz bir ‘biyolojik etkinlik faktörü’ ile çarpılması sonucunda elde edilen ‘eşdeğer doz’ kullanılır. Bu ‘eşdeğer doz’un SI birimi ‘Sievert’ (Sv) olup, Gray ile aynı, yani J/kg birimine sahiptir. Fakat, Gray radyasyonun fiziksel etkisini ölçerken, Sievert biyolojik etkisini ölçmektedir.

Radyasyon doğanın yabancı olduğu bir unsur değildir. Yerkabuğunun her tarafında değişen oranlarda; toprakta, kayalarda, suda ve havada, radyoaktif çekirdekler var. Bunlardan bazıları bitkilere, oradan da besin zinciriyle, biz dahil diğer canlıların bünyelerine geçer. Bu ‘doğal radyasyon’a yol açan çekirdeklerin başında potasyum, uranyum ve toryum gelir. Potasyum atomlarının da %0,0118 kadarı radyoaktif K-40 izotopundan oluşmaktadır. Dolayısıyla, potasyumca zengin besin kaynaklarından, yılda 0,4 mSv kadar doz alınır. Bu çekirdeklerin etkinliği zamanla azaldığından, örneğin K-40’ın Dünyamızdaki şimdiki düzeyi, hayatın başladığı zamanın yarısı kadardır. Öte yandan, doğal fon doz hızı, bazı yerlerde 1,5 mSv/y kadar düşük olabildiği gibi, diğer bazı yerlerde 100 mSv/y’ı aşabilir. İran’ın kuzeyindeki Ramsar bölgesinde 260 mSv/y’a ulaşırken, bölge sakinlerinde hücre genetiği açısından anlamlı bir fark gözlenmemiştir [40].

Bu doğal radyasyon kaynaklarına ek olarak, bir de insan yapımı kaynaklar vardır. Sivil halkı radyasyona maruz bırakan en büyük yapay kaynaklar; teşhis amaçlı x-ışınları, nükleer tıp ve radyasyon tedavisi gibi tıp yöntemleridir. Bu alanda kullanılan radyoaktif çekirdeklerden bazıları şunlardır; I-131, Tc-99, Co-60, Ir-192, Cs-137.

Ayrıca, tükettiğimiz unsurlardan da radyasyon alınır. Günde 1,5 paket sigara içen birisi, tütündeki Po-210 izotopunun aktivitesi nedeniyle, yılda 1,3 mSv doz alır. Yangın alarmlarında radyoaktif amerisyum, gazlı fenerlerin gömleklerinde toryum kullanılır. Ayrıca, bina ve yol inşaat malzemeleri, yanıcı gazlar, televizyonlar ve elektron tüpleri, ısıldayan saatler ve kadranslar, havaalanı x-ışını sistemleri, floresan lamba starterleri radyasyon kaynağı oluşturmaktadır.

Öte yandan, doğal ve yapay radyasyon kaynaklarının etkileri aynıdır. Uluslararası Radyolojik Korunma Kurulu ('International Radiological Protection Commission', ICRP) insan kaynaklı radyasyon dozunun toplum bireyleri için yılda 1 mSv'i, radyoaktif maddelerle çalışan yetişkinlerin mesleki radyasyon dozunun yılda 20 mSv'i aşmamasını öngörmüştür. Örneğin yüksek uçuş pilotları, aldıkları yıllık doz miktarı açısından, radyasyonla çalışanlar arasında ilk %5'e girerler. Yılda aldıkları ortalama doz, 2 mSv'tir. Olağan koşullarda çalışan bir nükleer santral çalışanın yılda aldığı doz ise, 1,8 mSv kadardır. Ancak bir de, 'olağanüstü' durum olasılıkları vardır [40].

8. RADYOAKTİVİTE VE NÖTRON ABSORPLAMA

8.1. Işınlama Sistemi (^{241}Am -Be İzotopik Nötron Kaynağı)

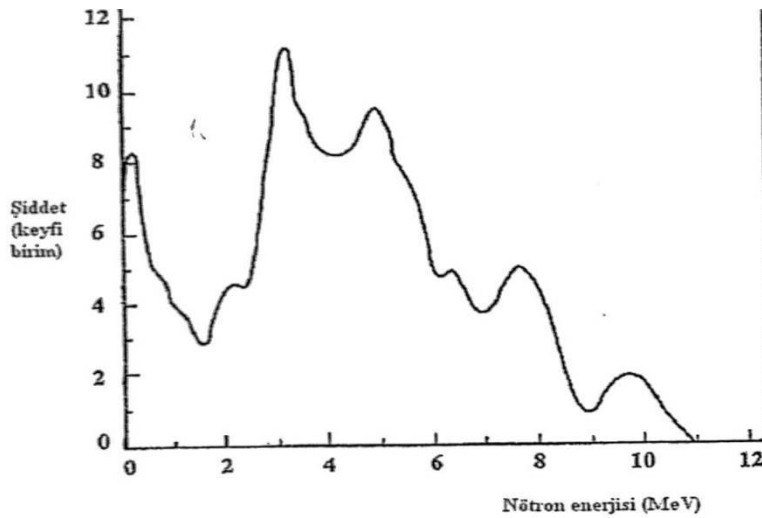
İzotopik nötron kaynakları genel olarak uzun yarı ömre sahip doğal bir alfa yayınlayıcı çekirdek ile düşük nötron bağlama enerjisine sahip çekirdeklerin bir araya getirilip harmanlanması ile elde edilir. ^{226}Ra , ^{239}Pu ve ^{241}Am çekirdekleri doğal alfa yayınlayıcılarıdır. Bu çekirdeklerden çıkan alfa parçacıkları ^9Be çekirdeklerine çarparak sürekli bir nötron kaynağına dönüşürler. Türkiye Atom Enerjisi Kurumu Sarayköy Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezi (SANEM) Laboratuvarında nötron çalışmaları kullanılan ^{241}Am -Be nötron kaynağı 16 cm uzunluklu ve 4 cm çapındaki çelik bir mahfaza içersinde harç halinde harmanlanmış ^{241}Am ve ^9Be atomlarından oluşur. ^{241}Am çekirdeği doğal bir alfa yayınlayıcısıdır. ^{241}Am 'den yayınlanan alfa parçacıklarının, düşük nötron bağlama enerjili ^9Be çekirdeklerine çarpması sonucu



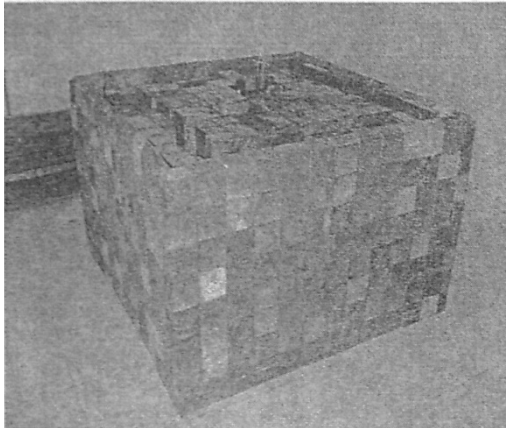
reaksiyonu ile nötron açığa çıkar. Bileşik çekirdek modeline göre çok kısa bir süre ($\sim 10^{-12}$ s) için aşırı kararsız $(^{13}_6\text{C})^*$ bileşik çekirdekleri oluşur ve daha sonra bu bileşik çekirdek nötronlar salarak karalı $^{12}_6\text{C}$ çekirdeğine dönüşür. Doğal alfa yayınlayıcısı ^{241}Am çekirdeğinin yarı ömrü $T_{1/2}=432,2$ yıldır. ^{241}Am -Be nötron kaynağı Ci başına saniyede $2,2 \times 10^6$ nötron yayınlamaktadır. Çıplak kaynağın 1m mesafede Ci başına gama dozu 2,5 mR/h ve nötron dozu 2,2 mrem/h'tir. ^{241}Am -Be kaynağından çıkan nötronlar sabit bir enerji değerinde olmayıp ortalama enerjisi 4,46 MeV olan sürekli bir enerji spektrumuna sahiptir. Kaynağın nötron enerji spektrumu Şekil 8.1'de verilmiştir [41].

İzotopik nötron kaynaklarının uzun ömürlü ve hemen hemen sabit nötron çıkışına ($<10^8$ n/s) sahip olmaları ekonomik olarak bir avantajdır. Ancak, açılıp kapanma özelliği olmadığından sürekli zırlı bir halde olmaları şarttır [41].

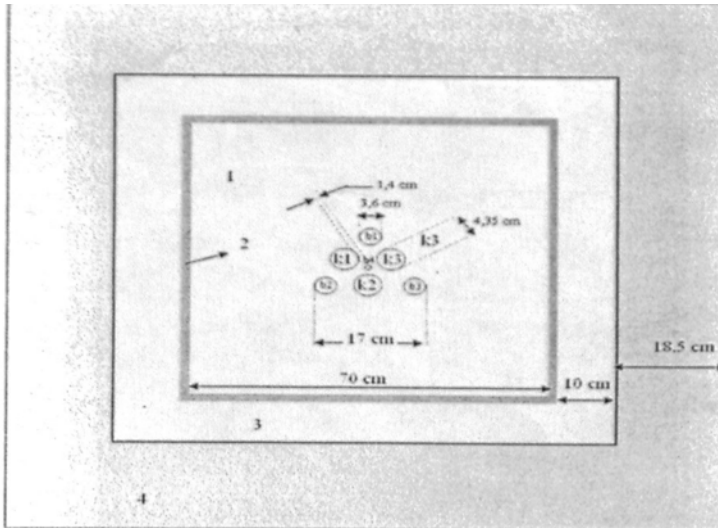
Her biri 592 GBq aktiviteye sahip üç adet ^{241}Am -Be kaynaktan oluşacak bir ışınlama sistemi için, öncelikle optimum termal ve hızlı nötron ışınlamasının gerçekleştirilebileceği bir ışınlama geometrisi tasarlanmalıdır. Kaynak nötronlarını yavaşlatmak için nötron saçılma tesir kesiti, bu özelliğe bağlı olarak yavaşlatma oranı yüksek malzemeler kullanılmalıdır. Hem bol bulunan, hem ucuz olan ve hem de yavaşlatma oranı nispeten yüksek olan en uygun malzemeler hidrojen oranı yüksek olan malzemelerdir. Dolayısıyla, hızlı nötronları yavaşlatmak için su, polietilen ve parafin gibi malzemeler kullanılabilir. Nötron yavaşlatıcı malzeme olarak parafin seçilebilir. Parafin yavaşlatıcı olarak 70 cm kenar uzunluklu ve 60 cm yükseklikli eşkenar bir prizma blok olarak kullanılarak ve bu blok kaynak odasının tabanına yerleştirilerek çalışmalar yapılır. ^{241}Am -Be nötronlarını maksimum termal nötron akısına yaklaşık olarak 3,5cm kalınlıklı parafinin yavaşlattığı deneysel olarak belirlenmiştir. 17 cm kenar uzunluklu hayali bir eşkenar üçgenin parafin yavaşlatıcının cisim merkezine yerleştirildiği göz önüne alınırsa, üçgenin kenar ortaylarından üçgen düzlemine dik olarak geçen 4,35 cm iç çaplı PVC borulara ^{241}Am -Be nötron kaynakları yerleştirilir. Üçgenin tepe iç çaplı üç adet PVC borudan oluşan konvansiyonel nötron (termal nötron) ışınlama hücreleri yerleştirilir. Üçgenin ağırlık merkezine ise iç çapı 1,4 cm olan paslanmaz çelikten bir hızlı nötron ışınlama hücresi yerleştirilir [41].



Şekil 8.1. ^{241}Am -Be nötron Kaynağı için Nötron Enerji Spektrumu



Şekil 8.2. $3 \times 592 \text{ GBq } ^{241}\text{Am-Be}$ Nötron Işınlama Sistemi



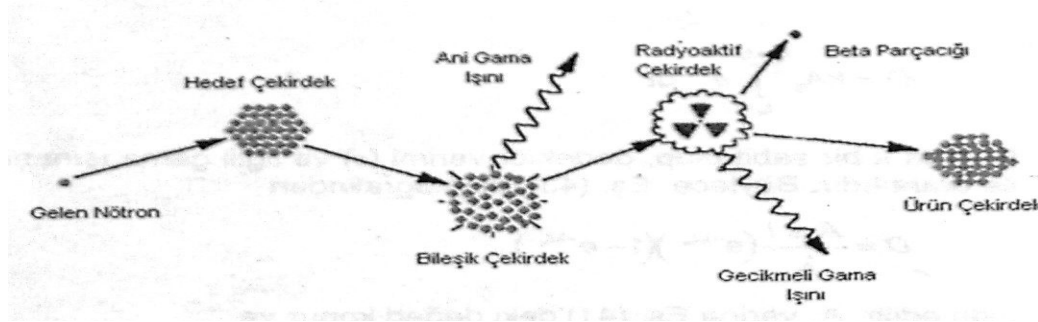
Şekil 8.3. $3 \times 592 \text{ GBq } ^{241}\text{Am-Be}$ Nötron Işınlama Sisteminin Üstten Görünüşü

8.2. Sayım Sistemi

Sayım sistemi, ORTEC DSPEC jr. 2.0 smart birimi ve HPGe dedektörden oluşan bir gama spektrometresidir. HPGe dedektör 68,8 mm çaplı ve 67,9 mm yükseklikli eş eksenli silindirik geometriye sahiptir. Dedektör, +3500 V DC gerilimle çalışmaktadır. ^{60}Co 'ın 1332,50 keV enerjili gama piki için dedektör çözme gücü 1,73 keV, bağıl verimi % 58,4 ve Pik-Compton oranı 75:1'dir.

