

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BAZI METALLERİN RF MAGNETRON SIÇRATMA
YÖNTEMİYLE TiN ve TiAlN İLE KAPLANMASI**

**Tezi Hazırlayan
Mine ÖZET**

**Tezi Yöneten
Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE**

**Fizik Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi**

**EYLÜL 2008
KAYSERİ**

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BAZI METALLERİN RF MAGNETRON SICIRATMA
YÖNTEMİYLE TiN ve TiAlN İLE KAPLANMASI**

**Tezi Hazırlayan
Mine ÖZET**

**Tezi Yöneten
Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE**

**Fizik Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi**

**Bu çalışma Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından
FBT-06-66 kodlu proje ile desteklenmiştir.**

**EYLÜL 2008
KAYSERİ**

Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE danışmanlığında Mine ÖZET tarafından hazırlanan “Bazı Metallerin RF Magnetron Sıçratma Yöntemiyle TiN, TiAlN ile Kaplanması” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ:

Başkan :

Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE

Üye :

Doc. Dr. Bülent SAATÇI

Üye :

Yrd. Doc. Dr. S. TÜRKTEKİN

ONAY:

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulunun 05/09/2008 tarih ve 2008/28-31 sayılı kararı ile onaylanmıştır.

05/09/2008



TEŞEKKÜR

“Bazı Metallerin Rf Magnetron Sıçratma Yöntemiyle TiN, TiAlN ile Kaplanması” konulu tez çalışmasının seçiminde, yürütülmesinde ve sonuçlandırılmasında her türlü yardımı ve desteği sağlayan değerli hocam sayın Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE’ye teşekkür ederim.

Çalışmalarım sırasında yardımlarını ve emeklerini esirgemeyen sayın Yrd. Doç. Dr. Eyüp GERÇEKÇİOĞLU’na, Arş. Gör. Soner SAVAŞ’a Uzman İhsan AKŞİT’e teşekkür ederim.

Bütün eğitim ve öğretim hayatım boyunca maddi ve manevi desteğim olan hiçbir fedakârlıktan kaçınmayan aileme teşekkür ederim.

BAZI METALLERİN RF MAGNETRON SICIRATMA YÖNTEMİYLE TiN ve TiAlN İLE KAPLANMASI

Mine ÖZET

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi, Eylül 2008

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE

ÖZET

Ti, Ni ve Al kaplanmış düşük karbonlu çelik malzemeler RF magnetron sığratma yöntemi ile farklı kaplama şartlarında TiN, TiAlN ile tek tabakalı, TiN-AlN ile çok tabakalı olarak kaplandı. Kaplanan numunelerin mikro yapısal özellikleri X-ışını toz kırınımı (XRD) tekniğı ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelendi. Nano sertlik ve kalınlık ölçümleri yapıldı. Yapışma özelliğı test edildi. Ancak, altlıklar sertleştirilmiş metal olmadığından test sırasında numunelerden akustik emisyon sinyali alınamadı.

Kaplama kalınlıklarının artan bias voltajıyla azaldığı görüldü. TiAlN kaplamanın sertliğinin, TiN kaplamaların sertliğinden yaklaşık üç kat daha büyük olduğu bulundu.

Çok tabakalı kaplamalar, iki ve on iki tabaka olarak yapıldı. Her iki kaplamada da ilk tabaka TiN ile son tabaka AlN ile kaplandı. AlN, TiN'e göre yumuşak kaplama oluşturur. Bu durum sertlik açısından dezavantaj olarak görünse de çoklu kaplamalarda esneklik sağlayarak kaplamanın kırılmasını ve çatlamasını önler. Yapılan incelemelerde elde edilen sonuçlara göre on iki tabaka kaplama ile kaplama kalitesinin yükseldiğı gözlemlendi.

Anahtar Kelimeler: TiN kaplama, TiAlN kaplama, çok tabakalı kaplama, magnetron sığratma yöntemi, nano sertlik.

TiN AND TiAlN COATED SOME METALS BY RF MAGNETRON SPUTTERING METHOD

Mine ÖZET

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

M. Sc. Thesis, September 2008

Thesis Supervisor: Prof. Dr. Ayhan GÜLDESTE

ABSTRACT

Ti, Ni and Al coated steel of low carbon materials were coated by RF-magnetron sputtering method at different coating conditions. While TiN, TiAlN were coated as single layer, TiN-AlN were coated as multilayer on the substrate. Structural properties of the coated layers were studied by means of Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-Ray Diffraction(XRD) techniques. Nanohardness and thickness of the coatings were measured.

It has been observed that the thickness of coated layers decreases with increasing bias voltage. As the oxidation resistance and hardness of the TiN coatings are low, TiAlN coatings have been made. The main reason is that why Al is used in TiAlN coatings which is an alternative of TiN coating, to increase the oxidation resistance of coatings.

Multilayer coatings have been carried out as a two layers and a twelve layers. TiN has been coated as a first layer and lasted AlN in both. Because of TiN more adhesive than AlN on the substrate and oxidation resistance of AlN is higher than TiN, this coating order has been chosen. Also, as AlN softer than TiN, it prevents to be broken or to be cracked of coating by providing flexibility on surface.

As a result, it has been observed that twelve layers coatings are better than mono layer and two layers coatings in respect of quality.

Keywords: TiN Coating, TiAlN coating, multilayer Coating, PVD method, magnetron sputtering method, nanohardness

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY	i
TEŞEKKÜR.....	ii
ÖZET.....	iii
ABSTRACT.....	iv
KISALTMALAR VE SİMGELER.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
TABLolar DİZİNİ.....	x
 1. BÖLÜM	
GİRİŞ.....	1
1.1. Tezin Konusu.....	1
1.2. Konunun Önemi ve Tarihçesi.....	2
1.3. Tezin Amacı.....	3
 2. BÖLÜM	
LİTERATÜR ARAŞTIRMASI.....	4
2.1. Yapılan Çalışmalar.....	4
 3. BÖLÜM	
TRİBOLOJİNİN ÖNEMİ VE KAPSAMI.....	7
3.1. Giriş.....	7
3.2. Sürtünme.....	8
3.3. Aşınma.....	9
3.3.1. Adhezyon (Yapışma) Aşınması.....	9
3.3.2. Abrozyon Aşınması.....	9
3.3.3. Yorulma (Pitting) Aşınması.....	10
3.3.4. Kavitasyon Aşınması.....	10
3.4. Yağlama.....	11
 4. BÖLÜM	
FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME (PVD) METODU.....	12

4.1. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD) Metodu.....	12
4.2. Magnetik Alanda Sıçratma.....	13
4.3. Kullanım Alanları.....	16
5. BÖLÜM	
DENEYSEL TEKNİKLER.....	18
5.1. Numune Üretim Teknikleri.....	18
5.1.1. Manyetik Alanda Sıçratma.....	18
5.2. Numune Analiz Teknikleri.....	19
5.2.1. X-Işını Kırınım Analizi (XRD).....	19
5.2.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi Analizi (EDX).....	19
5.2.3. Nano Sertlik Analizi.....	20
5.2.4. Kalınlık Analizi.....	21
6. BÖLÜM	
DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	22
6.1. Giriş.....	22
6.2. Numunelerin Hazırlanması.....	22
6.3. Kaplama Çeşitleri.....	26
6.3.1. TiN Kaplamalar.....	26
6.3.2. TiAlN Kaplamalar.....	37
6.3.3. TiN-AlN Çok Tabakalı Kaplamalar.....	47
6.3.3.1. TiN-AlN İki Tabakalı Kaplamalar.....	47
6.3.3.2. TiN-AlN On İki Tabakalı Kaplamalar.....	50
7. BÖLÜM	
SONUÇ VE DEĞERLENDİRME.....	57
KAYNAKLAR.....	58
ÖZGEÇMİŞ.....	61

KISALTMALAR VE SİMGELER

PVD	: Fiziksel Buharlaştırma ile Depolama
CVD	: Kimyasal Buharlaştırma ile Depolama
XRD	: X-Işını Kırınım Deseni
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
EDX	: Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi
RF	: Radyo Frekansı
HV	: Vickers
UV	: Ultraviyole Işımlar
E	: Elektrik Alan
B	: Magnetik Alan
Ti	: Titanyum
Ni	: Nikel
Al	: Alüminyum
TiN	: Titanyum nitrür
TiAlN	: Titanyum alüminyum nitrür

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1.	PVD metodunun şematik gösterimi.....	2
Şekil 3.1.	Küçük temas yüzeyi sonucu oluşan Hertz basınçları.....	10
Şekil 3.2	Yağlayıcı maddelerin sınıflandırılması.....	11
Şekil 4.1.	Sıçratma yönteminin şematik gösterimi.....	12
Şekil 4.2. a	Düzlemsel magnetron kaynağı.....	14
Şekil 4.2. b	Silindirik magnetron kaynağı.....	14
Şekil 4.3.	Magnetron sıçratma tekniği ve elektron hareketi.....	15
Şekil.5.1.	Nano sertlik ölçümünde yükleme-boşaltma grafiği.....	20
Şekil 6.1.	Reaktif magnetron sıçratma sistemi.....	26
Şekil 6.2.	TiN kaplamaların bias voltajına karşılık kaplama kalınlığı.....	28
Şekil 6.3. a	TiN kaplanmış Ti numunesinin yüzey mikro yapısı.....	29
Şekil 6.3. b	TiN kaplanmış Ni numunesinin yüzey mikro yapısı.....	29
Şekil 6.3. c	TiN kaplanmış Al kaplama düşük karbonlu çelik numunesinin yüzey mikro yapısı.....	30
Şekil 6.4. a	TiN kaplanmış Ti numunesinin SEM görüntüsü.....	31
Şekil 6.4. b	Ti-1 numunesinin film kalınlığı.....	31
Şekil 6.4. c	Ti-2 numunesinin film kalınlığı.....	32
Şekil 6.4. d	Ti-3 numunesinin film kalınlığı.....	32
Şekil 6.4. e	Ti-4 numunesinin film kalınlığı.....	33
Şekil 6.5.	Ti altlığının nokta analizi.....	34
Şekil 6.6.	Ti-1 numunesinin nokta analizi.....	34
Şekil 6.7.	Al kaplanmış altlığın nokta analizi.....	35
Şekil 6.8.	Al kaplama-1 numunesinin nokta analizi.....	35
Şekil 6.9.	Ni altlığın nokta analizi.....	36
Şekil 6.10.	Ni-1 numunesinin nokta analizi.....	36
Şekil 6.11.	TiAlN kaplamaların bias voltajına karşılık kaplama kalınlığı.....	38
Şekil 6.12.a	TiAlN kaplanmış Al kaplama düşük karbonlu çelik numunesinin SEM görüntüsü.....	39
Şekil 6.12.b	Al kaplama-1 numunesinin film kalınlığı.....	39
Şekil 6.13.c	Al kaplama-2 numunesinin film kalınlığı.....	40