Spektrometrede alınan gama spektumları, spektrometreyle bağlantılı bir bilgisayar sisteminde bulunan Maestro-32 veya Gamma Vision-32 yazılımlarından birinde değerlendirilmektedir [41].

8.3. Nötron Madde Etkileşmesi



Şekil 8.4. Bir Hedef Çekirdeğin, Gama Işınlarnın Yayınımıyla Son Bulan, Nötron Yakalama Sürecini Gösteren Diyagram [41].

Kararlı çekirdeklerden oluşan bir hedef, bir nötron kaynağından çıkan nötronlarla ışınladığı zaman Şekil 8.4'te verilen modele uygun olarak nötronlar hedef çekirdekler tarafından absorplanır ve kararsız (radyoaktif) çekirdekler oluşur. Radyoaktif çekirdek oluşur oluşmaz bir bozunma olasılığına sahiptir. Bu, bir t süresince hedef çekirdekler nötronlarla ışınlanırken, belli bir reaksiyon hızı ile radyoaktif çekirdeklerin oluşmasının yanında, oluşan radyoaktif çekirdeklerin de belli bir olasılıkla bozunduğu anlamına gelir. Bu söylediklerimizi matematiksel olarak ifade edersek

$$\frac{dN}{dt} = N_0 \sigma \Phi - \lambda N \quad (8.2)$$

denklemini yazılır. Burada λ 'da $\ln 2/T_{1/2}$ eşittir. $T_{1/2}$ 'de yarılanma ömrünü ifade eder. Ayrıca burada denklemin solundaki terim radyoaktif çekirdek oluşum hızı, eşitliğin sağındaki ilk terim reaksiyon hızı ve ikinci terim oluşan radyoaktif çekirdeklerin

bozunma hızıdır ve oluşan radyoaktif çekirdeklerin azaltıcı özelliğe sahiptir. Eşitliğin sağında ilk terimdeki N_0 hedefteki kararlı çekirdeklerin sayısını, σ Bu diferansiyel denklem çözülürse ve başlangıç şartları uygulanırsa, nötronlarda bir t_i ışınlama süresince ışınlanan hedefte

$$N(t_i) = \frac{N_0 \sigma \Phi}{\lambda} (1 - e^{-\lambda t_i}) \quad (8.3)$$

kadar radyoaktif çekirdek oluşur [41].

Oluşan bu radyoaktif çekirdeklerin bir gama spektrometresinde sayımını yapabiliriz. Daha önce radyoaktif çekirdeklerin birim zamandaki bozunma hızına aktivite dendiğini daha önce belirtilmişti. Işınlamanın sona erdiği andaki aktiviteye A_0 denirse Eş. 8.3'ten

$$A_0 = N \times \lambda = N_0 \sigma \Phi (1 - e^{-\lambda t_i}) \quad (8.4)$$

olur. Buna göre ışınlanan hedefin bir t zaman sonraki aktivitesini yeniden

$$A(t) = A_0 e^{-\lambda t} \quad (8.5)$$

yazılabilir. Işınlama sona erdikten sonra spektrometrede sayım başlayıncaya kadar geçen süreyi t_w , spektrometredeki sayım süresini t_c ve herhangi bir gama enerji piki için spektrometreden elde edilen fotopik alanını D ile gösterirsek, fotopik alanı, Eş. 8.5'in $(t_w, t_c + t_w)$ aralığındaki integrali ile orantılı olur:

$$D = k A_0 \int_{t_w}^{t_c + t_w} e^{-\lambda t} dt \quad (8.6)$$

Burada k bir sabit olup, dedektör verimi (ϵ) ve ilgili gama ışını şiddeti (I) ile orantılıdır. Böylece, Eş. 8.6'nın integralinden

$$D = \frac{A_0 \varepsilon I}{\lambda} (e^{\lambda t_w}) (1 - e^{-\lambda t_c}) \quad (8.7)$$

elde edilir. A_0 yerine Eş. 8.4'deki değeri konur ve $N_0 = \frac{m f N_A}{W}$ alınır

$$D = \frac{m f \varepsilon \Phi N_A \varepsilon I}{\lambda W} (e^{-\lambda t_w}) (1 - e^{-\lambda t_c}) (1 - e^{-\lambda t_i}) \quad (8.8)$$

genel (konvansiyonel) aktivasyon eşitliği elde edilir. Burada m hedefin kütlesi, N_A Avogadro sayısı, f hedef elementteki ilgilenilen izotopun izotopik bolluğu ve W ilgili izotopun atomik kütlesidir [41].

8.4. Gama Pik Alanlarının Hesaplanması

Bir gama spektrumundaki pikler genellikle bir normal dağılımla (Gausyen dağılımı) temsil edilirler. Ancak spektrumda birden çok gama ışını olması ve Compton saçılmaları yüzünden pik şekilleri biraz da olsa normal dağılımdan saparlar. Pik alanları genellikle Covell Metodu denen bir metotla hesaplanır. Bir gama spektrumu normal gama pikleri ve doğal fondan oluşur. Doğal fon genel olarak sürekli, pikler ise kesiklidir. Bu yüzden pik kendisi ve doğal fon denen iki bileşen ile temsil edilir. Pikin kendisinin net alanını hesaplamak için bu iki bileşenden oluşan toplam alanda doğal fon alanı çıkarılmalıdır. Bir pikin spektrumdaki görünümü Şekil 8.5.'deki gibidir ve net alan aşağıdaki gibi hesaplanır [42]:

$$D = \sum_{a=u}^v x_a - \left[\left(\frac{A}{B} \right) (B_1 + B_2) \right] \quad (8.9)$$

Burada;

u İlgilenilen fotopikin başlangıç kanal numarası,

v İlgilenilen fotopikin başlangıç bitiş numarası,

A İlgilenilen pikin kapsadığı kanalların sayısı ($A = v - u + 1$),

x_a a. kanaldaki sayma miktarı

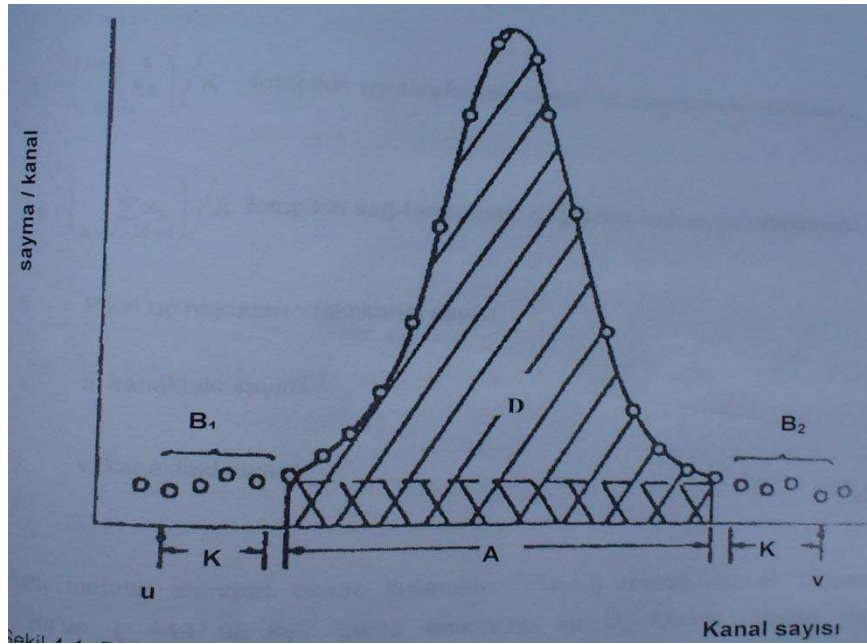
$B_1 = \left(\sum_{a=u}^{u+K-1} x_a \right) / k$ fotopikin sağ tarafındaki doğal fon sayımının ortalaması,

$B_2 = \left(\sum_{a=v-K+1}^v x_a \right) / k$ fotopikin sağ tarafındaki doğal fon sayımının ortalaması,

K Pikin uç noktalarındaki kanal sayısı,

x_u u. kanaldaki sayım,

x_v v. kanaldaki sayım



Şekil 8.5. Pik alanının hesaplanması [42]

9.DENEYSEL ÇALIŞMALAR

9.1. Yapılan Deneyler

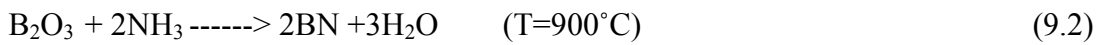
9.1.1.h-BN Sentezleme çalışmaları

Bor nitrür üretiminde ilk olarak bor oksit ve azot gazı 1450-1650°C arasında reaksiyona sokularak sentezlenmeye çalışılmıştır. Bu reaksiyon aşağıda görülmektedir. Bu metod, dünyada bor nitrür üretiminde en yaygın olan prosesdir. Bu prosede önce B₂O₃ ve kömür tozları karıştırılıp bir peletleme diskinde peletlenmektedir. Bu peletler elektrik ısıtmalı bir fırına yüklendikten sonra azot gazı ortamında yaklaşık 2 saat süreyle 1450-1650°C de ısıtılmaktadır. Böylece , aşağıda verilen reaksiyona göre bor oksit, karbon tarafından redüklenmekte ve açığa çıkan B ise derhal azot ile reaksiyona girerek bor nitrür oluşturmaktadır.



Üretilen h-BN’de yaklaşık olarak % 92 BN içermesini beklenmektedir. İçinde safsızlık olarak B₂O₃ ve kül bulunmaktadır. Fırından alınan ürün, içindeki safsızlıkları uzaklaştırılması için, 1/1 oranında karıştırılmış hidroklorik asit / su çözeltisinde liç edilmiştir. Liç çözeltisi disk filtreden geçirilmek suretiyle, bor nitrür filtrede tutulmuştur. Ancak bu metod kullanılarak elde edilen BN saflığı istenilen düzeyde olmamıştır. Bu yüzden başka bir metotta sentezlenmeye çalışılmıştır.

Diğer kullanılan metod bor oksit’in amonyak gazı ile inert bir dolgu malzemesinin (genellikle trikalsiyum fosfat) varlığında 900 °C’de nitrülenmesi ve reaksiyon sonrası saflaştırma ve kristalizasyon amacıyla ısıtıl işlem uygulanması olmuştur [16]. Reaksiyon aşağıdaki gibidir;



Bu metotla da sentezlenen BN istenilen saflıkta ve miktarda olmadığı için, deneylerde kullanılan h-BN Anadolu Üniversitesi Malzeme Müh. Bölümünde sentezlenendir.

9.1.2. h-BN Karakterizasyon çalışmaları

Bundan sonra ilk aşamada temin edilen ticari bor nitrürün karakterizasyonu yapılmış ve bu amaçla XRD (X-Işını Kırınımı), SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu İle Görüntüleme), FTIR spektrometresi sonuçları alınmıştır. Bu sonuçlar literatürdeki hegzagonal bor nitrür sonuçları ile karşılaştırılmıştır.

XRD, SEM ve FTIR spektrometresi analizlerinde genel olarak izlenen yol şu şekilde olmuştur;

1. Analiz edilen numuneler toz halinde kullanılmıştır.
2. Numune 1 gramın üzerinde olacak şekilde çalışılmıştır.
3. Örnek hazırlama sırasında örneğin tutucuya sabitlenmesi ve deney sonunda tutucudan alınma işlemi sırasında bozulma, kirlenme, deformasyon, kırılma, v.b. meydana gelmemesi için özel eldivenle çalışılmıştır.
4. Metal dışı malzeme olduğu için Au-Pd/C kaplanarak iletken hale getirilmiştir.
5. Analiz sonuçları bir CD'ye kaydedilerek, çalışma bitiminde alınmış ve sonuçlar ilgili bölümlerde verilmiştir.

9.1.3. Temizleme işlemi

Çelik disk numuneler işleme alınmadan önce temizleme işlemi uygulanmıştır. Bu işlem şu şekildedir;

1. Disk numune ön temizlemeden geçirildi. Bu işlem saf su kullanılarak yapıldı.
 2. Ultrasonic cleaner cihazında 5 dakika boyunca KarbonTetraKlorür ile yıkandı
- } **

3. Ultrasonic cleaner cihazında 5 dakika boyunca Deiyonize su ile yıkandı. }
4. Ultrasonic cleaner cihazında 5 dakika boyunca aseton ile yıkandı. } **
5. Ultrasonic cleaner cihazında 5 dakika boyunca alkol ile yıkandı. } **
6. Saf sudan geçirilip kurutuldu.

** Bütün bu işlem arasında disk numuneler saf sudan geçirilip kurutulmuştur.

Temizleme işlemi tamamlandıktan sonra çelik disk numuneler her biri hassas terazide tartılarak gramları not edildi. Bu ağırlıklar Bölüm 9.1.6'da verilmiştir.

9.1.4. Hegzagonal Bor Nitrür kaplama çalışmaları

Kaplama yapılan çelik AISI 1040 çeliği olup aynı ölçülerde (2 cm çapında, 0,4 cm kalınlığında) 2 adet çelik disk alınarak biri aynen tutulmuş, diğer çelik diskin komple yüzeyi hegzagonal bor nitrürle kaplanmıştır. Çelik disk numuneler temin edildikten sonra analizi yaptırılmış ve bu analiz AISI 1040 çeliği sertifika değerleri ile kıyaslanmıştır. Yapılan analizler ve kıyaslamalar sonuçlar bölümünde verilmiştir.

Kaplamaya hazır gelen çelik disk numunelerden biri alınarak kaplama işlemine geçilmiştir. Bu aşamadan sonra karışıklığa yol açmamak için Hegzagonal bor nitrür kaplı çelik disk numuneye 2 nolu numune, diğer çelik disk numune 1 nolu numune olarak isimlendirilmiştir.

Kaplama aşamasında ilk olarak Sputtering (püskürtme) yöntemi denenmiştir. Bu kapsamdaki çalışmalar Gazi Üniversitesi Fizik Bölümü bünyesindeki STARLAB laboratuvarlarında yapılmıştır. Ancak hegzagonal bor nitrürün erime sıcaklığının çok yüksek olmasından dolayı istenilen sonuç elde edilememiştir. Burada bulunan cihazla yalnızca bazı elementler için uygun olup, bu yöntemle kaplamada kullanılmaktadır. Bu yöntemle kaplama yapılmak istediği takdirde hegzagonal bor nitrüre uygun aparatlar getirilmesi gerekmektedir.

Ardından gaz ortamda borlama (6.4.4.) yöntemi kullanarak Türkiye Atom Enerjisi Kurumu Sarayköy Nükleer Araştırma Ve Eğitim Merkezi (SANEM) laboratuvarında kaplama yapılmaya çalışılmıştır. Ancak ilk denemede ortaya çıkan sonuçla burada da karşılaşılmış olup bu yüzden istenilen ölçüde kaplama yapılamamıştır.

Bu yöntemlerle istenilen sonucun elde edilememesinden dolayı klasik borlama yöntemi olan katı borlama yöntemi denenmiştir. Yüzeyi borlanacak 2 nolu numune, toz halindeki bor verici ortam içinde 800- 1000°C sıcaklıklarda 2 saat bekletilerek borlama işlemi yapılmıştır. Borlama tozu ısıya dayanıklı çelik saç kutu içine konmuş ve borlanacak 2 nolu numune bu tozun içine gömülmüştür. Bu toz, parçanın tüm yüzeylerinde eşit miktarda olacak şekilde konulmuştur. Potanın ağzı bir kapak ile kapatılarak önceden belirli bir sıcaklığa ısıtılmış fırına konmuş ve fırın kapağı kapatılarak fırın içi sıcaklığı borlama sıcaklığına yükseltilmiştir. Bir süre bekletildikten sonra kutu fırından alınarak soğutulmuş ve parça içinden çıkarılmıştır. Çıkan hegzagonal bor nitrür kaplı numunenin gramı tartılarak not edilmiştir. Katı borlama işlemi Sincan Organize San.Bölgsinde faaliyet gösteren Yeşilyurt Döküm Ltd.Şti. imkanları dahilinde yürütülmüştür.

9.1.5. Fe Elementinin en muhtemel nötron reaksiyonları

Nötron Absorplama Çalışmaları Türkiye Atom Enerjisi Kurumu Sarayköy Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezi (SANEM) nötron çalışmaları laboratuvarında yapılmıştır. Demir elementinin doğada bulunan izotopları ve izotopik bollukları sırasıyla ^{54}Fe (%5,9), ^{56}Fe (%91,52), ^{57}Fe (%2,24), ^{58}Fe (%0,28)' dir. Demir element nötron kaynağına konduğunda doğada bulunan izotopları şu aşağıdaki nötron reaksiyonlarını verebilirler:





Kararlı demir izotoplarının nötronlarla yaptığı bu reaksiyonlara bakıldığında, ilk üç reaksiyonun sadece yüksek enerjili (hızlı) nötronlarla meydana gelmesi mümkündür. (n,p) reaksiyonları eşik reaksiyonlardır. Çekirdek bir nötron yuttuktan sonra, bir yüklü parçacık olan protonu çekirdek potansiyelinden fırlatabilmesi için gelen nötron en azından çekirdeğin Coulomb engelini yüksekliği kadar enerjiye sahip olmalıdır. Dördüncü reaksiyona bakıldığında, reaksiyon sonunda çıkan parçacık bir γ -ışıdır. γ -ışınları yüksüz ve kütesiz olduklarından çekirdek dışına yayınlanabilir. Dolayısı ile bu reaksiyonun meydana gelebilmesi için gelen nötronun belli bir enerjiye sahip olması gerekmez ve bu reaksiyon en fazla yavaş (termal) nötronlarla baskındır. Bor izotoplarından ^{10}B 'nin en önemli nükleer özelliği termal nötronlara karşı çok yüksek absorpsiyon tesir kesitine sahip olması ($\Gamma_a = 3940 \text{ b}$) ve bunun aksine hızlı nötronlara karşı ise neredeyse tamamen geçirgen olmasıdır. Bunun anlamı h-BN ile kaplanmış ve kaplanmamış numunelerde ilk üç reaksiyon aynı hızda vuku bulurken, dördüncü reaksiyonun hızının h-BN kaplanmış numunede daha az olması beklenir. Zira ^{10}B termal nötronları absorplar ve demir çekirdeklerine erişme şiddetini azaltır. h-BN kaplanmamış numunede ise, gelen termal nötron şiddetinde bir azalma olmadığından (n, γ) reaksiyon hızının h-BN kaplanmış numunedekinden daha hızlı olması beklenir.

Demirin kararlı izotopları için en muhtemel nötron reaksiyonları ve bu reaksiyonlar için nükleer parametreler Çizelge 9.1.'de verilmiştir [43-44].

Çizelge 9.1. Kararlı Fe izotoplarının en muhtemel nötron reaksiyonları ve nükleer parametreleri [43-44]

İzotop ve bolluk (%)	Reaksiyon	Tesir Kesiti	Yarı Ömür	Gama Enerjisi, keV	Gama enerjisi şiddeti, I (%)
^{54}Fe (5,8)	$^{54}\text{Fe}(n,p)^{54}\text{Mn}$	472 mb*	312,5 gün	834,83	99,98
^{56}Fe (91,72)	$^{56}\text{Fe}(n,p)^{56}\text{Mn}$	38,8 mb**	2,5885 saat	846,75 1810,72 2113,05	98,87 27,19 14,34
^{58}Fe (0,28)	$^{58}\text{Fe}(n,\gamma)^{59}\text{Fe}$	1,2 mb***	44,496 gün	142,65 192,35 1099,22 1291,56	1,02 3,08 56,5 43,2

*5,71 MeV nötron enerjisinde

**7,72 MeV nötron enerjisinde

***Termal nötronlar için

9.1.6. Işınlama ve sayım hesaplamaları

Hazırlanan h-BN kaplanmış ve kaplanmamış numuneler nötron ışınlama sisteminin termal nötron ışınlama hücrelerine numune ışınlama kılavuzları vasıtasıyla yerleştirildi.

$^{58}\text{Fe}(n,\gamma)^{59}\text{Fe}$ reaksiyonu sonucu oluşan ^{59}Fe çekirdeklerinin yarı ömrü yaklaşık 44,5 gün olduğu için $(1-e^{-\lambda t})$ eşitliği gereğince en azından %15 ^{59}Fe çekirdekleri aktivitesi elde edilmek amacıyla ışınlama süresinin 10 günden daha az olmamasına dikkat edildi. Numuneler için ışınlama, bekleme ve sayım süreleri Çizelge 9.2.'de verilmiştir.

Çizelge 9.2. Numuneler için ışınlama, bekleme ve sayım süreleri

Numune	Işınlama Süresi (saat)	Bekleme Süresi (dakika)	Sayım Süresi (saniye)
Kaplamasız	258	5	200000
h-BN kaplanmış	331	5	200000

Çizelge 9.2.'de belirtilen ışınlama süreleri sonunda numuneler ışınlama sisteminden alınarak, sayım sistemine nakledildi. Numunelerin her ikisi için de bekleme ve sayım süreleri eşit alındı ve bu süreler sırası 5 dakika ve 200000 saniyedir.

Işınlama sürelerinin farklı olmasının nedeni, tek bir sayım sistemi olduğundan bir numunenin sayımı yapılırken, diğer numune de oluşan aktifliğin ölmesi içindir. Yani aktivite kaybını önlemek için, ikinci numunenin ışınlanmasına devam edilmiştir. Ancak ışınlama süresi düzeltmesi yapılmıştır.

Kaplamasız numune 10^{-4} g hassasiyetine sahip dijital terazide tartılarak kütlesi belirlendi ve bu kütle 10,1491 g olarak ölçüldü. h-BN kaplanmış numune ise kaplama işlemi yapılmadan önce ve kaplama işlemi yapıldıktan sonra aynı terazide ayrı ayrı tartılarak kütleler kaydedildi. Bu kütleler sırası ile 11,7859 ve 11,9003 g'dır.

Sayım sisteminde sayımı yapılan numunelerin ayrı ayrı gama spektrumları alındı. Alınan gama spektrumlarında $^{54}\text{Fe}(n,p)^{54}\text{Mn}$, $^{56}\text{Fe}(n,p)^{56}\text{Mn}$ ve $^{58}\text{Fe}(n,\gamma)^{59}\text{Fe}$ reaksiyonlarından ileri gelen ve Çizelge 9.1.'de verilen gama ışını piklerinin hepsini gözlemledik. Ancak biz sadece borun termal nötron absorplama yeteğini araştırdığımız için $^{58}\text{Fe}(n,\gamma)^{59}\text{Fe}$ reaksiyonu sonucu yayınlanan $E_\gamma = 142,65$ keV, $E_\gamma = 192,35$ keV, $E_\gamma = 1099,22$ keV ve $E_\gamma = 1291,56$ keV enerjileriyle ilgilenmemiz gerekir. En şiddetli ^{59}Fe gama enerjisi 1099,22 keV olduğundan, ölçümlerimizde 1099,22 keV enerjili gama pikini kullandık.

h-BN nötron absorpsiyon yeteneğini belirlemek için kaplamasız ve h-BN kaplanmış numunelerin nötron aktivasyonu sonucu alınan gama spektrumlarının 1099,22 keV enerjili gama pik alanlarının karşılaştırmamız gerekir. Bunun için gama pik alanlarına karşılık gelen Eş. 8.8. bir kere kaplamasız numuneden elde edilen pik alanı, bir kere de h-BN kaplanmış numuneden elde edilen pik alanı için yazıp kendi aralarında oranlamamız gerekir. Kaplamasız ve h-BN kaplanmış numuneler için sırasıyla,

$$D_1 = \frac{m_1 f \varepsilon \Phi N_A \varepsilon I}{\lambda W} (e^{-\lambda t_{w,1}}) (1 - e^{-\lambda t_{c,1}}) (1 - e^{-\lambda t_{i,1}}) \quad (9.7)$$

$$D_2 = \frac{m_2 f \varepsilon \Phi N_A \varepsilon I}{\lambda W} (e^{-\lambda t_{w,2}}) (1 - e^{-\lambda t_{c,2}}) (1 - e^{-\lambda t_{i,2}}) \quad (9.8)$$

eşitlikleri yazılabilir. Burada $t_{w,1} = t_{w,2}$ ve $t_{c,1} = t_{c,2}$ olduğunda ve kütleler dışında diğer nükleer parametreler de aynı olduğundan, bu eşitliklerde sadece ışınlama süresi ve kütle normalizasyonu yapılması gerekmektedir. Çelik numuneler %98,349 oranında demir içermektedir. Böylece kaplamasız numunenin demir kütlesi $m = 9,9815$ g ve h-BN kaplanmış numunenin demir kütlesi $m = 11,7038$ g 'dır. Eş. 9.7 ve Eş. 9.8'in sağ tarafları ve ışınlama normalizasyonu yapıldığında,

$$\begin{aligned} \frac{m_1 (1 - e^{-\lambda t_{i,1}})}{m_2 (1 - e^{-\lambda t_{i,2}})} &= \frac{1}{1,173} \times \frac{1}{1,254} \\ &= \frac{1}{1,471} \end{aligned}$$

elde edilir. Dolayısı ile kaplamasız numuneden elde edilen $E_\gamma = 1099,22$ keV pik alanına normalize etmek için kaplamasız pik alanını $k = 1,471$ normalizasyon katsayısı ile çarpmamız gerekir. Kaplamasız ve h-BN kaplanmış numunelerden elde edilen $E_\gamma = 1099,22$ keV pik alanlarının spektrumdan alınan değerleri sırası ile;

$D_1 = 28349$ ve $D_2 = 39430$ 'dır.

Ayrıca bu verilerin spektrum görüntüleri Resim 10.8. ve Resim 10.9’da verilmiştir. Normalizasyon işlemi yapıldığında;

$$\frac{D_{1,nor}}{D_{2,nor}} = \frac{28349 \times 1,471}{39430}$$

$$= 1,058$$

olarak bulunur.