Şekil 6.12.d	Al kaplama-3 numunesinin film kalınlığı.....	40
Şekil 6.13.	Sert altlık üzerine yapılan kaplamanın yapışma testi.....	41
Şekil 6.14.	Sert olmayan altlık üzerine yapılan kaplamanın yapışma testi.....	42
Şekil 6.15.	Ti-1 numunesinin nokta analizi.....	43
Şekil 6.16.	Al kaplama-1 numunesinin nokta analizi.....	43
Şekil 6.17.	Ni-1 numunesinin nokta analizi.....	44
Şekil 6.18.a	Ti altlık ve üzerine kaplanmış TiN ve TiAlN kaplamaların XRD spektrumu.....	44
Şekil 6.18.b	Al kaplama düşük karbonlu çelik altlık ve üzerine kaplanmış TiN ve TiAlN kaplamaların XRD spektrumu.....	45
Şekil 6.18.c	Ni altlık ve üzerine kaplanmış TiN ve TiAlN kaplamaların XRD spektrumu.....	45
Şekil 6.19.	Farklı sıcaklıklarda fırınlanan TiAlN kaplanmış Ni numunesinin XRD spektrumu.....	46
Şekil 6.20.a	2 tabaka kaplanmış Al kaplama düşük karbonlu çelik numunesinin SEM görüntüsü.....	48
Şekil 6.20.b	2 tabaka kaplanmış Ti numunesinin SEM görüntüsü.....	48
Şekil 6.20.c	2 tabaka kaplanmış Ni numunesinin SEM görüntüsü.....	49
Şekil 6.21.	Beyaz tabakanın nokta analizi.....	49
Şekil 6.22.	Siyah tabakanın nokta analizi.....	50
Şekil 6.23.a	12 tabaka kaplanmış Al kaplama düşük karbonlu çelik numunesinin SEM görüntüsü.....	51
Şekil 6.23.b	12 tabaka kaplanmış Ti numunesinin SEM görüntüsü.....	51
Şekil 6.23.c	12 tabaka kaplanmış Ni numunesinin SEM görüntüsü.....	52
Şekil 6.24.a	Al kaplama düşük karbonlu çelik altlık ve üzerine kaplanmış 12 tabakalı ve 2 tabakalı kaplamaların XRD spektrumu.....	53
Şekil 6.24.b	Ti altlık ve üzerine kaplanmış 12 tabakalı ve 2 tabakalı kaplamaların XRD spektrumu.....	53
Şekil 6.24.c	Ni altlık ve üzerine kaplanmış 12 tabakalı ve 2 tabakalı kaplamaların XRD spektrumu.....	54
Şekil 6.25.	Al kaplama ile düşük karbonlu çelik arasındaki gri tabakanın nokta analizi	55

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 6.1.	Ti metalinin özellikleri.....	23
Tablo 6.2.	Ni metalinin özellikleri.....	25
Tablo 6.3.	Al metalinin özellikleri.....	25
Tablo 6.4.	TiN ince filmler için kaplama şartları.....	27
Tablo 6.5.	TiN kaplanan numunelerin 10 mN yük altında ölçülmüş sertlik değerleri.....	27
Tablo 6.6.	TiAlN ince filmler için kaplama şartları.....	37
Tablo 6.7.	TiAlN kaplanan numunelerin 10 mN yük altında ölçülmüş sertlik değerleri.....	38
Tablo 6.8.	İki tabakalı kaplama şartları.....	47
Tablo 6.9.	On iki tabakalı kaplama şartları.....	50

1. BÖLÜM

GİRİŞ

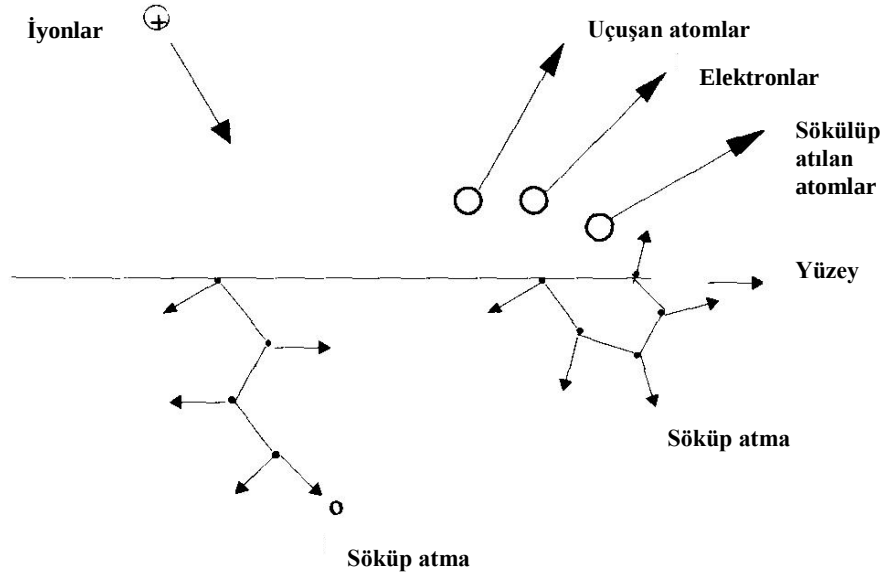
1.1. Tezin Konusu

Birbirine temas eden ve izafi hareket yapan sürtünme halindeki cisimlerin yüzeylerinde sürtünme etkisiyle oluşan ve istenmeyen malzeme kaybına aşınma denir. Yapılan araştırmalar ve istatistiklere göre makine elemanlarının ortalama %70'inin hurdaya ayrılma sebebi aşınmadır. Bunun sonucu olarak meydana gelen malzeme kayıpları, aşınan parçalarının yenileriyle değiştirilmesi zorunluluğu, makinelerin bakım-onarım faaliyetleri için harcanan zaman ve emek ve bu faaliyetler için istihdam edilen teknik personel göz önüne alındığında her yıl milli sermayeye oldukça büyük yükler getirmektedir. Bu yüzden malzemelerin yüzey özelliklerinin maksada uygun olarak geliştirilmesi son derece önemli hale gelmiştir.

Bu çalışmada bazı metaller üzerine çeşitli kaplamalar yapılarak kaplamanın metallerin yüzeyinin temel özelliklerine etkisi incelendi. Kaplanmış yüzeylerin sertlikleri, mikro yapıları incelendi ve kaplanmamış malzemeninki ile karşılaştırıldı. Malzemelerin yüzey karakteristiklerini istenilen doğrultuda değiştirebilmek amacıyla, endüstrinin birçok alanında yaygın olarak kullanılan yüzey kaplama tekniklerinden, Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD) tekniklerinden biri olan Rf-magnetron sıçratma (sputtering) metodu kullanıldı.

1.2. Konunun Önemi ve Tarihçesi

1950’li yılların sonunda üretimlerin artırılması amacıyla hızlı çalışan tezgahlar üretilmiştir. Bu tezgahların üretilmesiyle teknik adamların karşısına özellikle sert metal takımların ömrünün nasıl arttırılabileceği sorusu çıkmıştır. Seri üretimde kullanılan söz konusu makinelerin, ömrünü artırmak için, yapılan araştırmalar sonucunda aşınma riski olan takımların yüzeyinin TiN, TiC, TiAlN vs. gibi sert tabakalarla kaplanmasının uygun bir çözüm olabileceği fark edildi. Bu çözüm sert metaller için uygun olmasına karşın ısı işlem görmüş takım çeliklerinde iyi sonuç vermedi. Bunun nedeni Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) adı verilen yöntemle 1000 - 2000°C gibi sıcaklıklarda kaplama yapılabildiği için hassas olarak işlenen ısı işlem görmüş takım çeliklerinde (soğuk iş çelikleri, sıcak iş çelikleri, ve yüksek hız çelikleri) sertlik kaybına ve ölçülerin değişmesine neden olmaktaydı [1-2]. Alternatif kaplama teknikleri aranırken 1960’lı yılların sonunda Amerika’da ION – PLATING adlı bir PVD metodu geliştirildi. Şekil 1.1.’de PVD metodunun şematik gösterimi verilmiştir. Hedef metalden kopan pozitif yüklü iyonlar yüzeye (altlık) gelerek birikir. İvmelenerek gelen pozitif yüklü iyonlar yüzeyden elektron, atom vs. söker.



Şekil 1.1. PVD metodunun şematik gösterimi.

Bu metot 200 - 500°C arasındaki sıcaklıklarda, ısıtıl işlem görmüş takım çeliklerini kaplama imkanı sağladı. Fakat tekniğin laboratuvar aşamasından, sanayiye transfer edilerek teknolojik anlamda kaplama yapılması 1970'li yıllarda ION – BOND metodu ile mümkün oldu.

1.3. Tezin Amacı

Bu çalışmada Ti, Ni ve Al kaplama düşük karbonlu çelik metal malzemelerinden hazırlanan altlıklar magnetron sıçratma yöntemiyle kaplandı. Kaplanan numunelerin ve altlıkların karakteristik özellikleri (sertlik, kalınlık, yapışma mukavemeti,) karşılaştırılarak, sert, yapışma mukavemeti iyi, numuneler elde edilmesi amaçlandı. Tek tabakalı ve çok tabakalı kaplamalar yapıldı. Çok tabakalı kaplama yapılarak malzemenin sertliği ve kaplamanın yapışma mukavemeti artırıldı.

2. BÖLÜM

LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1. Yapılan Çalışmalar

Takikowa ve arkadaşları [3] yaptıkları çalışmada kaplanacak numunenin arkasına yerleştirilen bir odaklama mıknatısının numunenin merkezinde yüksek bir birikme sağladığını, odaklama mıknatısı yerine odaklama elektromagnetik bobinin kullanılması halinde daha yüksek ve daha geniş birikme sağlanacağını bulmuşlardır.

Tay ve arkadaşları [4] ürettikleri TiN filmlerin yapısal özelliklerini azot akış oranını, bias voltajının etkilerini, birikme oranını araştırmışlardır. Azot akış oranını artırdıkça yüzey pürüzlülüğünün ve sertliğin arttığını gözlemişlerdir. Negatif bias voltajının artması film gerilmesine sebep olmuştur. Birikme oranındaki artışın gerilme, sertlik ve yüzey pürüzlülüğünü artırdığı bulunmuştur.