9.2. Kullanılan Cihazlar

- ⊗ Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntülemede kullandığımız JEOL JBM 7000P’dir. TAEK- Türkiye Atom Enerjisi Kurumu Işınlama laboratuvarındaki SEM ile, metal malzemelerde yapılabilecek her türlü katkı ve faz değişimleri, Metal-metal, iletken-yarı iletken, yarı iletken-yarı iletken tabakaların kontak yapıları, kristal yapıların kontak yapıları, Biyoteknolojik numunelerin incelenmesi yapılabilmektedir. Ayrıca tozların, seramik ve diğer malzemelerin yüzey ve kesitlerinin, yüksek büyütme oranları ile (x500.000’e kadar) morfolojik ve kimyasal analizi için kullanılmaktadır. SEM’e numune hazırlama seti Resim 9.1’de verilmiştir.



Resim 9.1. SEM için numune hazırlama seti

- ⊗ Malzeme yüzeyi ve kesitinde bulunan her türlü hatalar (örneğin sır yüzeyinde bulunan siyah nokta, pinhole ve diğer hatalar) rahatlıkla incelenebilir ve nano boyutunda bölgelerin kimyasal analizleri, faz haritalaması, renkli kompozisyon görüntülemesi vb. yapılabilir. İkincil elektron ve geri saçılan elektron görüntü sistemi taramalı elektron mikroskobu; tamamen bilgisayar kontrollü, dijital işlemcili ve bor-uranyum arası tüm elementleri kapsayan EDX sistemi ile noktasal ve genel element analizi yapılır. Kullanılan SEM cihazının görüntüsü Resim 9.2’de verilmiştir.



Resim 9.2 SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu İle Görüntüleme) Cihazı

- ⊗ Çalışmalarımızda kullanılan XRD cihazı, TAEK-Sarayköy Nükleer Araştırma Merkezi Müdürlüğü Işınlama laboratuvarında bulunan Bruker D8 Advance difraktometresidir. X-Işını Kırınımı (X-Ray Diffractometer-XRD) cihazı ile polikristal yapı analizi yapılabilmektedir. Bakır hedefli X-ışını

tüpüne sahip bu cihaz ile, (-180°C ile +1600 °C) sıcaklık aralığında, malzemelerin faz analizleri ve kristal yapı çözümlemesi çalışmaları yürütülmektedir. Çalışmalarımız esnasında kullanılan XRD cihazı Resim 9.3'te görülmektedir.



Resim 9.3. XRD cihazı, Bruker D8 Advance difraktometresi

⊗ FT-IR, FT-Raman Spektrometre ve IR Mikroskop

Kullanılan cihaz Perkin Elmer Spektrum 100 FT-IR Spectrometer cihazıdır. FTIR analizleri TAEK-Sarayköy Nükleer Araştırma Merkezi Müdürlüğü

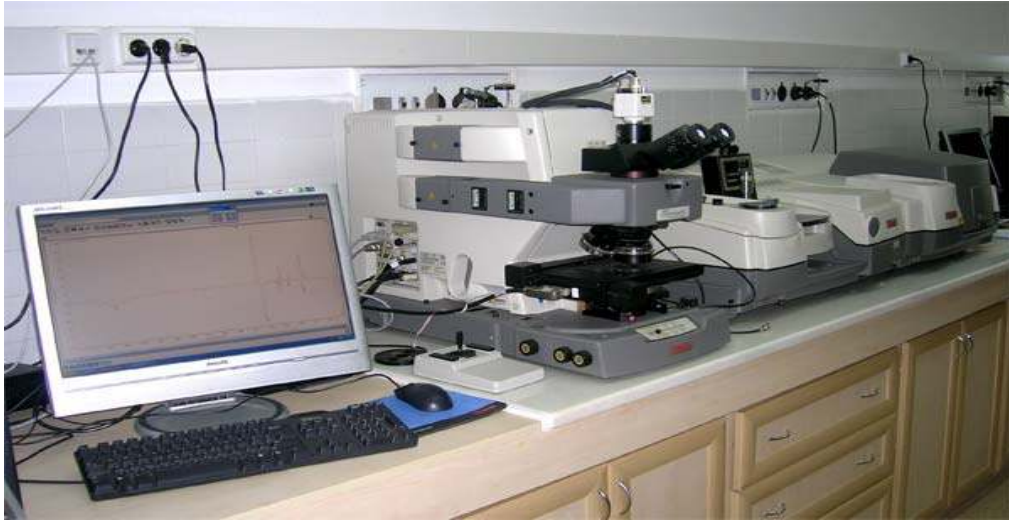
Işınlama laboratuvarında bünyesinde gerçekleştirilmiştir. Bu cihazla analiz edilen spektral bölgeler ;

- Yakın infrared (NIR-IR)
- Orta infrared (MID-IR)
- Uzak infrared (FAR-IR)

Mevcut Aksesuarları;

- ATR aksesuarı (CCD Kamera ile istenilen noktanın ATR spektrumu, Yüzey karakterizasyonu, Film-plaka yüzey analizi, Boyalar, Kauçuk, Kaplamalar)
- Fotoakustik aksesuarı (Toz ve Karbon siyahı katkılı örnekler, Çözücü adsorpsiyonu ve Kimyasal yapı tayini)
- Sıyırma açısı aksesuarı (Smart apertured grazing angle) (Yansıtıcı ince yüzey kaplamaları, Metal üzerine absorpsiyon)
- Difüz yansıma (Diffuse reflectance) aksesuarı (Çözücü adsorpsiyonu ve Kimyasal yapı tayini)
- Polimer gerilimi ölçme (Polymer stretching) aksesuarı
- Çift yönlü ve sıcaklık kontrollü koşullandırma hücresi (Dual environmental chamber for smart collector-Temperature controller)
- Sıcaklık kontrollü sabit kalınlıkta film hazırlama seti
- FT-Raman görüntüleme aksesuarı (Katı ve sıvı örneklerin CCD kamera ile görüntü analizi)

Kullanılan cihaz Resim 9.4'te verilmiştir.



Resim 9.4. Perkin Elmer Spektrum 100 FT-IR Spectrometer cihazı

- ⊗ Çelik disk numunelerin temizlenmesinde kullanılan cihaz Bondolin Sonorex' ait Ultrasonic Cleaner cihazıdır. Bu cihaz Resim 9.5'te verilmiştir.



Resim 9.5. Bondolin Sonorex' ait Ultrasonic Cleaner cihazı

Kaplama aşamasında ilk olarak Sputtering (püskürtme) yöntemi denenmiştir. Laboratuvardaki 3" alttaşlara püskürtme yapabilen püskürtme sistemi bulunmaktadır. Sistem, yalıtkan kaplamalar yapmak için 2 RF püskürtme kaynağı, metal kaplamalar yapmak için 3 magnetron püskürtme kaynağına sahiptir. Sistem iki vakum odasından oluşmaktadır. Giriş odasında yükleme magazini ve ters püskürtme sistemi vardır. Ters püskürtme, plazma ile yüzeyden aşındırma yaparak yüzey temizliği sağlamada kullanılır. İkinci oda ise silindirik biçimli olup, püskürtme kaynakları ve silindirik koordinatlarda hareket edebilen numune tutacağından oluşmaktadır. Sistemin temel basınç değeri 10-8 mbar civarındadır. Sistemde çeşitli maskeler kullanarak kaplama işlemi yapılabilir. Reaktif gazların kullanımıyla ZnO, TiO₂, TiNO temelli malzemeler büyütüle bilmektedir. Sputtering (püskürtme) cihazının görünüşü Resim 9.6'da verilmiştir.



Resim 9.6. Sputtering (püskürtme) cihazı

- ⊗ Gaz ortamda borlama işlemi için kullanılan cihaz 1970 İngiliz yapımı Edward cihazıdır. TAEK-Sarayköy Nükleer Araştırma Merkezi Müdürlüğü Malzeme laboratuvarında bu çalışma gerçekleştirilmiştir. Bu işlem sırasında kullanılan cihazın ve kontrol panelinin görüntüsü Resim 9.7 ve Resim 9.8’te verilmiştir.



Resim 9.7. Edward cihazı



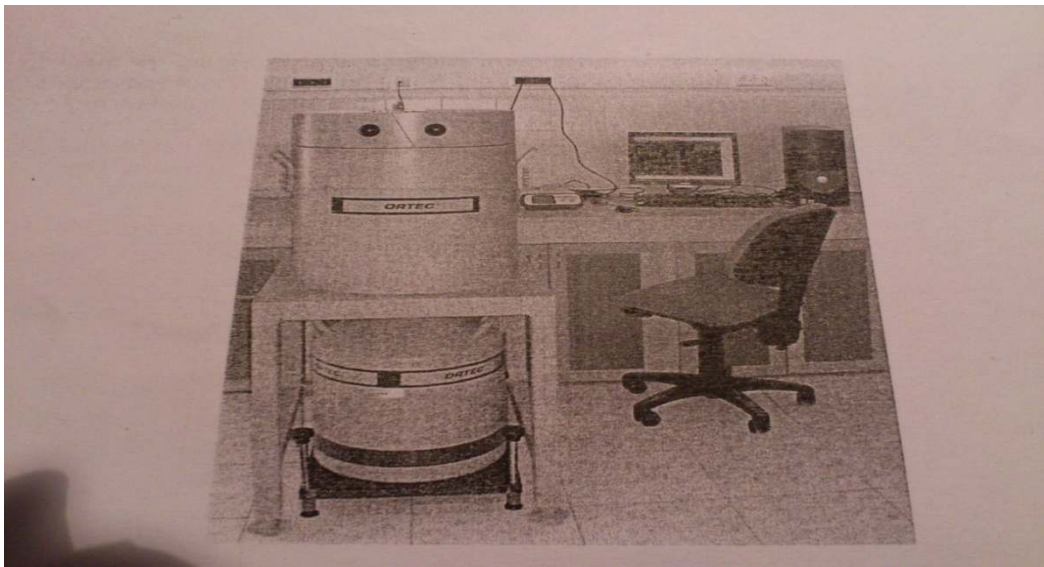
Resim 9.8. Edward cihazı kontrol panel

⊗ ^{241}Am -Be İzotopik Nötron Kaynağı

^{241}Am -Be İzotopik Nötron Kaynağı ve sayım sisteminde kullanılan gama spektrometresinin fotoğrafları Resim 9.9 ve Resim 9.10'da verilmiştir.



Resim 9.9. ^{241}Am -Be İzotopik Nötron Kaynağı

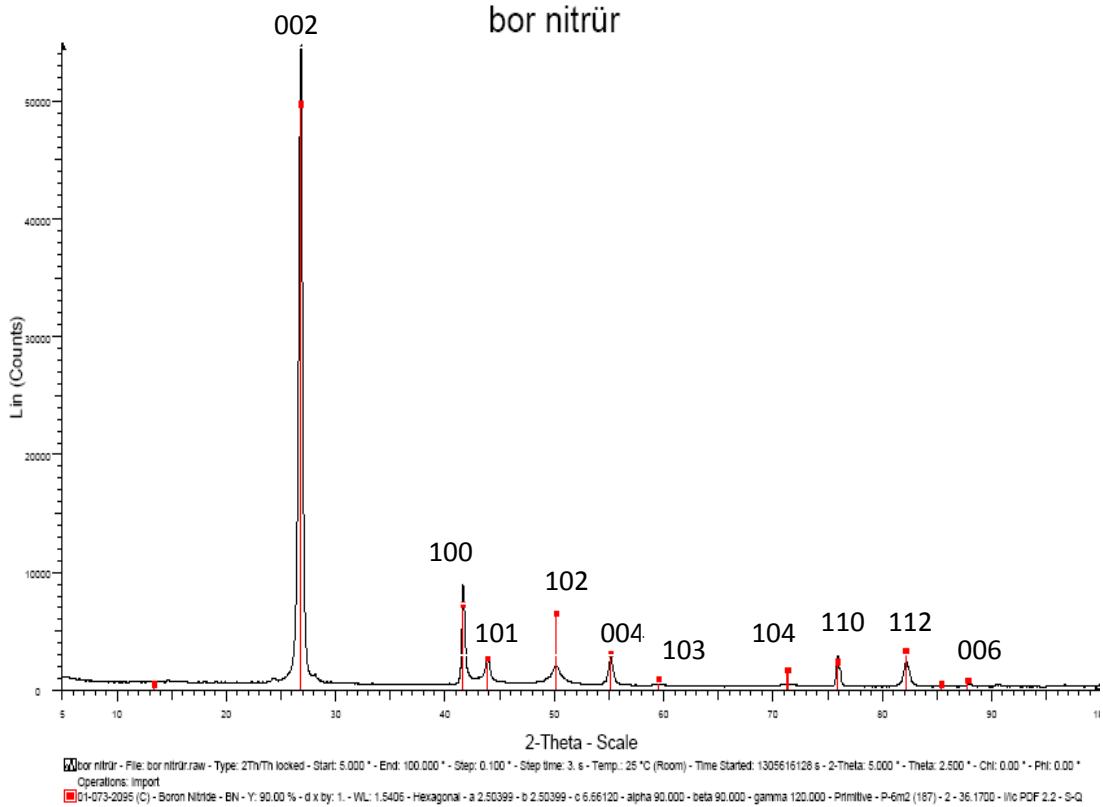


Resim 9.10. İzotopik Nötron Kaynağı Sayım sistemi ve gama spektrometresi

10.SONUÇLAR VE ÖNERİLER

10.1. XRD Sonuçları

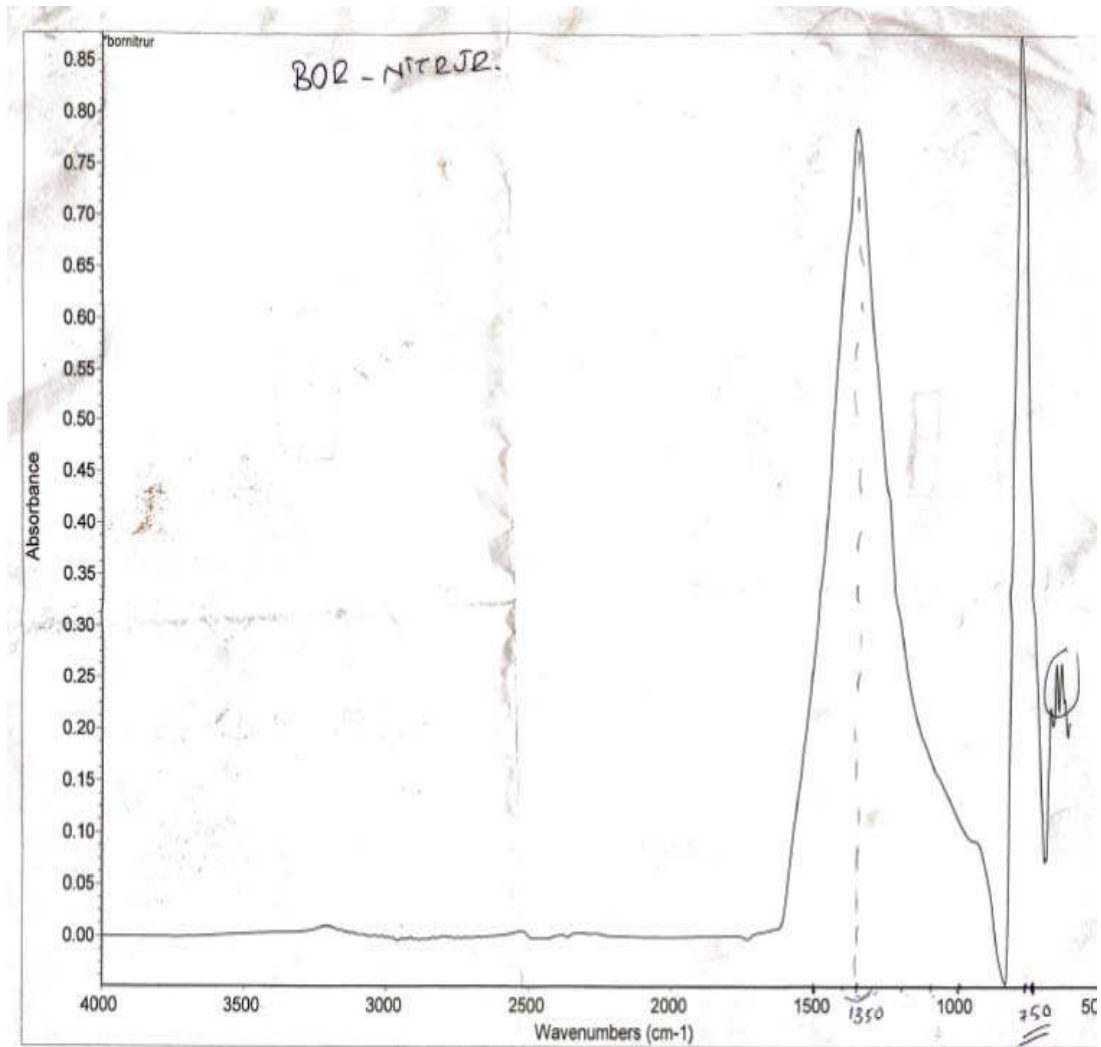
Numuneye ait XRD sonuçları Şekil 10.5'te verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi siyah çizgi numunemize ait pikler olup, kırmızı çizgiler ise programda kayıtlı olan h-BN ait literatürdeki pikleri vermiştir. Bu şekilde 2teta açısına karşı çizilen değerleri göstermektedir. Burada görüldüğü üzere (002), (100), (101), (004), (103), (104), (110), (112) ve (006) yansımaları birebir eşleştikten tam kristal yapıda yüksek saflıkta h-BN elde edildiği tespit edilmiştir. Ayrıca (100) ve (101) piklerinin tamamen ayrılamamış olup yarı-kristal yapı olan turbostratik BN'den hegzagonal BN yapısına geçiş sağlandığı görülmektedir. [45,46,47,48].



Şekil 10.1. Numuneye ait XRD çıktısı

10.2. FTIR Sonuçları

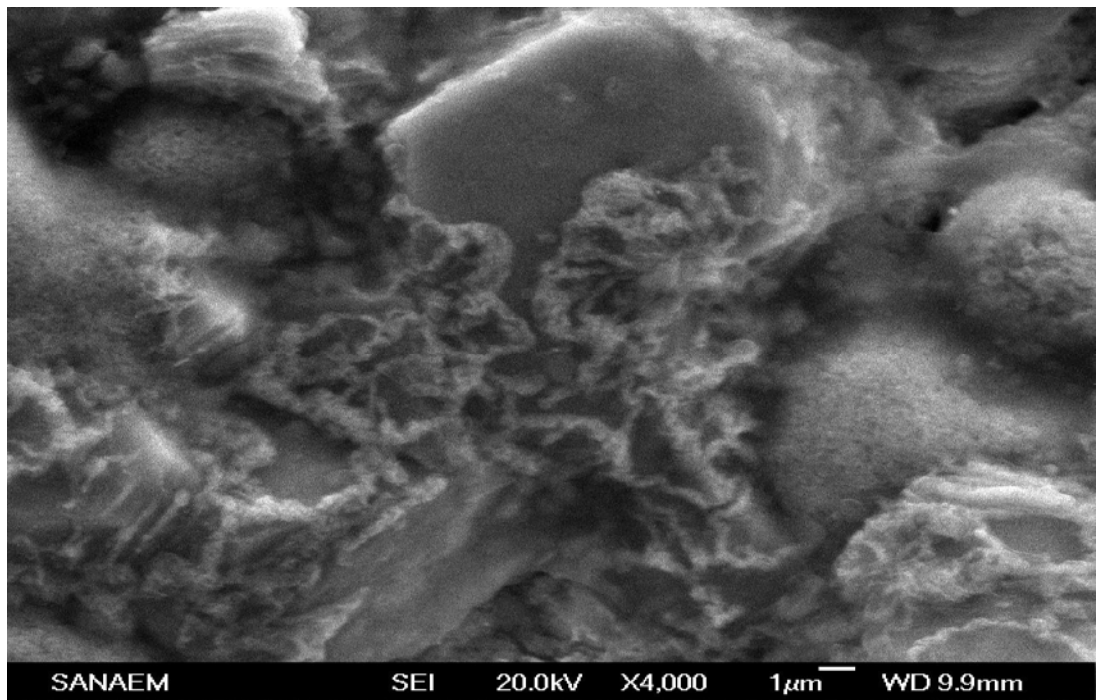
Numunemize ait FTIR sonuçları Şekil 10.2.'de verilmiştir. Burada görüldüğü üzere 1335 cm^{-1} ve 760 cm^{-1} geçirgenlik bandı dolayında iki kuvvetli karakteristik pik tespit edilmiştir. 1335 cm^{-1} dolayındaki pik sp^2 bağlarından ve 760 cm^{-1} dolayındaki pik ise B–N–B bağlarındaki titreşimlerden kaynaklanmaktadır. Bu sonuçlarla literatürde tespit edilen 1380 cm^{-1} ve 814 cm^{-1} deki dalga aralığına oldukça yakın değerler tespit edildiğinden sonuçlara uyum sağlanmıştır [45,49,50,51].



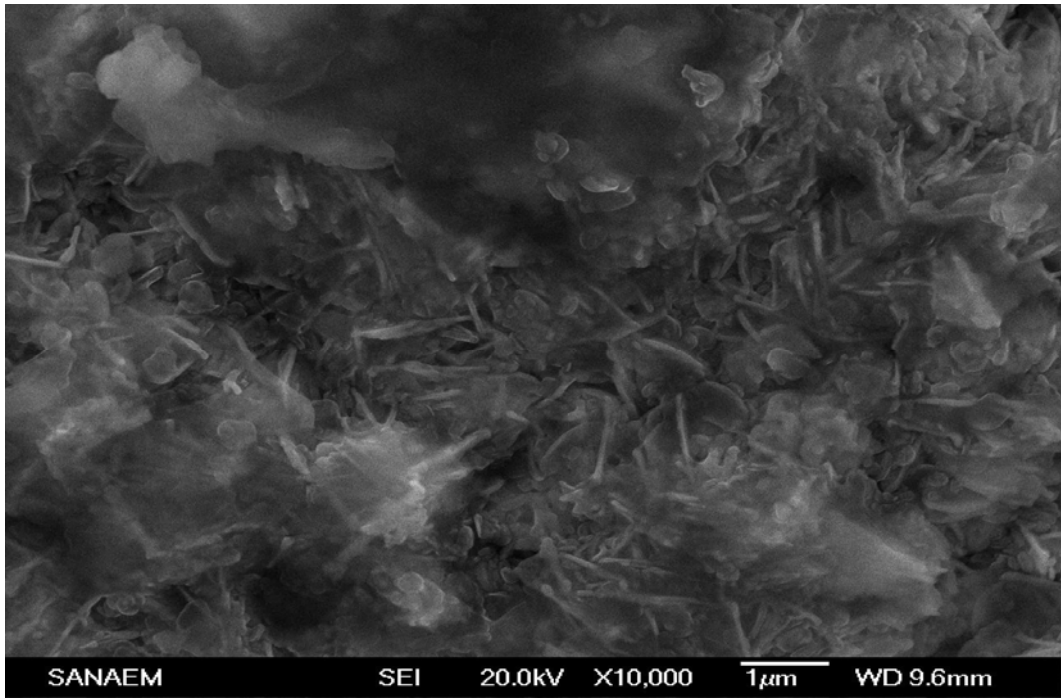
Şekil 10.2. Numuneye ait FTIR çıktısı

10.3. SEM Sonuçları

Numunemize ait Taramalı elektron mikroskop görüntüleri Resim 10.1. ve Resim 10.2.'de verilmiştir. Görüntüler incelenecek olursa aglomeralar içeren tabakalı bir yapılar ve kristalize tabakalı bir yapılar görülmektedir. Ayrıca tabakaların ana tabaka yüzeyine paralel olduğu tespit edildi [16].

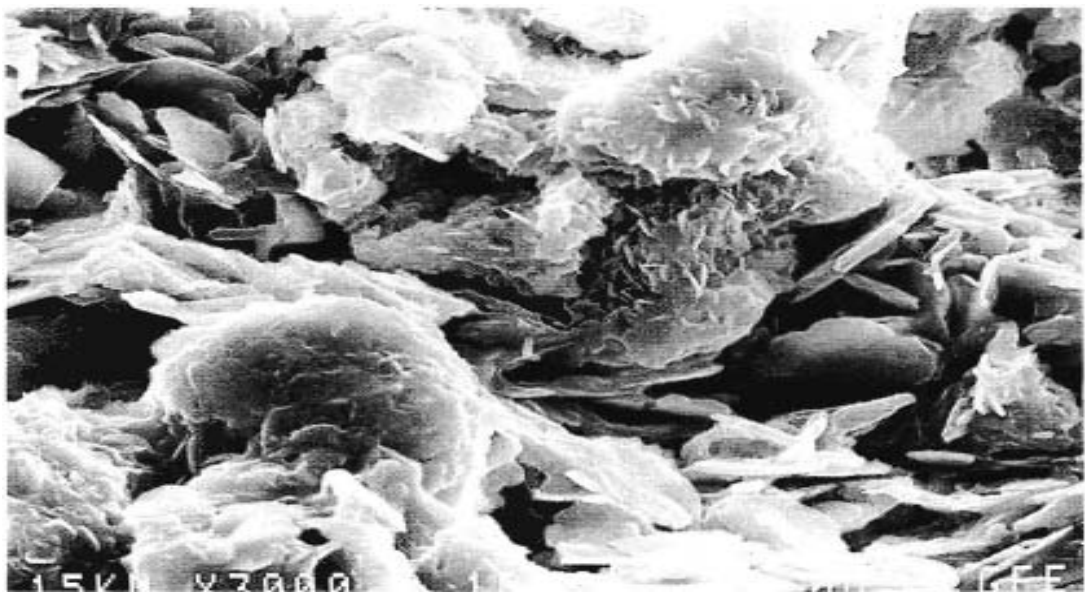


Resim 10.1. Numuneye ait SEM görüntüsü

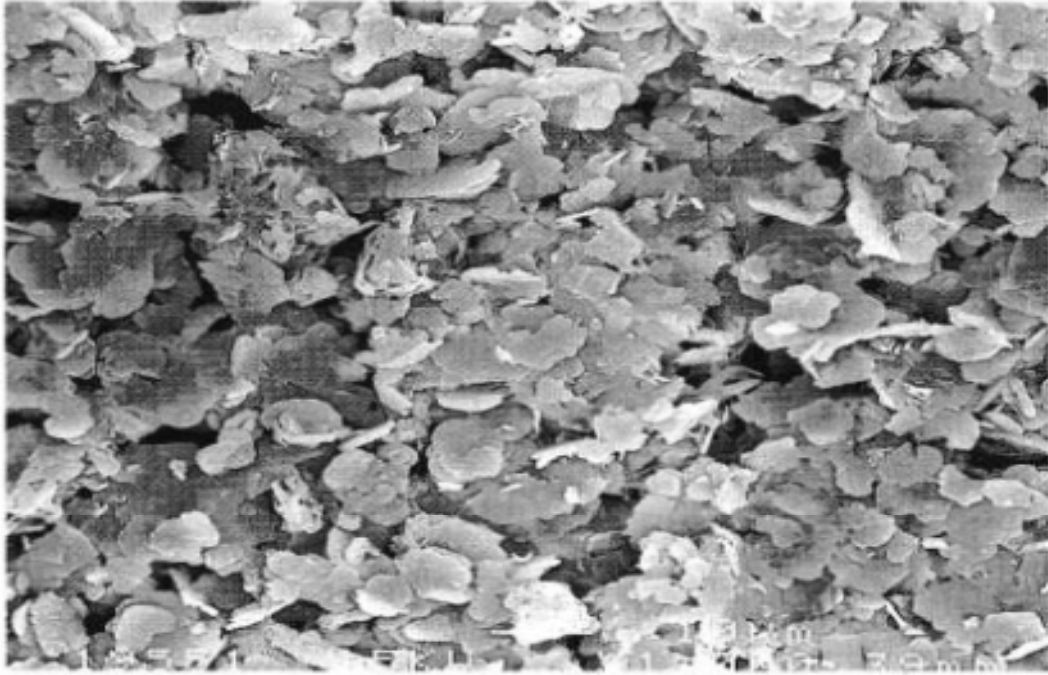


Resim 10.2. Numuneye ait SEM görüntüsü

Bu görüntüleri literatürden elde ettiğimiz h-BN görüntüleri ile karşılaştırsak görüntülerin benzer yapıları gösterdiği görülecektir [22]. Literatürden elde ettiğimiz görüntüler Resim 10.3. ve Resim 10.4.'te verilmiştir.