Aubert ve arkadaşlarının [5] yaptıkları bir çalışmada TiN ve TiC kaplamalardan ziyade 2200-2300 HV sertliğin elde edilebildiği CrN-TiN-TiAlN-ZrN-TiZrN kaplamalar ile bunların çok katlılarının yapılabildiği kaplamalarla numuneleri aşınmaya daha dayanıklı hale getirmek mümkün olmuştur.

Sert [6] yaptığı çalışma sonucunda nitrülenmiş yüzeylere direkt yapılan TiN kaplamaların yüzeye çok iyi tutunmadığını, bunun sebebinin nitrürleme sonucu oluşan beyaz tabaka olduğunu bulmuştur. Beyaz tabaka yapısı $Fe_2 \dots_4N$ olduğundan TiN ile iyi bağ oluşturmadığı görülmüştür. Bu yüzden Fe_xN fazının yüzeyden kaldırılması ve TiN'in doğrudan reaksiyona girmesi ile daha iyi bağ oluşturacağı düşünülmektedir.

Nouveau ve arkadaşları [7] CrN kaplamalar üzerine yaptıkları bir çalışmada N ve Cr akış oranını inceleyerek depolanan filmlerin stokiometrisine baktılar. Bu oran 1'e eşit ise filmler stokiometriktir sonucuna vardılar. Ayrıca metal ve ahşap mekanik çalışmaları için CrN kaplamaların TiN kaplamalardan daha iyi sonuçlar verdiğini gördüler.

Cr-Ni alaşımı dişçilikte yaygın olarak kullanılan bir malzemedir. Dişler arasındaki çatlakları önler ve porselen için istenilen sertlikte destek sağlar. Bu amaçla Tek ve arkadaşları [8] Cr-Ni karışımlarının TiN kaplamalarının mekaniksel özelliklerini araştırdılar. Cr-Ni karışım örneklerinin kaplamadan sonra yüzey görünümlerinin gümüş renginden altın rengine döndüğünü gördüler. Pürüzlülüğün ise değişmediğini gözlediler. Kaplanmış örneklerin kaplanmamışlara göre 7 kat daha sert olduğunu tespit ettiler.

Ti esaslı kaplamaların çabuk aşınmasının nedeni kaplama yüzeyinde oluşan TiO_2 'dir. Hsieh ve arkadaşları [9] TiN, TiCN, TiAlN, AlTiN, TiSiN ve TiCNO ince film kaplamalarını incelediler. TiSiN ve AlTiN kaplamaların diğer kaplamalarla karşılaştırıldığında daha yüksek oksidasyon direncine sahip olduğunu gördüler. AlTiN dışındaki bütün Ti temelli kaplamaların TiO_2 oluşumundan dolayı AlTiN kaplamasının ise sürtünmeden dolayı aşındığını buldular.

YU Xiang ve arkadaşları [10] magnetron sıçratma tekniğindeki son gelişmeler üzerine bir inceleme yaptılar. Bu gelişmelerin çeşitli endüstriyel filmlerin üretimi için alternatif metotlar bulmaya yardımcı olduğunu gördüler. Dengeli ve dengesiz magnetron, darbeli magnetron, orta frekanslı çiftli magnetron, iyon destekli magnetron kullanılan alternatif metotlardır.

B. Navinsek ve arkadaşları [11] yüksek ve düşük sıcaklıklarda depolanan CrN kaplamaların endüstriyel uygulamalardaki performanslarını test ettiler. Kaplamaların yüzey mikro yapısını, oksidasyon ve korozyon direncini, mikro sertliğini, yapışma mukavemetini incelediler. CrN kaplamaların bütün altlıklara iyi yapışmasına rağmen klasik TiN kaplamalardan daha çok aşınma direncine sahip olduklarını gördüler. Elde edilen genel sonuçların standart TiN kaplamalarla elde edilen sonuçlardan daha iyi olduğu bulundu.

Düşük sıcaklık kaplamaları alaşımlı takım çeliklerinin yapımında ve takımların geliştirilmesinde kullanıldı. Düşük sıcaklık kaplamalar için depolama sıcaklığı 250°C'yi aşmamalıdır. Yapılan bu çalışmaya göre yakın gelecekte CrN'li kaplamalar büyük ihtimalle endüstrideki birçok problemi çözmeye yardımcı olacaktır.

3. BÖLÜM

TRIBOLOJİNİN ÖNEMİ VE KAPSAMI

3.1. Giriş

Tekerleğin icadından önce ağır yükleri silindirik kalaslar üzerinde kaydırarak bir yerden bir yere taşıyan insanlık, bu kalasları ıslatarak sürtünmenin ve aşınmanın önüne geçme konusunda ilk adımları atmıştır. Tekerleğin M.Ö. 3000’li yıllarda Sümerler tarafından keşfiyle beraber insanlık döner elemanların yataklama ve yataklardaki aşınma problemleriyle tanışmış ve bunlara hal çareleri aramaya koyulmuştur.

Ortaçağda İtalyan mimar ve mühendis Leonardo da Vinci (1452-1519), Fransız fizikçiler Amontons (1663-1705) ve Coulomb (1736-1806), mekanik ile ilgili çalışmalarda bulunmuşlardır. Coulomb sürtünme konusunda bugün de geçerliliğini koruyan sürtünme kanununu ortaya koymuştur. Sıvı sürtünmesi konusunda Newton (1643-1727), Poiseuille (1799-1869), Hagen (1797-1884), Stokes (1819-1903), Reynolds (1842-1912) araştırmalar yapmış ve bugünkü Triboloji biliminin temelini atmışlardır.

Son yıllarda Türk mühendis Ali Erdemir’in çalışmaları dünyada yankı uyandırmaktadır. Erdemir, R&D ödülünü 1991 yılında, borik asidin motor ve makinelerde sürtünme ve aşınma özelliğini bularak, 1998 yılında ise geliştirdiği karbon atomdan oluşan film kaplama ile sürtünme katsayısını sıfıra indirerek kazanmıştı. Son olarak nano teknoloji kullanarak geliştirdiği yapay elmas özelliğini taşıyan buluşu ile R&D ödülünü 2003 yılında 3. kez kazandı.

Yapılan araştırmalara ve istatistiklere göre makine elemanlarının ortalama %70’inin hurdaya ayrılma sebebi aşınmadır. Bunun sonucu olarak meydana gelen malzeme kayıpları, aşınan parçaların yenileriyle değiştirilmesi zorunluluğu, makinelerin bakım-

onarım faaliyetleri için harcanan zaman ve emek ve bu faaliyetler için istihdam edilen teknik personel göz önüne alındığında her yıl milli sermayeye oldukça büyük yükler getirdiği görülebilir.

Sürtünme sonucu makinelerde ortaya çıkan enerji kaybı ise hesap edilemeyecek boyutlardadır. Bu sebeple makine konstrüksiyonlarında, aşınma ve enerji kaybının önlenmesi için yağlama son derece önemlidir ve üzerinde en hassasiyetle durulması gereken bir konudur.

Her ne kadar Triboloji bilimi, genelde makinelerde oluşan aşınma türleriyle, minimum sürtünmeyle çalışabilecek mühendislik malzemeleri ve konstrüksiyonlarla ve aşınma ve sürtünmeyi en aza indirecek yağlama teknolojileriyle doğrudan ilgili olsa da, özelde günlük yaşamımızda karşılaştığımız pek çok sorunla da dolaylı olarak alakalıdır.

Günlük giydiğimiz elbiselerin yıpranması, bıçakların ve diğer kesici aletlerin körelmesi, toprağın erozyona uğraması, metallerin paslanması (korozyon), asfalt sokak ve yolların aşınmaya uğraması, insanların kaygan zeminde dengelerini kaybedip düşmeleri, karlı veya ıslak yollarda kazalara neden olmaları da bu bilim dalının dolaylı olarak alanına giren gündelik sorunlardır.

3.2. Sürtünme

Sürtünme; teknikte, birbiriyle temasta olan ve birbirine göre izafi hareket yapan ya da yapma eğiliminde olan iki cismin harekete karşı gösterdikleri direnç olarak ifade edilir. İki cisim arasındaki izafi hareketi meydana getirmek isteyen kuvvete karşı, cisimlerin temas yüzeyleri arasında hareketi engelleyen ve sürtünme kuvveti olarak tanımlanan bir karşı kuvvet oluşur. Sürtünme kinematik olarak, kayma, yuvarlanma ve kayma ve yuvarlanma şeklinde olur. Birbirlerine temas eden yüzeyler arasında izafi hareket yoksa statik sürtünmeden söz edilir. İki cisim yüzeyleri arasında izafi hareket mevcutsa bu durumdaki sürtünmeye dinamik veya kinetik sürtünme denir. Sürtünme kuvveti sabit değildir ve sürtünme katsayısına bağlıdır. Sürtünme katsayısı statik sürtünme durumunda en büyük değerini alır.

İzafi hareket yapan cisimlerin söz konusu yüzeyleri arasına yağlayıcı bir madde konulup konulmaması açısından sürtünme, kuru sürtünme, sıvı sürtünme ve bu iki sürtünme türü arasında kalan yarı sıvı sürtünme olmak üzere üç durumda incelenir.

3.3. Aşınma

Aşınma; birbirine temas eden ve izafi hareket yapan sürtünme halindeki cisimlerin yüzeylerinde sürtünme etkisiyle oluşan ve istenmeyen malzeme kaybıdır. Bunun sonucu olarak makine elemanları giderek aşınır ve fonksiyonlarını sıhhatli olarak yerine getiremez hale gelir.

Belli başlı aşınma türleri; adhezyon aşınması (yapışma), abrazyon aşınması, yorulma (pitting) dir. Korozyon kimyasal ve elektrokimyasal bir aşınma türüdür.

3.3.1. Adhezyon (Yapışma) Aşınması

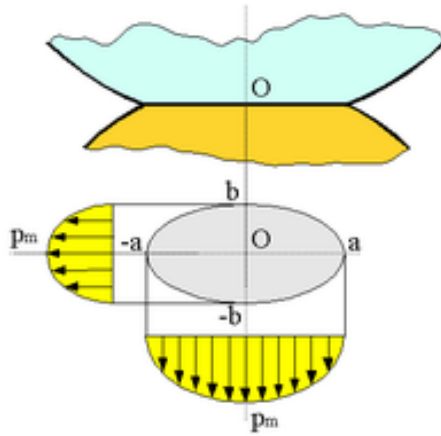
Birbirine temas eden cisimlerin gerçek temas yüzeyleri aslında çok çok küçük olduğundan çok küçük yüklerde dahi yüksek basınç altındadırlar. Bu durumda malzemeler plastik deformasyona uğrayarak birbirine gerçek temas yüzeylerinden mikro kaynak ile bağlanırlar. Bu sırada iki cisim arasında devam eden izafi hareket sonucu kaynak bağı kopar ve sonuçta cismin birinden malzeme eksilmesi oluşur.