Resim 10.3. h-BN SEM görüntüsü [48]



Resim 10.4. h-BN SEM görüntüsü [48]

Nükleer reaktörlerde önemli bir husus olan nötron yakalamada kullanılan zırhlama malzemelerinden olan çelik ve benzeri kurşun kaplamalarda bor türevlerinin kullanışlı olması sebebiyle bu çalışmada AISI 1040 çeliğine h-BN kaplaması yapılmıştır [52].

10.4. AISI 1040 Çelik Numune Sonuçları

Kaplama yapılacak çelik AISI 1040 çeliği seçilmiştir. Bunun sebebi ise bu çeliğin işlenebilirliğinin kolay olması, endüstride çok miktarda ve kolay bulunabilmesidir. Çelik disk numuneler temin edildikten sonra analizi yaptırılmıştır. Çelik disk numunelerimize ait analiz sonuçları Şekil 10.3'te verilmiştir.

Quantification of sample AISI 1040

R.M.S.:	0.001
Sum before normalization:	39.9 %
Normalised to:	100.0 %
Sample type:	Solid
Correction applied for medium:	No
Correction applied for film:	None
Results database:	iq+
Results database in:	c:\program files\panalytical\superq\userdata

Analyte	Calibration status	Compound formula	Measured (kcps)	Used (kcps)	Concentration (%)	Calculation method
<C>	Not Found	C	0.000	0.000	0.415	Fixed
Si	Calibrated	Si	0.833	0.833	0.170	Calculate
P	Calibrated	P	0.242	0.242	0.014	Calculate
S	Calibrated	S	0.189	0.189	0.011	Calculate
K	Calibrated	K	0.034	0.034	0.005	Calculate
Cr	Calibrated	Cr	0.094	0.094	0.013	Calculate
Mn	Calibrated	Mn	3.728	3.728	0.888	Calculate
Fe	Calibrated	Fe	378.969	378.969	<u>98.349</u>	Calculate
Ni	Calibrated	Ni	0.060	0.060	0.044	Calculate
As	Calibrated	As	0.328	0.328	0.042	Calculate
Cu	Calibrated	Cu	0.076	0.076	0.050	Calculate

Şekil 10.3. Çelik Numuneye ait analiz değerleri

Yapılan bu analiz AISI 1040 çeliği sertifika değerleri ile kıyaslanmıştır. AISI 1040 çeliğine ait sertifika değerleri Şekil 10.4'te verilmiştir.

IPT

Instituto de Pesquisas Tecnológicas

1/2

CERTIFICATE OF REFERENCE MATERIAL N° 0732**PLAIN CARBON STEEL (AISI 1040)****IPT 14A**

This reference material is used for the calibration of apparatus, for the assessment of the accuracy of a measurement method and to demonstrate the chemical traceability in classical and instrumental analysis.

Plain Carbon Steel (with addition of copper) and NBR 6006-80, ASTM A510-82, SAE J403g e AISI specification, designated as 1040.

This material is in the form of chip, sized between 0,600 mm and 0,840 mm sized openings (20 and 30 mesh).

ELEMENT		C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
CERTIFIED VALUES ¹ (%)		0,415	0,292	0,699	0,029	0,036	0,278	0,104	0,100	0,029
CONFIDENCE INTERVAL LIMITS ² (%)	HIGHER	0,417	0,296	0,704	0,031	0,039	0,280	0,108	0,104	0,033
	LOWER	0,412	0,289	0,694	0,027	0,033	0,276	0,101	0,096	0,026
METHOD OF ANALYSIS		DIRECT COMBUSTION (INFRARED)	GRAVIMETRY (DEHYDRATION WITH PERCHLORIC ACID)	TITRIMETRY (PERMANGANATE-ARSENITE)	TITRIMETRY (ACID - BASE TITRATION)	DIRECT COMBUSTION (INFRARED)	FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY	FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY	FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY	FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY
RESULTS		0,418	0,294	0,695	0,029	0,038	0,278	0,104	0,096 ^g	0,030 ⁱ
		0,414	0,296	0,699	0,031	0,035	0,276	0,106 0,108 ^a	0,097 0,096 ^g	0,033 ^j
		0,413	0,292 0,287 ^a	0,704	0,027 ^a	0,033	0,278	0,101 ^f	0,103	0,031
		0,415	0,294 ^a	0,694 ^b	0,028	0,035	0,279	0,106	0,105	0,027
		0,414	0,292	0,702 ^c	0,031 ^a	0,039	0,279 ^d	0,100	0,103 ^h	0,026

¹The certified value is the best estimate of the true value, and is based on the grand mean of the means of six determinations, performed by each laboratory that participated of the Collaborative Certification Program.

²The uncertainty of the certified values and the limits of the confidence intervals were calculated using Student t distribution, with 95% confidence level (in conformance with ISO Guide 35 -1989 - Certification of Reference Materials - General and Statistical Principles - International Organization for Standardization).

Additional Information: The laboratories determined the content of soluble aluminum using Flame Atomic Absorption Spectrometry resulting in the mean value of 0,009% as soluble Al.

ANALYTICAL METHODS

- a. UV-Visible Spectrophotometry (molybdenum blue)
- b. Flame Atomic Absorption Spectrometry
- c. UV-Visible Spectrophotometry (periodate)
- d. Titrimetry (iodide-thiosulfate)
- e. Gravimetry (dimethylglyoxime)
- f. UV-Visible Spectrophotometry (dimethylglyoxime)

- g. Titrimetry (ferrous ammonium-permanganate)
- h. UV-Visible Spectrophotometry (diphenylcarbazide)
- i. UV-Visible Spectrophotometry (thiocyanate - stannous chloride / buthyl acetate)
- j. Gravimetry (alpha-benzoinoxime)

Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A. - IPT - Cidade Universitária - CEP 05508-901 - São Paulo - SP
ou Caixa Postal 0141 - CEP 01064-970 - São Paulo - SP - Telefone (011) 3767-4000 - Fax (011) 3767-4099 - www.ipt.br
Serviço de Atendimento ao Cliente - SAC - Tels.: (011) 3767-4126 e 3767-4166

Şekil 10.4. Çelik Numuneye ait sertifika değerleri

Disk numunelerdeki element değerlerinin sertifika değerleri içinde kaldığı görülmüş, çelik disk numunelerimizin çalışma yapmak için uygun olduğu tespit edilmiştir.

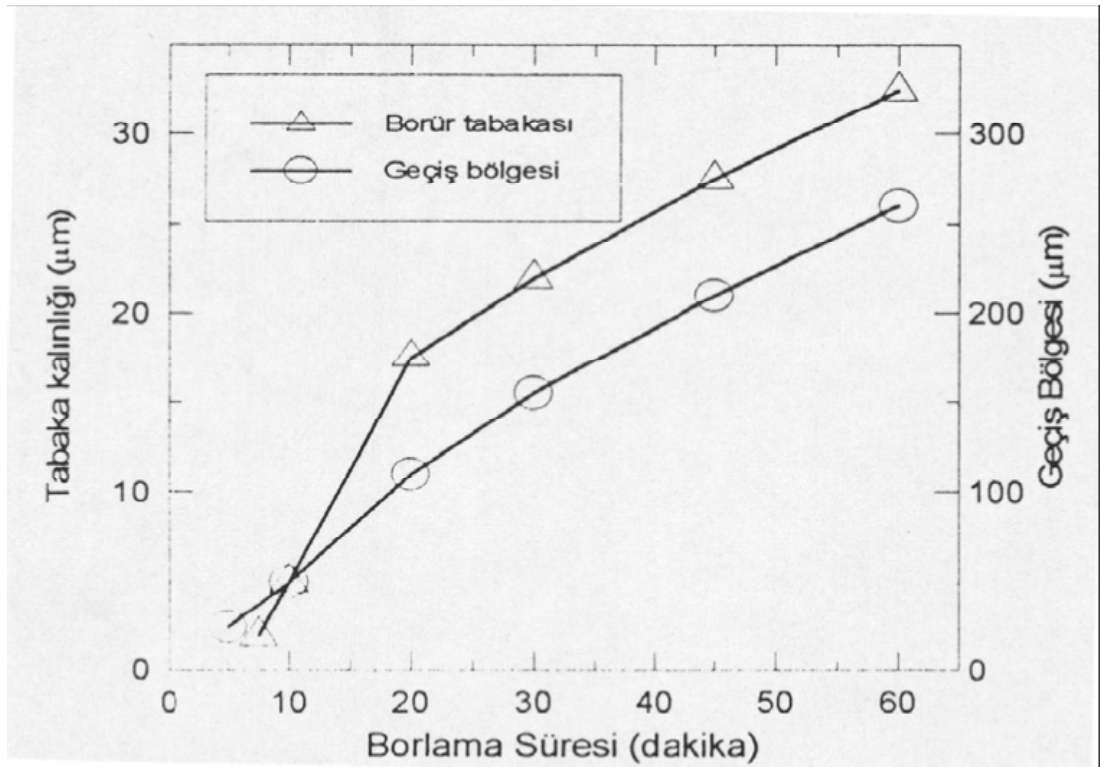
10.5. h-BN ile Kaplama İşlemi Sonuçları

Yüzeyi borlanacak 2 nolu numune, toz halindeki bor verici ortam içinde 890- 900°C sıcaklıklarda sabit tutularak 1 saat bekletilmiş ve çelik disk numune üzerine borlama işlemi yapılmıştır. Resim 10.5’de. borlama işlemi yapılan fırının görüntüsü verilmiştir. hBN tozu, çelik disk numunenin tüm yüzeylerinde eşit miktarda olacak şekilde konularak borlama işlemi yapılmıştır.



Resim 10.5. Borlama işlemi yapılan fırının görüntüsü

Sonuç olarak disk numunemiz borla kaplanarak, Şekil 10.5.’te görüldüğü üzere yapılan borlama işleminde kalınlığın yaklaşık olarak 35 μm olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 10.5. Fe₂B ve Geçiş Bölgesi Kalınlığının Borlama Süresi ile Değişimi [53]

10.6. Hegzagonal Bor Nitridin Nötron Absorplama Sonuçları

Kaplamasız ve h-BN kaplanmış numunelerin termal nötronlarla ışınlaması ile $^{58}\text{Fe}(n,\gamma)^{59}\text{Fe}$ reaksiyonu sonucu oluşan ^{59}Fe radyoaktif çekirdeklerinin yayınladığı en şiddetli gama ışını enerjilerinden 1099,22 keV ve 1291,56 keV enerjili gama ışını pikleri ve bu piklere ait karakteristik değerler (pik enerjisi, pik alanı doğal fon değeri, vb.) Resim 10.6., Resim 10.7., Resim 10.8. ve Resim 10.9.'da verilmiştir. Deneylerin değerlendirmesinde en şiddetli pik olan 1099,22 keV enerjili pikin alanları kullanılmıştır.

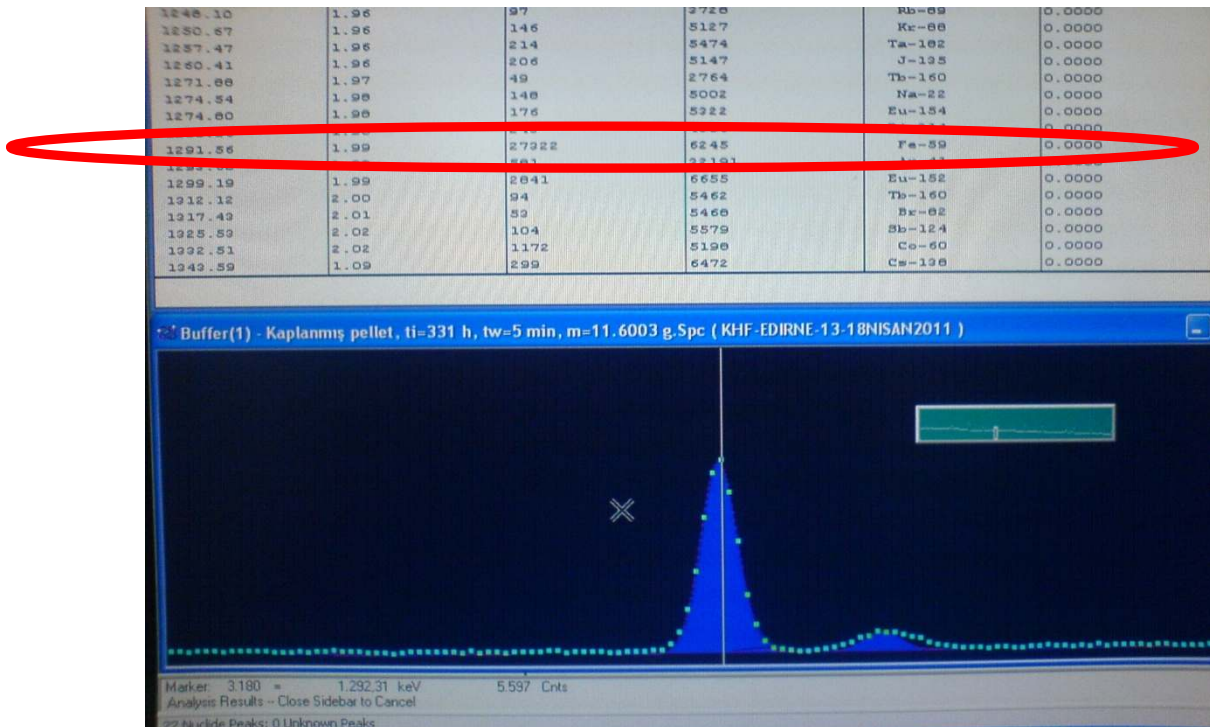
Bu resimlerdeki verilerin 3. sütunları net pik alanlarını vermektedir. Görüldüğü gibi 1099,22 keV gama enerjisinde kaplamasız numune için net pik alanı $d = 28349$ ve h-BN kaplanmış numune için net pik alanı $D = 39430$ değerlerine sahiptir. Kaplamasız ve h-BN kaplanmış numuneler için D pik alanlarına karşılık gelen Eş. 8.8.'deki bütün nükleer parametreler aynı olmakla beraber, ışınlama süreleri ve demir kütleleri

farklıdır. Bu yüzden bu eşitlik kaplamasız ve h-BN kaplanmış numuneler için ayrı ayrı yazılarak oranlandı ve kaplamasız numune h-BN kaplanmış numuneye normalize edildi. Bir başka ifade ile kaplamasız numune için kütle ve ışınlama süreleri birim kabul edilerek h-BN kaplanmış numunenin bu birimler cinsinden değerleri tespit edildi ve bu değerler kütle ve ışınlama süreleri için sırasıyla,

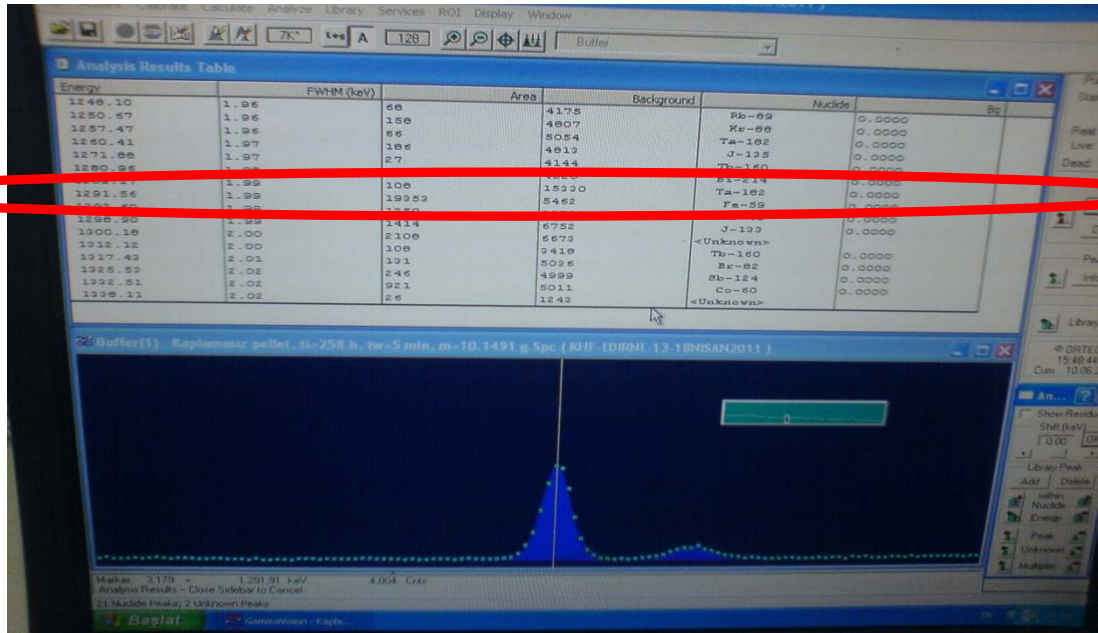
$$\frac{m_1}{m_2} = 1,173$$

$$\frac{(1 - e^{-\lambda t_{i,1}})}{(1 - e^{-\lambda t_{i,2}})} = 1,254$$

olarak belirlendi. Kaplamasız numuneden elde edilen $D = 28349$ pik alanı, bu kütle ve ışınlama süresi normalizasyon katsayıları ile çarpılarak h-BN kaplanmış numuneye normalleştirildi ve $D_{1,nor} = 41701$ elde edildi. Böylece artık her iki alan da h-BN kaplanmış numunenin pik alanı cinsindendir ve birbirlerine oranlanabilirler.

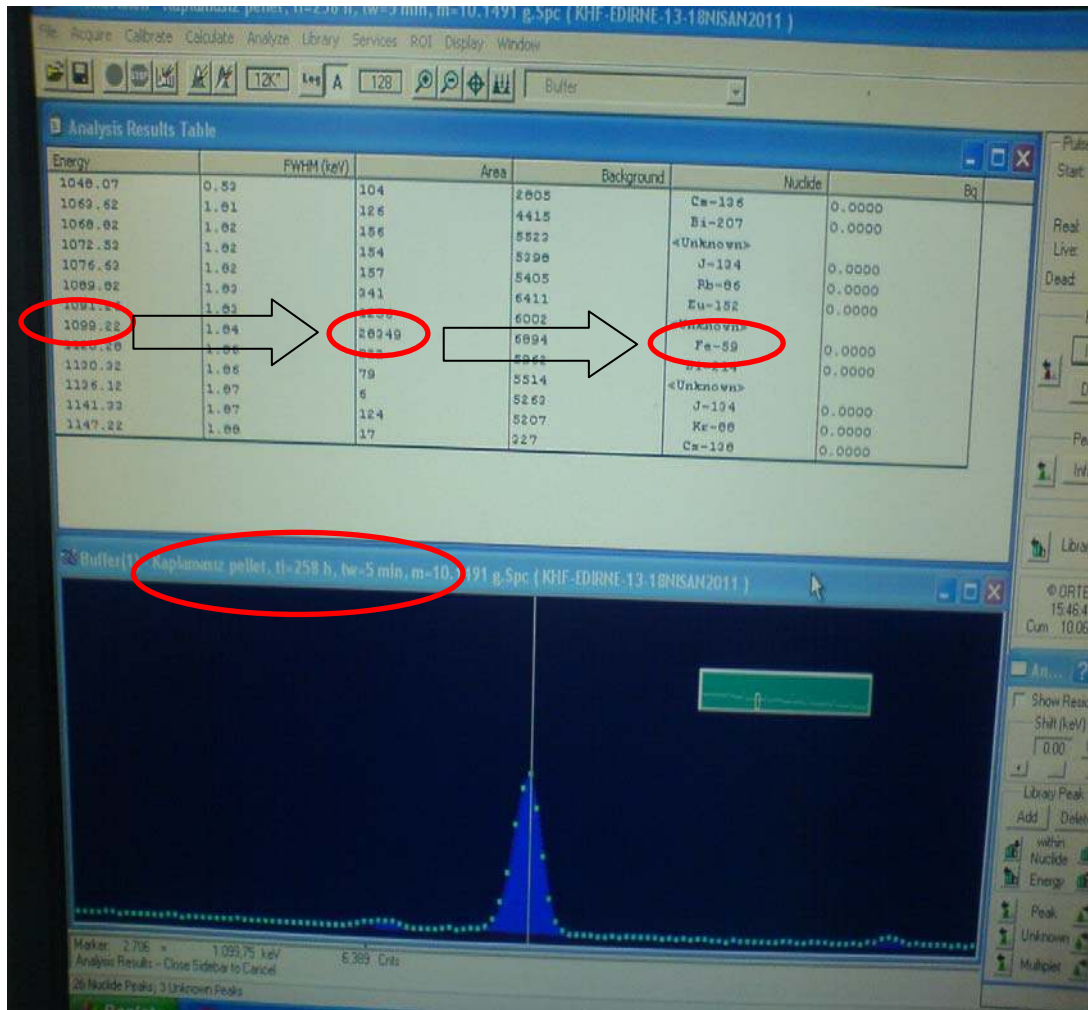


Resim 10.6. 1291,56 eV enerji seviyesinde 1 nolu numuneye ait değerler

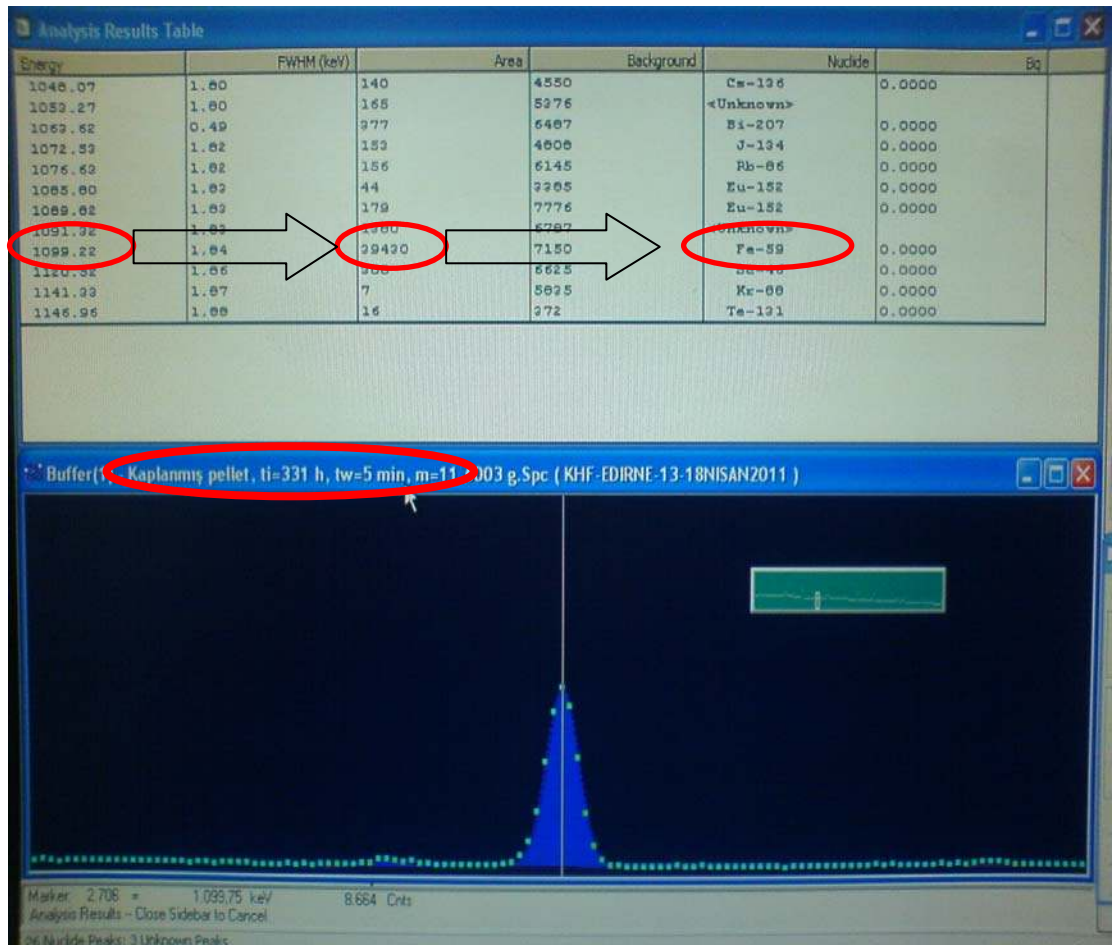


Resim 10.7. 1291,56 eV enerji seviyesinde 2 nolu numuneye ait değerler

Kaplamasız numune için normalize edilmiş pik alanının h-BN kaplanmış numuneden elde edilen pik alanından daha büyük olmasını bekleriz. Çünkü kaplamasız numune h-BN ile kaplanmadığından $^{58}\text{Fe}(n,\gamma)^{59}\text{Fe}$ reaksiyon hızı daha yüksektir. Halbuki h-BN kaplanmış olan numune için termal nötronların bir kısmını absorplayacağından h-BN kaplanmış numunede $^{58}\text{Fe}(n,\gamma)^{59}\text{Fe}$ reaksiyon hızı daha düşük olacaktır.