3.3.2. Abrozyon Aşınması

Abrazyon aşınması, birbirine göre izafi hareket yapan iki cisim arasına çevre etkisiyle yabancı sert parçacıkların girmesi ve bu parçacıkların yumuşak yüzeye gömülerek sert yüzeyden sanki eğelercesine veya zımparalarcasına malzeme koparmasıyla kendini gösteren bir aşınma türüdür. Sert parçacıklar gömüldükleri yüzeyde tahribat yaparlar ve yüzeyi hareket yönünde çizerek.

3.3.3. Yorulma (Pitting) Aşınması

Yorulma (pitting), dişli çarklar, rulmanlı yataklar, kam mekanizmaları gibi birbirleriyle sürekli temas halindeki yüzeylerde sıkça görülen bir aşınma türüdür. Bu tür makine elemanlarında temas alanları küçük olduğundan temas yüzeylerinde Hertz basınçları meydana gelir. Şekil 3.1.'de oluşan hertz basınçları gösterilmiştir. Bu basınçlar sonucu yüzeyin hemen altında kayma gerilmelerine sebebiyet verir. Değişken zorlamalara maruz bu elemanlarda yorulma olayı başlamış olur.



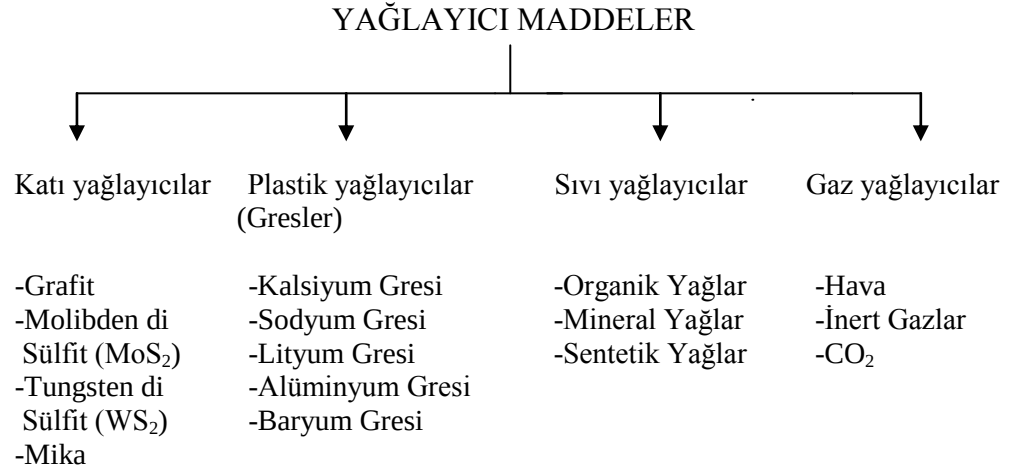
Şekil 3.1. Küçük temas yüzeyi sonucu oluşan Hertz basınçları.

3.3.4. Kaviteasyon Aşınması

Kaviteasyon veya çukurlaşma, akım makinelerinin fanlarında görülebilen bir sıvı erozyonu türüdür. Kaviteasyon buharlaşma basıncının altına düşen basınçlarda akışkan içinde lokal buharlaşmaların vuku bulması, daha sonra da gaz boşluklarının çevresindeki sıvıyla hızlıca doldurulması ve bu sırada büyük bir basınç dalgası ile oluşur. Bu basınç dalgası çevresindeki metale oldukça büyük zararlar verir ve kısa zamanda kaviteasyon sebebiyle fan kullanılamaz hale gelir.

3.4. Yağlama

Sürtünmeyi azaltmak, aşınmayı kısmen ya da tamamen önlemek ve sıcaklığın yükselmesine engel olmak amacıyla birbirine temas eden makine elemanları arasında yağlayıcılar kullanılır. Yağlayıcılar katı, sıvı, yarı katı (gresler) ve gaz yağlayıcılar olmak üzere dört gruba ayrılırlar. Şekil 3.2.'de yağlayıcı maddelerin sınıflandırılması gösterilmiştir



Şekil 3.2. Yağlayıcı maddelerin sınıflandırılması.

Yağlayıcı maddelerden beklenen özellikler kuru ve sıvı sürtünme hallerinde farklıdır. Sıvı sürtünme halinde yağlayıcıların viskozitesi önem kazanırken, yarı sıvı sürtünme halinde yağlayıcıların ıslatma kabiliyeti ve buna bağlı olarak kimyasal bileşimi ön plana geçer. Bu sebeple sürtünme halindeki sıvı ve nadiren gaz yağlayıcılar kullanılırken, yarı sıvı sürtünme halinde katı ve katkılı sıvı yağlayıcılar kullanılmaktadır. Adhezyon, abrazyon ve korozyon aşınmalarının önlenmesinde yağlayıcıların önemi çok büyüktür.

4. BÖLÜM

FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME (PVD) METODU

4.1. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD) Metodu

Modern teknolojilerle yapılan yüzey işlemlerinde, buhar fazından yapılan kaplamalar çok hızlı teknolojik ve bilimsel gelişmelerin sağlandığı kaplama tekniklerinin başında gelmektedir. Bunun temel nedenlerinden biri seramik kaplamaların bu teknikler kullanılarak oldukça kolay yapılabilmesidir. Buhar fazından yapılan kaplamalar içinde, fiziksel buhar biriktirme teknikleri (PVD) seramik kaplamaların yapılmasında çok iyi sonuçlar alınması nedeniyle son 15 yılda yaygınlaşmaya başlamıştır [12-13].

Fiziksel buhar biriktirme yöntemi diğer kaplama yöntemleriyle yapılamayan ya da istenilen kalitede olmayan ince filmlerin kaplanmasına olanak sağlamıştır.

Sıçratmaya dayalı geliştirilmiş teknikler genel olarak;

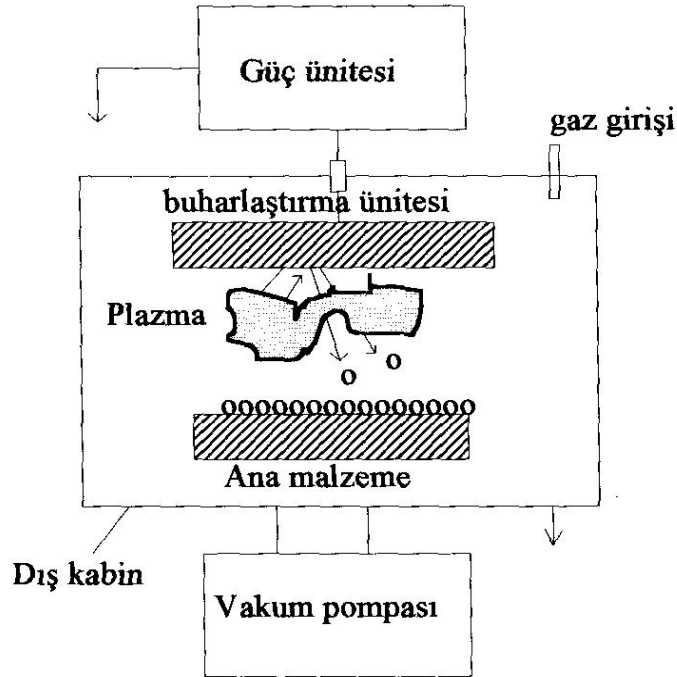
- Manyetik alanda sıçratma
- Konveksiyonel dengeli manyetik alanda sıçratma
- Dengesiz manyetik alanda sıçratma
- Kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma
- Darbeli manyetik alanda sıçratma

diye adlandırılır. Konveksiyonel dengeli manyetik alanda sıçratma yönteminde altlık yüzeyine ulaşan iyon yoğunluğu yetersiz olduğundan filmin mikro yapısını ve özelliklerini geliştirmek için konveksiyonel manyetik alan yönteminde kullanılan mıknatısların manyetik alan konfigürasyonları değiştirilerek dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi geliştirilmiştir [14-15]. Dengesiz manyetik alanda sıçratma, kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma ve darbeli manyetik alanda sıçratma

yöntemleriyle iletken, yalıtkan, çok katlı ve süperkafes kaplamalar yapılmış ve iyi sonuçlar elde edilmiştir [16-17-18-19-20].

4.2. Magnetik Alanda Sıçratma

Magnetik alanda sıçratma ince filmlerin fiziksel buhar biriktirme yöntemleriyle kaplanmasında çok kullanılan yöntemlerden biridir. Şekil 4.1.'de magnetik alanda sıçratma yönteminin şematik gösterimi verilmiştir. İlk kullanılmaya başlandığı yıllarda kaplama özellikleri istenildiği gibi olmasa da magnetik alanda sıçratma yönteminde yapılan değişikliklerle günümüzde istenilen özellikte metal, alaşım, seramik, yalıtkan malzemeler ve çok katlı kaplamalar yapmak mümkün olmaktadır [12].



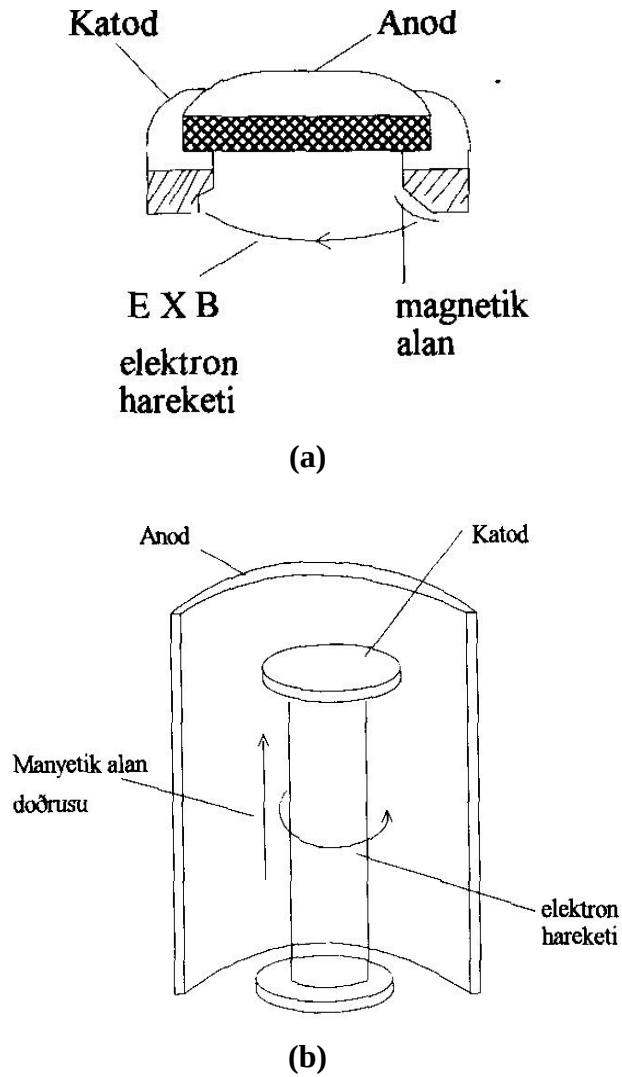
Şekil 4.1. Sıçratma yönteminin şematik gösterimi.