Resim 10.8. 1099,22 eV enerji seviyesinde 1 nolu numuneye ait değerler



Resim 10.9. 1099,22 eV enerji seviyesinde 2 nolu numuneye ait değerler

Netice olarak, normalleştirilmiş kaplamasız numunenin 1099,22 keV pik alanının h-BN kaplanmış numunenin 1099,22 keV pik alanına oranı h-BN termal nötron absorplama yeteğini verecektir ve bu değer

$$\frac{D_{1,nor}}{D_2} = 1,058$$

olarak bulunmuştur. Bu da yaklaşık 35 µm kalınlıklı h-BN ile kaplanmış çeliğin kaplamasız çeliğe göre %5,8 oranında termal nötron absorplama yeteneğine sahip olduğunu gösterir.

Bu sonuç deęerlendirilecek olursa; disk numune yzeyinin kaplama kalınlıęı 35 μm olmasına raęmen ntron absorplama sonucuna bakıldıęında bu dzeyde bir kaplama kalınlıęı ile sonucun gayet iyi ıktıęı sylenebilir. Deęişik kalınlıklarda kaplama yapılarak elde edilen sonuçlar birlikte deęerlendirilebilir ve h-BN kalınlıęına karşı ntron absorplama grafięi izilebilir. Ayrıca bu grafik optimize edilerek max. ntron absorplamaya karşı gerekli kalınlık bulunabilir. Farklı deęerdeki kalınlıklar bunlara karşılık gelen ntron absorplama miktarı ve bu kalınlıklardaki kaplamaya karşı fiyat analizleri yapılabilir.

KAYNAKLAR

1. Eti Holding A.Ş. Genel Müdürlüğü, **Bor Nitrür Ön Fizibilite Etüdü**, Ankara, 3-12 (2003).
2. Niedenzu K., Boron- Nitrogen Compounds, **Academic Pres. Inc.**, Springer Verlag, 147-153(1965).
3. Brotherton R.J., Progress in Boron Chemistry, **Pergamon Press**, California, 211-311(1970).
4. Pease R. S., ‘An X-ray Study of Boron Nitride’, **Acta Crystall**, **5**, 356-361(1952).
5. Dreissig D. H., Synthesis of BN Powders, Doktora tezi, **Chemistry Dep. Of The University of New Mexico**, 295(2002).
6. 5. Kalkınma Planı Raporu, Bor Mineralleri, **Devlet Planlama Teşkilatı**, Ankara, 5(2002).
7. Lyday P. A., Boron, **US Geological Survey Minerals Yearbook**, 13.1-13.7(2002).
8. Lide B. D. R., CRC Handbook of Chemistry and Physics, Student Edition, 76 th Edition, **CRC Press**, (1995).
9. Pekin, Ş., Hegzagonal Bor Nitrür Sentezinde Reaksiyon Hızını Kontrol Eden Aşamalar ve Turbostratik-Hegzagonal Yapı Geçişi, Yüksek Lisans Tezi, **İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü**, İstanbul, (1992).
10. Rudolph S., ‘Materials Review: Boron Nitride’, **American Ceramic Society Bulletin**, August , 81, 8, 34 -35(2002).
11. Hagiwara H., Tanji H. ve Tamaki S., ‘Inorganic Synthetics Containing Boron (BN, B4C, LaB6) and Their Application’, Ceramic Data Book, **Gordon and Beach Science Publisher**, 201- 213(1986).
12. İnternet: Boron nitride as solid lubricant
http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=boron_nitride_as_solid_lubricant (12.02.2012)
13. Greick R. ve Perry C. H., ‘Normal Modes in Hegzagonal Boron Nitride’, **Physical Review**, 146, 2, 543- 546(1996).

14. Development and Application of High-Purity Hexagonal Boron Nitride (h-BN) Powder, **Kawasaki Steel Technical Report**, 28, 17-18(1987).
15. Rudolph, S., “Materials Review: Boron Nitride”, **American Ceramic Society Bulletin**, August , 81(8):34-35(2002).
16. Alkoy, S., “Turbostratik Bor Nitrürün Kristalizasyon Davranışı ve Karakterizasyonu”, **İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü**, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, 59(1994).
17. Kempfer, L., The Many Faces of Boron Nitride, **Mat. Eng.**, 107, 41-44(1990).
18. Kalafatoğlu, E., Bor Nitrür Literatür Taraması, **Tübitak-Mam Raporu 87/6, Kocaeli**, 23(1987).
19. Stock, A. and Pohland, E., **Ber. Dtsch. Chem. Ges.**, 59, 2215(1926).
20. Lipp, A., Schwetz, K.A. and Hunold, K., Hexagonal Boron Nitride: Fabrication, Properties and Application, **J. Eur. Ceram. Soc.**, 5 ,3-9(1989).
21. Funahashi, T., Koitabashi, T., Uchimura, R., Koshida, T., Yoshida, A. And Ogasawara, T., Development and Application of High-Purity Hexagonal Boron Nitride (h-BN) Powder, **Kawasaki Steel Giho**, 24, 135-141(1992).
22. Rudolph, S., Boron Nitride, **American Ceramic Society Bulletin**, 73, 89-90(1994).
23. İnorganik bor bileşikleri kaynak araştırması, **Bor nitrür Tübitak-Marmara bilimsel ve endüstriyel araştırma enstitüsü**, 56(2002).
24. Roskill Raporu, The Economics of Boron, **Roskill Information Service Ltd**, 32(1999).
25. Etimine, **Report on Boron Nitride and Boron Carbide**, 42(2002).
26. **American Seramic Society Bulletin**, 74, 6(1995).
27. Skoog, D. A., Holler, F. J., Nieman, T. A., **Principles of Instrumental Analysis. Ed. Harbor Drive**, part IV. Orlando, Florida, 849(1998).
28. Özgür, I., “Nanotüp ve Nanotel Yapılarının XRD ile Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, **Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 18(2008).

29. Çalık A., Özsoy A., Termal Çevirimli Borlama İşleminin Ç1010 Çeliğine Etkileri, **11. Uluslararası Malzeme Sempozyumu**, İstanbul, 15(2002).
30. Özsoy A., Çeliğin Borlanması Borür Tabakası, Geçiş Zonu ve Ana Matriksin Özelliklerinin İyileştirilmesi, Doktora Tezi, **Anadolu Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü**, Eskişehir, 101(1991).
31. Sinha, A.K., “Boriding (Boronizing)” **American Society for Metals Handbook**, V, 4 Heat Treating, Park Ohio, (1991).
32. Khoee, S.M.M., Ergimiş Boraks Banyosunda Çeliklere Vanadyum Karbür Kaplama, Doktora Tezi, **İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü**, İstanbul, 112(1992).
33. Jain V., Sandararayan G., “Influence of the pack thickness of the boranizing mixture on the boriding of steels” **Surface and Coating Technology** 149 H. 21-26(2002).
34. Taşcı A., Borlanmış Çeliklerin Aşınma ve Korozyon Dayanımları Yüksek Lisans Tezi, **İstanbul Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü**, İstanbul, 45(1993).
35. Kawasaki Steel Corporation, “Hexagonal boron nitride having a reduced content of water soluble boron- containing impurities, and process for its production”, **European Patent Application**, 87400994.7, 1-14 (1987).
36. Geçkinli, E., “İleri Teknoloji Malzemeleri”, İstanbul Teknik Üniversitesi Kütüphanesi, Sayı: 1454, **Teknik Üniversite Matbaası**, 126-127(1992).
37. Türktekin M., H13 Sıcak İş Takım Çeliklerine Borlama ve Nitrürleme İşlemlerinin Birlikte Uygulanması, Yüksek Lisans Tezi, **Erciyes Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü**, Kayseri, 79(1998).
38. Bozkurt N., Bor Yayınımla Çeliklerde Yüzey Sertleştirme, Doktora Tezi, **İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü**, İstanbul, 113(1984).
39. Selçuk B., Borlanmış AISI 1020 ve AISI 5115 Çeliklerinin Sürtünme ve Aşınma Davranışlarının İncelenmesi. **Erciyes Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü**, Doktora Tezi, Kayseri, (1994).
40. İnternet: Nükleer Teknoloji Bilgi Platformu
<http://www.nukte.org/node/119> (20.04.2012)
41. $3 \times 592 \text{ GBq } ^{241}\text{Am-Be}$ Nötron Işınlama Hücresinde Nükleer Veri Ölçümleri, **Teknik Rapor**, Türkiye Atom Enerjisi Kurumu, 7-11, 39-41,(2010).

42. Keleş, S., “Ortalama enerjisi 5MeV olan bir nötron spektrumu kullanarak ^{232}Th ’nin fisyon ürünlerinin kütle dağılımının belirlenmesi”, Yüksek lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 41-42(2003).
43. Ağuş, Y., Çelenk, İ., Özmen, A., Radiochim. Acta 92, 63-68 (2004).
44. Handbook on Nuclear Activation Cross-Sections, Technical Reports 156, **IAEA**, Vienna, 4(1974).
45. Töre, İ., “Hegzagonal Bor Nitrür Toz Sentez Ve Sinterleme Davranışları”, Doktora Tezi, **Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı**, Eskişehir, 27-96(2006).
46. Kubota, Y., Watanabe, K., Tsuda, O., Taniguchi, T., “Deep Ultraviolet Light-Emitting Hexagonal Boron Nitride Synthesized at Atmospheric Pressure”, **Diamond and Related Materials**, 19(1):83-90 (2010).
47. Shi, L., Gu, Y., Chen, L., Yang, Z., Ma, J., Qian, Y., “Formation of Nanocrystalline BN with a Simple Chemical Route”, **Material Science**, 58: 3301- 3303(2004).
48. Li, J., Bernard, S., Salles, V., Gervais, C., Miele, P., “Preparation of Polyborazylene- Derived Bulk Boron Nitride with Tunable Properties by Warm-Pressing and Pressureless Pyrolysis”, **Chem. Mater**, 22(2010).
49. Shetty, R., Wilcox, R.W., “Boron nitride coating on fused silica ampoules for semiconductor crystal growth”, **Journal of Crystal Growth**, 153(3-4):97-102(1995).
50. Gu, Y.L., Zheng, M.T., Liu, Y.L., Xu, Z.L., “Synthesis and characterization of boron nitride sponges as a novel support for metal nanoparticles”, **Journal American Ceramic Soc.**, 90:1589–1591(2007).
51. Mendelovici, E., Frost, R. L., Klopogge, J.T., “Modification of chrysotile surface by organosilanes: An IR- Phoacoustic spectroscopy study”, **Journal of Colloid Interface Science**, 238(2): 273–278(2001).
52. Çalık,A., Akkurt,İ., Akyıldırım,H., Günoğlu,K., Borlama: Malzemelerin Radyosyondan Koruma Özelliklerinin İyileştirilmesi, **IV. Uluslar arası Bor Semozyumu**, Eskişehir, (2009).
53. Lu M.J., Die Bildungs Und Wachstums, **Kinetik Monophsiger Boridschichten**, 38, 156-168(1983).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Doğum Tarihi : 27.10.1986
Doğum Yeri : Adapazarı
Medeni Hali : Bekar
Yabancı Dil : İngilizce
Sürücü Ehliyeti : B sınıfı (2005)
Mail Adresi : hakan13999@hotmail.com

Eğitim Bilgileri

Seviye	Okul/Bölüm	Mezuniyet Tarihi	Not Ortalaması
Yüksek Lisans	Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı	2012	3.79/4
Lisans	Gazi Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü*	2009	3.30/4 (Bölüm 5.'si)
Lise	Kocatepe Mimar Kemal Lisesi	2004	4.93/5 (Lise 3.'sü)

* Lisans eğitiminde müfredat kapsamındaki derslerin %30'u İngilizce olarak verilmiştir.

Proje Bilgileri

- 1- Boru hattı tasarımı.
- 2- Isı değıştirici tasarımı.
- 3- Reaktör tasarımı.
- 4- Distilasyon kolonu tasarımı.
- 5- Üretim prosesi tasarımı.

İş Tecrübesi

Kurum	Dönem	Görev Tanımı
Gazi Üniversitesi	12/2009 – 06/2011	Öğrenci Asistanlığı
Aselsan A.Ş.	2007 (5 hafta) (Staj)	Laboratuvar
Paşabahçe Eskişehir Cam San. ve Tic. A.Ş.	2007 (5 hafta) (Staj)	İşletme

Sertifika Bilgileri

1-) Türkiye İş Kurumu *Yönetici Asistanlığı* Sertifikası

2-) Türk Standartları Enstitüsü *TS EN ISO 9001 Kalite Yönetim Sistemi İç Tetkik Eğitimi* Sertifikası

3-) Türk Standartları Enstitüsü *TS EN ISO 9001 Kalite Yönetim Sistemi Dokümantasyon Eğitimi* Sertifikası

4-) Türk Standartları Enstitüsü *TS EN ISO 9001 Kalite Yönetim Sistemi Temel Eğitimi* Sertifikası

Hobiler

Bisiklet sürmek, bilgisayarda araştırma amaçlı sörf yapmak, bilgisayar programları ile ilgilenmek, yüzmek, masa tenisi, müzik dinlemek.