Magnetron biriktirme işleminde, katot (target) yüzeyinde paralel olarak uygulanan magnetik alan elektron tuzakları oluşturur ve katoda yaklaşan elektron hareketini kısıtlar. Magnetik alan kuvveti birkaç gauss civarındadır. Bu yüzden magnetik alan

plazma elektronlarını etkiler, fakat iyonları etkileyemez. Magnetik alan çizgisinde yakalanan elektronlar magnetik alandan anoda yönelir veya çarpışma yaparak (çoğunlukla gaz atomlarıyla) altlığa doğru ilerler. Bu iyonlaşma mekanizması yüksek verimi sebebiyle düşük voltaj ve yüksek akım yoğunluğunda çalıştırılabilir. Sonuç olarak yüksek malzeme koparma hızı elde edilir [1].

Magnetik alanda sıçratma yönteminin farklı uygulama düzenekleri vardır. Bunlar:

1. Düzlemsel magnetron
2. Silindirik magnetron
3. S tabanlı magnetron
4. Ayarsız magnetron



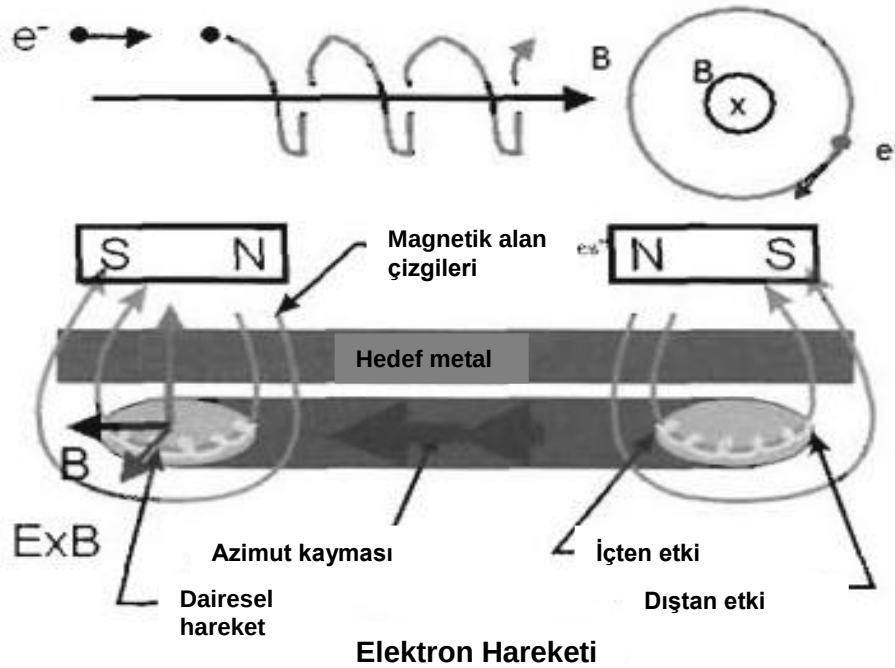
Şekil 4.2. (a)Düzlemsel magnetron, (b)Silindirik magnetron kaynağı.

olarak sıralanabilir. Düzlemsel magnetron ve silindirik magnetron düzeneği Şekil 4.2. (a) ve (b) de gösterilmiştir.

Magnetron boşaltım birikim işlemi, yüksek koparma hızı ve altlığı enerjik parçacıklarla bombardıman hızının düşük olması açısından avantajlı gibi görünse de hedef malzemenin seçimindeki kısıtlamalar bu yöntemin kullanılmasını engeller [1].

Magnetron sıçratma teknolojisi 1970'den bu yana aşamalı olarak endüstriyel uygulamaların kapsamına girdi. Dekorasyon alanında, yarıiletken alanında ve süperiletken ince film üretiminde kullanımı hızla yaygınlaştı [21].

Diğer sıçratma teknolojileriyle karşılaştırıldığında magnetron sıçratma yönteminin düşük basınçta ve yüksek depolama hızıyla çalışamayacağı görüldü. Fakat daha az makro parçacıklı bazı yoğun filmlerin sentezinde kullanılabilir olduğu ortaya çıktı [22]. Şüphesiz ki bu yöntemin de dezavantajları vardır: örneğin, düşük depolama hızı, plazmada düşük iyonizasyon etkisi, depolama için düzensiz plazma ve yüksek altlık sıcaklığı [23-24].



Şekil 4.3. Magnetron sıçratma tekniği ve elektron hareketi.

Bu teknoloji son on yılda Avrupa’da ve ABD’de hızlı bir şekilde gelişti. Bu gelişme birçok piyasa sektöründe yüksek kaliteli fonksiyonel filmler için talebin artmasından kaynaklanmıştır [25].

Magnetik alana dik doğrultuda hareket eden elektron magnetik alan tarafından dairesel yörüngede hareket etmeye zorlanır ve Şekil 4.3.’de görüldüğü gibi sarmal (helozenik) şekilde dolanarak hareket eder. Bu sarmal dolanımın yarıçapı ve frekansı magnetik alanın büyüklüğüne, elektronun, elektrik ve magnetik alanla etkileşimi ise $\mathbf{ExB}$ alanının büyüklüğüne ve yönelimine bağlıdır. Eğer magnetik alan katod (target) yüzeyine paralel ve elektrik alan yüzeye dik ise yüzeyden kopan elektron hızlanacak ve magnetik alan etrafında sarmal olarak dolanacaktır. İyonlaşan elektronlar ise ivmelenecek ve altlığa ulaşarak yüzeyde birikecektir.

4.3. Kullanım Alanları

PVD ile yapılan kaplamalar, kaplamanın geniş sıcaklık aralığında yapılabilmesi kaplanacak malzemenin stokiometrisinin önemli olmaması, simetrik ve asimetrik yüzeylerin düzgün olarak kaplanabilmesi gibi avantajlarından dolayı geniş kullanım alanına sahiptir.

Malzemenin yüzey özelliklerini değiştirmek amacıyla yapılan işlemler hem onlara yeni fiziksel özellikler kazandırmakta ve böylece malzemenin daha uzun ömürlü olmasını temin etmesi bakımından malzeme israfını önleyerek ülke ekonomisine katkıda bulunmaktadır. Yüzey işlem teknolojileri özellikle 90’lı yıllardan sonra önem kazanmış olup, hem klasik hem de modern teknolojilere dayanan yüzey işlemleri teknolojisi yaygın kullanılmaya başlanmıştır [12].

İleri teknoloji malzemeleriyle tanışan tüketici firmalar, üretici firmalardan sürekli olarak daha üstün performanslı ürün talebinde bulunmaktadırlar. Bazı durumlarda dekoratif ve üstün özellikli ürünlerin elde edilebilirliği yüzey kaplama işlemleriyle malzeme yüzeyinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin değiştirilmesi yoluyla mümkün olmaktadır. Endüstriyel uygulamalarda yüzey kaplama teknolojileri optik amaçlı, elektrik-elektronik sanayinde kullanım amaçlı, tribolojik amaçlı olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır [26].

Günümüzde TiN, AlTiN, CrN kaplamalar yaygın olarak yapılmaktadır. TiN kaplamalar çok geniş bir kullanım yelpazesine sahiptir. Dekoratif, tıbbi implantlar, en geniş olarak ise kesme kalıplarında ve kesici takım kalıplarında yüksek performans sağlayan kaplamalardır.

AlTiN kaplamalar yüksek ısının takıma zarar verdiği uygulamalarda kullanılır. En yüksek oksidasyon ısısına sahip kaplamalardır. Elmas frezelerde, klavuzlarda, zaman zaman yüksek ısının olduğu cam kalıplarında, alüminyum enjeksiyon kalıplarında kullanılmaktadır.

CrN kaplamalar düşük sürtünme katsayısı ve kimyasal olarak karşısında çalıştığı malzeme ile etkileşime girmemesi ve yüksek sertliği sebebiyle çizilmelerin önüne geçen kaplama çeşididir. Sıvama kalıpları, plastik-metal enjeksiyon kalıpları, kağıt kesme bıçakları gibi pek çok yerde kullanılabilir [27].

Gelecekteki uygulamalar için PVD işlemlerini cazip yapan faktörler:

- Bazı polimerik kaplamaların yanı sıra metal, alaşım ve seramik kaplamalar yapılabilir.
- Bir kaplamanın üzerine ikinci kaplama yapılabilir.
- Kaplama sonrasında numunenin yüzeyi son derece düzgündür.
- Yüzey pürüzsüz olduğundan ilave olarak taşlama ve parlatma işlemleri ortadan kalkar.
- Kaplamaların yüzeye yapışma mukavemeti yüksektir.
- Yüzeyde birikme hızının düşükten yükseğe değişmesi yüksek üretim hızı sağlar.
- PVD işlemlerinin hiçbirisi toksit madde açığa çıkarmaz, bu nedenle ekolojik açıdan sorun yaratmaz [6].

5. BÖLÜM

DENEYSEL TEKNİKLER

5.1. Numune Üretim Teknikleri

5.1.1 Magnetik Alanda Sıçratma

Ni, Ti ve Al kaplanmış düşük karbonlu çelik levhalardan 1,2x2.2 boyutlarında kesilerek hazırlanan numuneler Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi bünyesinde kurulan Yüzey Teknolojileri Araştırma ve Uygulama Laboratuvar'ındaki Reaktif Manyetik Alanda Sıçratma (RF Magnetron Sputtering) metoduyla kaplandı. Sıçratma, enerjik parçacıklar tarafından hedef yüzeyin bombardıman edilmesiyle, momentum değişimine bağlı olarak, koparılan parçacıkların kaplanacak parça (altlık) üzerinde biriktirilmesi esasına dayanan bir tekniktir. Yüksek enerjili parçacıklar, genellikle soygaz ve/veya reaktif gazın ya da kaplama malzemesi kaynağının pozitif iyonlarıdır. Sıçratılmış parçacıklar, hedef adı verilen kaplama malzemesinin kaynağından atomik bir halde fırlatılır. Altlık, sıçratılmış atomların ve diğer parçacıkların akışını kesecek şekilde yerleştirilir ve sıçratılmış atomlar da altlık malzemesi üzerinde yoğunlaşarak kaplamayı oluşturur.

PVD Magnetik kaynaklı sputtering (sıçratma) kaplama sistemi, root, rotary, mekanik ve difüzyon pompaları, paslanmaz çelik vakum odasından oluşan vakumlama sistemi ve kontrol ünitesinden oluşmaktadır. Vakum odası paslanmaz çelik malzemeden üretilmiş silindirik bir haznedir. Yaklaşık 645 x 110 x 12 mm boyutlarına sahip dikdörtgen prizma şeklindeki Ti, Al, TiAl, Cr, Zr, Cu, grafit vb. hedeflerin monte edilebileceği karşılıklı 2 adet magnetrona sahiptir. Sistemde 2 saatlik pompalama ile 1.10^{-5} mbar'lık vakum seviyelerine ulaşılmakta, kaplama 1-2 mtorr'luk basınçlarda gerçekleştirilmektedir.

5.2. Numune Analiz Teknikleri

5.2.1. X-Işını Toz Kırınım Analizi (XRD)

Magnetik alanda sıçratma yöntemiyle kaplanan numunelerin Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'ndeki Bruker AXS D8 Advance model X-Işınları toz difraktometresi ile oluşan fazlar ve kristal yapıları incelendi. Numunelerin yapısal karakterizasyonu, $\text{CuK}\alpha(\lambda=1.542\text{\AA})$ radyasyonu ile, $3-90^\circ$ aralığı 2θ difraksiyon açısı taranarak XRD kırınım desenleri çekilmiştir Aynı zamanda numunelerin amorf yapıda olup olmadıkları belirlendi. Verilerin değerlendirmesi sistem bilgisayarında yüklü olan XRD Evaluation adlı paket programı yardımıyla yapıldı.

XRD sistemi; çoğunlukla ağır elementlerden oluşan, katı anorganik ve kristal maddelerin araştırılmasına uygun bir aletsel tekniktir. Teknik, süperiletkenler, seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, korozif maddeler, çelik, kaplama malzemeleri, maden analizleri, toprak analizleri, safsızlık dope edilmiş yarıiletkenler, böbrek ve mesane taşları, çimentolar, doğal veya yapay mineraller, herhangi bir malzemenin içerdiği bileşik veya elementlerin tayini, inorganik polimerler, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin araştırılması, bazı kristallerin veya amorf kompleks bileşiklerin incelenmesi gibi bir çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir.

5.2.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi Analizi (EDX)

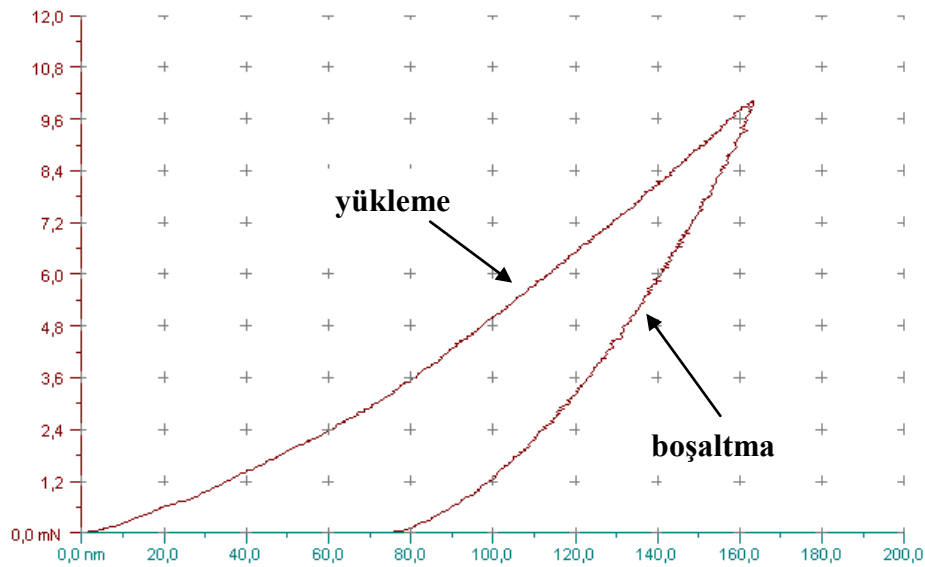
Numunelerin yüzeylerinden ve ara kesitinden elektron mikroskobu ile mikro yapılarının incelenmesi Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'ndeki LEO 440 model taramalı elektron mikroskobu ile yapıldı. Taramalı elektron mikroskobu sistemi (SEM) tamamen dijital olup bilgisayar kontrolü ile çalışmaktadır. $5\times 300.000\times$ arası büyütme kapasitesine sahiptir. Elektron kaynağı tungsten filamenttir. Secondary ve geri saçılma elektron detektörüne sahiptir. Yüzey mikro yapıyı görüntüleyerek tanecik boyutu ve farklı kristallagrafik fazları tespit etme kabiliyetine sahiptir. Ayrıca numunelerin farklı bölgelerinden nokta analizleri alınabilmektedir. Kaplanan

numunelerin dik kesitinden görüntü alabilmek için numuneler orta yerinden kesildi ve bakalıte alındı. Parlatma ve dalgama işlemlerinden sonra EDX analizleri yapıldı.

5.2.3. Nano Sertlik Analizi

Numunelerde kaplamanın sertliği kaplanan malzemenin sertliğinden bağımsız olarak ölçüldü. Sertlik ölçümleri, Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Yüzey Teknolojileri Araştırma ve Uygulama Laboratuar'ında ki CSEM model nano sertlik ölçüm cihazı ile gerçekleştirildi.

Nano sertlik ölçümü ince kaplamaların yüksek hassasiyette sertliklerinin ve mekanik özelliklerinin ölçülmesinde kullanılır. Çizilen yükleme-boşaltma eğrisi ve batıcı ucun temas alanından faydalananak önceden kalibre edilerek oluşturulmuş bir formüle göre sertlik ve elastiklik modülü değerleri otomatik olarak hesaplanır. Şekil 5.1.'de bir nano sertlik testinden elde edilen yükleme-boşaltma eğrisi verilmiştir. Teorikte grafik Şekil 5.1.'de görüldüğü gibi orijinden başlamalıdır. Ancak bazı kaplamalarda sıfırdan başlamadığı görülür. Bunun sebebi kaplamaya batan ucun (elmas uç) çukur ya da çatlağa denk gelmesidir. Bu durumda, beklenen değerden daha düşük sertlik değeri elde edilir. Numunenin farklı bölgelerinden alınan ölçümlerin ortalama değeri sertlik değeri olarak kaydedilir.



Şekil.5.1. Nano sertlik ölçümünde yükleme - boşaltma eğrisi.

5.2.4. Kaplama Kalınlığının Ölçümü

Numunelerin kalınlıkları Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Yüzey Teknolojileri Araştırma ve Uygulama Laboratuvarı'nda CSEM-CALOTEST model kalınlık ölçme cihazı ile ölçüldü. Ayrıca film kalınlıkları SEM görüntüsü üzerinden de ölçüldü. Her iki ölçümün de küçük sapmalar dışında uyumlu olduğu görüldü.

Küresel abrazyon test metodu ile çalışan cihaz kaplama kalınlığının (tek ve çok tabaka) hesaplanmasında kullanılır. Çok çeşitli malzemelere uygulanabilme özelliği vardır. Kalınlığı 0,5µm'nin üzerinde olan kaplamalar bu cihazla duyarlı olarak ölçülebilir.

6. BÖLÜM

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

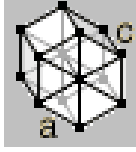
6.1. Giriş

Ni, Ti ve Al kaplanmış çelik levhalardan hazırlanan metal altlıklar RF magnetron sıçratma (sputtering) metodu ile TiN ve TiAlN ile tek tabakalı olarak, TiN-AlN olarak iki tabaka ve TiN-AlN-TiN-AlN... sıralı olarak on iki tabaka olarak kaplanmıştır. Kaplanan numuneler XRD, SEM ile mikroyapısal olarak incelendi. EDX spektrometresi ile elementel analizleri yapıldı. Kaplamaların nano sertlikleri ölçülerek kaplanmamış altlıklarınki ile karşılaştırılarak kaplamaların malzemelerin yüzey sertliğine etkisi incelendi. Kaplama kalınlıkları ölçüldü ve kaplamanın numuneye yapışma mukavemeti incelendi.

6.2. Numunelerin Hazırlanması

Kaplama yapılacak altlıklar Alfa Aesar firmasından %99.2 saflıkta ve 20x20cm boyutta Ti, %99 saflıkta ve 20x30 cm boyutta Ni ve %99 saflıkta ve 20x30cm boyutta Al kaplama olarak temin edildi. 0.5mm kalınlıktaki Ti, 0.127mm kalınlıktaki Ni ve 0.3mm kalınlıktaki Al kaplama plaka şeklinde olduklarından giyotinle 1.2x2.2cm² boyutlarında kesilerek küçük parçalara bölündü. Altlık olarak seçilen Ti, Ni ve Al altlıkların bazı özellikleri sırasıyla Tablo 6.1, Tablo 6.2 ve Tablo 6.3.' de verilmiştir.

Tablo 6.1. Ti metalinin özellikleri ve kullanım alanları.

Ti METALİ	
ÖZELLİKLERİ	
Titanyum mekanik mukavemet açısından çelikten dayanımı daha yüksek, ağırlık açısından alüminyum ile kıyaslanabilecek kadar hafif, bilinen bütün metaller arasında en yüksek korozyon dayanımına sahip, neredeyse bütün kimyasal etkilere karşı dirençli, düşük yoğunluklu, kolay işlenebilir bir metaldir. Çelik kadar sağlam olduğu halde çelikten yaklaşık %45 daha hafiftir. Atom numarası : 22 Kütle numarası : 47,867 Yoğunluk : 4,54 g/cm³ Erime sıcaklığı : 1668°C Kaynama sıcaklığı : 3287°C Kristal yapısı : Heksagonal 	
KULLANIM ALANLARI	
Çatı ve cephe kaplaması olarak, boya ve lastik sektöründe, ayrıca UV dayanıklılığını artırıcı katkı malzemesi olarak kullanılır (TiO₂). Diş implantı malzemesi olarak sabit/hareketli protetik restorasyonlarda, ortodontik braket ve tellerde, cerrahi el aletlerinde, uzay mekiği, uçak gövdelerinde kullanılmaktadır. Ortopedi, diz ve kalça protezi, kraniyo-fasial cerrahi, el cerrahisi ve plastik rekonstrüktif cerrahide implant, mesh plaka, mini plak, orbital plak malzemesi olarak ve cerrahi aletlerin üretiminde kullanılmaktadır. Ayrıca piercing yapımında da kullanılmaktadır. Deniz suyunun aşındırıcı özelliğine karşı dirençli olması nedeniyle deniz suyunun tatlı suya dönüştürüldüğü işletmelerde ve deniz araçlarının denize temas eden yüzeylerinin kaplanmasında, kızıl ötesi ışığı yansıtma özelliğine sahip olması nedeniyle bazı boyaların yapımında kullanılmaktadır.	

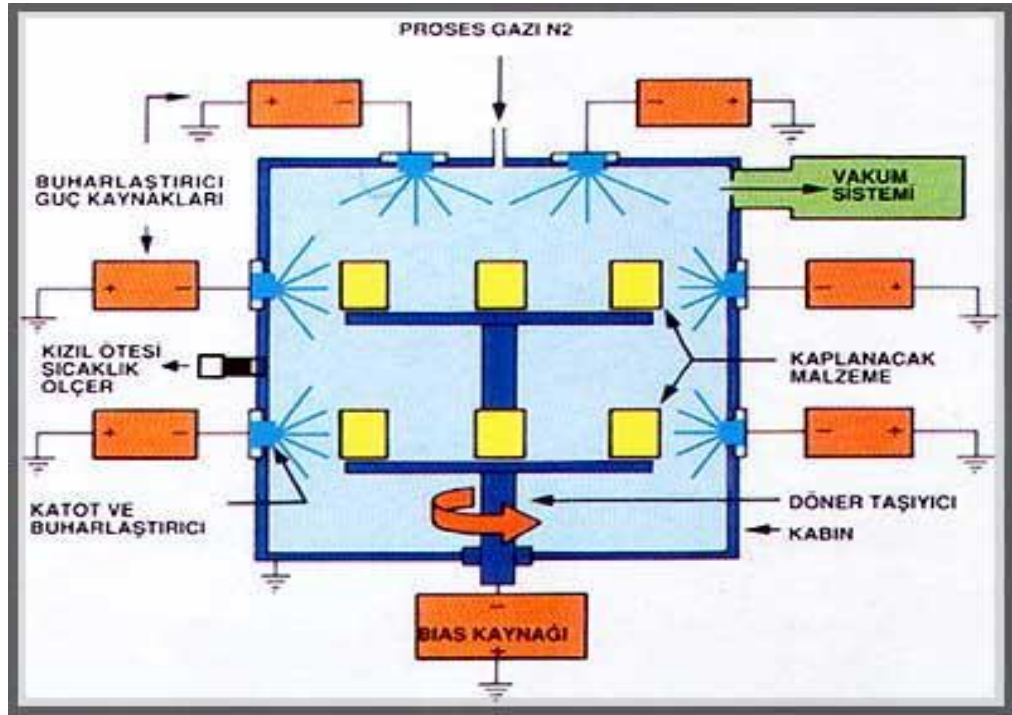
Tablo 6.2. Ni metalinin özellikleri ve kullanım alanları.

Ni METALİ	
ÖZELLİKLERİ	
Paramanyetik özelliğe sahiptir, aşınmaya karşı dirençli bir metaldir. Saf ya da düşük alaşımlı nikel (C, Si, Mn, S, Fe, Ti, Mg) özellikle pek çok kimyasal etkene karşı iyi bir direnç gösterir. Kusursuz parlaklığını atmosfer korozyonu altında yitirmemesi nedeniyle geniş ölçüde kullanılır.	
Atom numarası	: 28
Kütle numarası	: 58,693
Yoğunluk	: 8.9 gr/cm ³
Ergime sıcaklığı	: 1455°C
Kaynama sıcaklığı	: 2913°C
Kristal yapısı	: Yüzey merkezli kübik
	
KULLANIM ALANLARI	
Malzemelerin yüzeylerinin elektrolitik kaplanmasında, alaşımların elde edilmesinde, pillerin ve akülerin yapımında, özel çelik yapımında, hidrojenasyon reaksiyonlarında katalizör olarak, madeni paraların yapımında ve cama yeşil renk vermek amacıyla kullanılmaktadır.	

Tablo 6.3. Al metalinin özellikleri ve kullanım alanları.

Al METALİ	
ÖZELLİKLERİ	
Alüminyum, yumuşak ve hafif bir metal olup mat gümüşümsü renktedir. Alüminyum zehirleyici ve manyetik değildir. Yoğunluğu çeliğin veya bakırın yaklaşık üçte biri kadardır. Kolaylıkla dövülebilir, makinede işlenebilir ve döküm yapılabilir. Çok üstün korozyon özelliklerine sahip olması, üzerinde oluşan oksit tabakasının koruyucu olmasındandır. Endüstrinin pek çok kolunda milyonlarca farklı ürünün yapımında kullanılmakta olup, dünya ekonomisi içinde çok önemli bir yeri vardır. Atom numarası : 13 Kütle numarası : 26,982 Yoğunluk : 2,70 gr/cm³ Ergime sıcaklığı : 660,32 °C Kaynama sıcaklığı : 2519 °C Kristal yapısı : Yüzey merkezli kübik	
	
KULLANIM ALANLARI	
Alüminyum genel manada soğutucu yapımında, spot ışıklarda, mutfak gereçleri yapımında kullanılır. Alüminyumdan üretilmiş yapısal bileşenler uzay ve havacılık sanayi için vazgeçilmezdir. Hafiflik ve yüksek dayanım özellikleri gerektiren taşımacılık ve inşaat sanayisinde geniş kullanım alanı bulur.	

1.2x2.2 cm² boyutlu altlıkların; basınç, sıcaklık, bias voltajı, kaplama süresi, hedef (target) gücü, Ar ve N₂ gaz akışı gibi farklı kaplama parametreleriyle kaplandığı deney düzeneğinin şematik gösterimi Şekil 6.1.' de verilmiştir.



Şekil 6.1. Reaktif magnetron sıçratma sistemi.

6.3. Kaplama Çeşitleri

6.3.1. TiN Kaplamalar

TiN kaplamalar ilk üretilen ve hala yaygın olarak kullanılan genel kesme amaçlı kaplamalardır. Matkap uçları, frezeler, bıçaklar, kesme kalıpları gibi birçok takım ve kalıpta kullanılmaktadır. Kaplanan metallerin ömründe 3-30 kat arasında artış sağlamaktadır.

Ti, Ni ve Al kaplı altlıklar, dört farklı kaplama parametresi kullanılarak TiN ile kaplandı. Kaplama parametreleri Tablo 6.4'de verilmiştir. Numuneler bundan sonra altlık-kaplama numarası formatında adlandırılmıştır. (örneğin Ti-1: Ti altlık üzerine 1 numaralı kaplama parametresi ile kaplanan numuneyi tanımlar) Tüm kaplama

işlemlerinden önce altlıklar 15 dakika alkolde, 15 dakika asetonda ultrasonik olarak temizlendikten sonra kaplama cihazının haznesine yerleştirildi.

Tablo 6.4 TiN ince filmler için kaplama şartları.

Kaplama no	Basınç (torr)	Sıcaklık (°C)	Bias voltajı (volt)	Kaplama süresi (saat)	Güç (watt)	Ar akışı (sccm)	N ₂ akışı (sccm)
1	0.001	130	81	2.5	Ti:5030	15,70	13,76
2	0.037	105	80	3	Ti:4000	15	0,134
3	0.037	100	85	3	Ti:5000	19	13,70
4	0.063	105	75	3	Ti:5000	18,40	12,50

Bu şartlar altında kaplanan numunelerin nano sertlikleri CSEM-NANO sertlik ölçme cihazı ile ölçüldü. Numunelerin sertlik değerleri Tablo 6.5.'de verilmiştir.

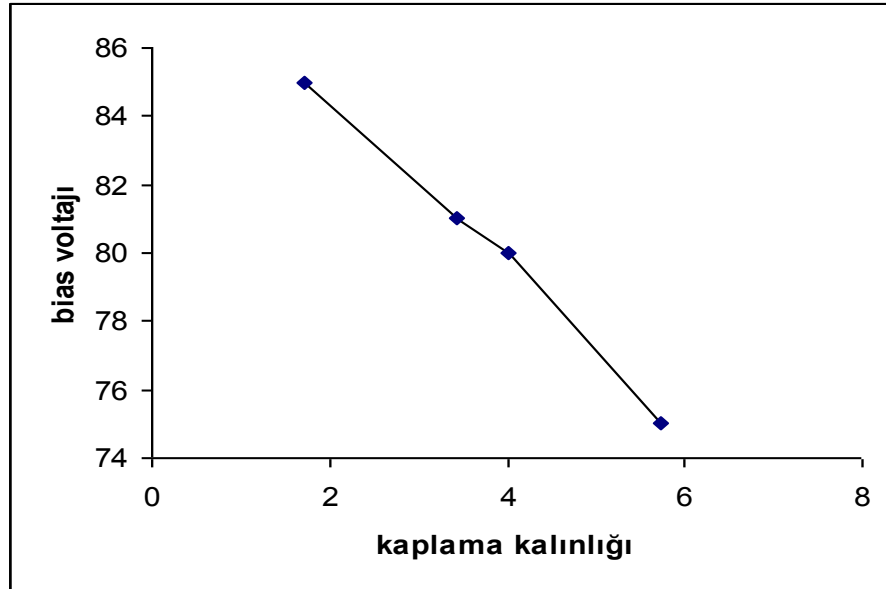
Tablo 6.5. TiN kaplanan numunelerin 10 mN yük altında ölçülmüş sertlik değerleri.

Kaplama no	Nano sertlik (HV)
1	1000
2	Çok değişken
3	Çok değişken
4	Çok değişken

2-3-4 kaplama şartlarında yapılan kaplamaların farklı bölgelerinden alınan sertlik değerleri çok değişken olduğu için ortalama sertlik değeri hesaplanamadı. Yapılan incelemeler doğrultusunda film kalınlıklarının artan bias voltajı ile azaldığı görülmüştür. Bunun nedeni yüksek voltaj değerlerinde iyonların hareketlerinin artması ve iyonizasyon enerjisinin yükselmesidir. Enerjisi artan iyonlar altlık üzerine

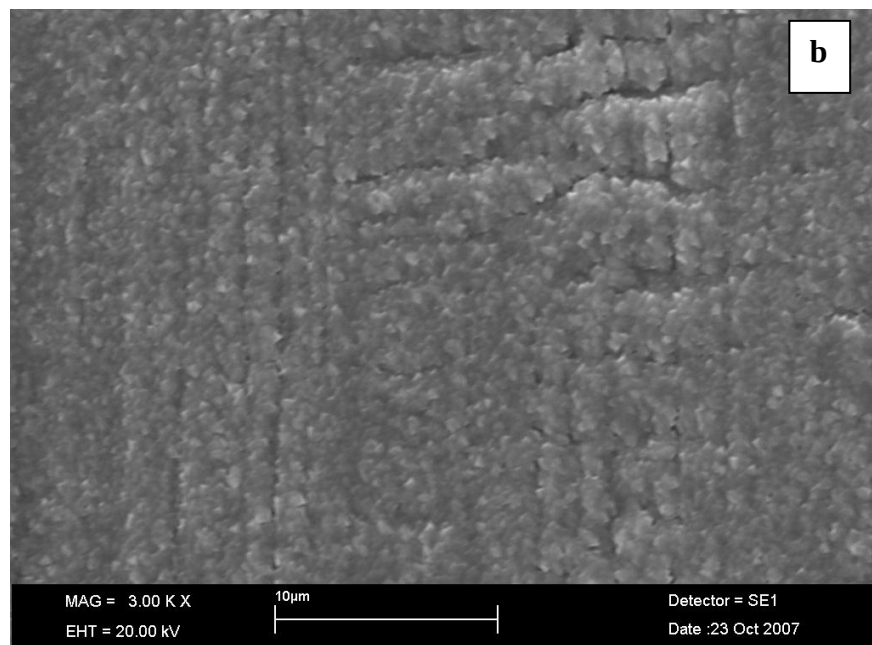
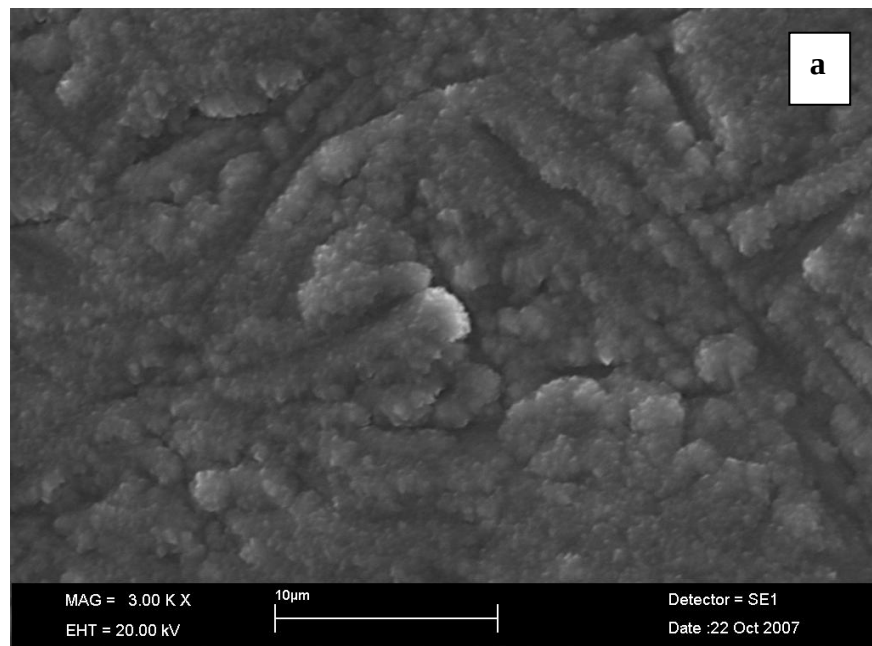
biriken kaplamadan atom koparır (resputtering) ve kaplama kalınlığı azalır. Bunun yanı sıra, düşük voltajlarda geri saçılan atomların filmlerin büyüme etkisine verecekleri katkı kalınlık artışına sebep olabilir [11].

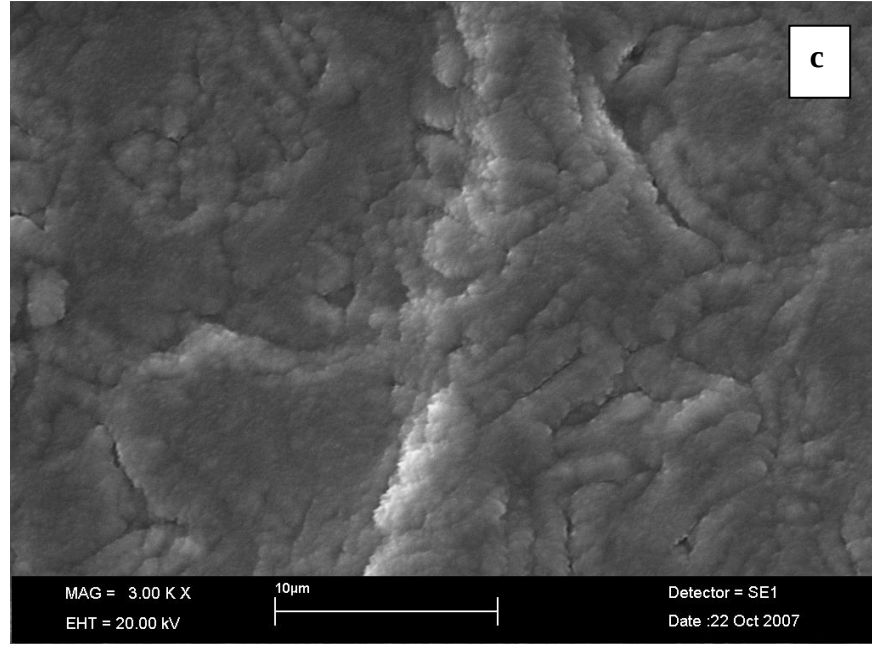
Artan bias voltajıyla film kalınlıklarındaki azalma Şekil 6.2.'de verilmiştir.



Şekil 6.2. TiN kaplamaların bias voltajına karşılık kaplama kalınlığı.

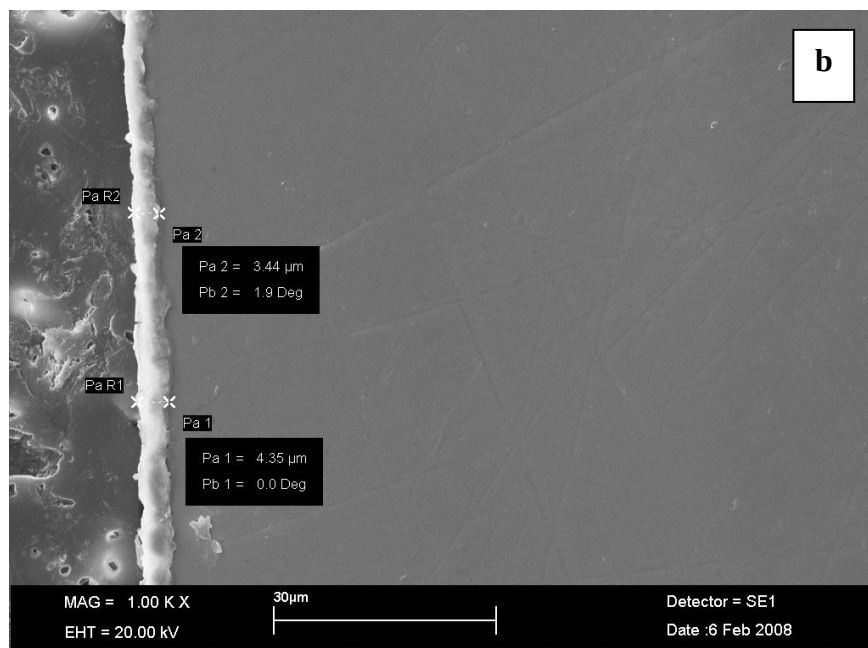
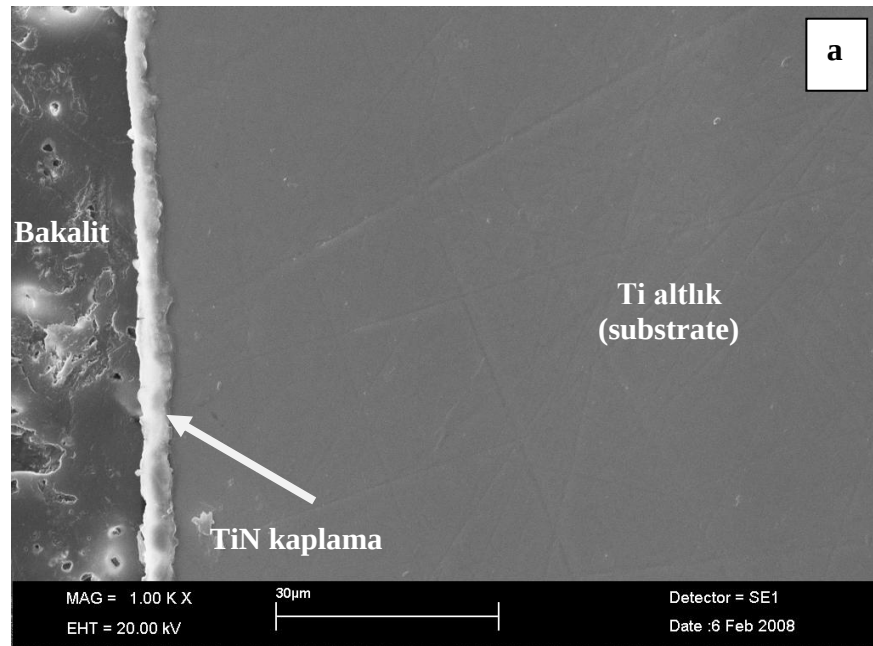
Numunelerin taramalı elektron mikroskopundan yüzey ve ara kesit görüntüleri elde edildi. Şekil 6.3.'de Ti, Ni ve Al kaplanmış düşük karbonlu altlıklar üzerine aynı şartlarda TiN kaplanmış numunelerin yüzey mikro yapıları verilmiştir. Ti altlık ve Al kaplama düşük karbonlu çelik altlık üzerine yapılan TiN kaplamasının yüzey mikro yapısı incelendiğinde yüzey parçacıklarının büyük olduğu, Ni altlık üzerine yapılan kaplamada ise küçük olduğu görüldü. Dolayısıyla Ni altlık üzerine yapılan kaplamada pürüzlülük daha azdır.

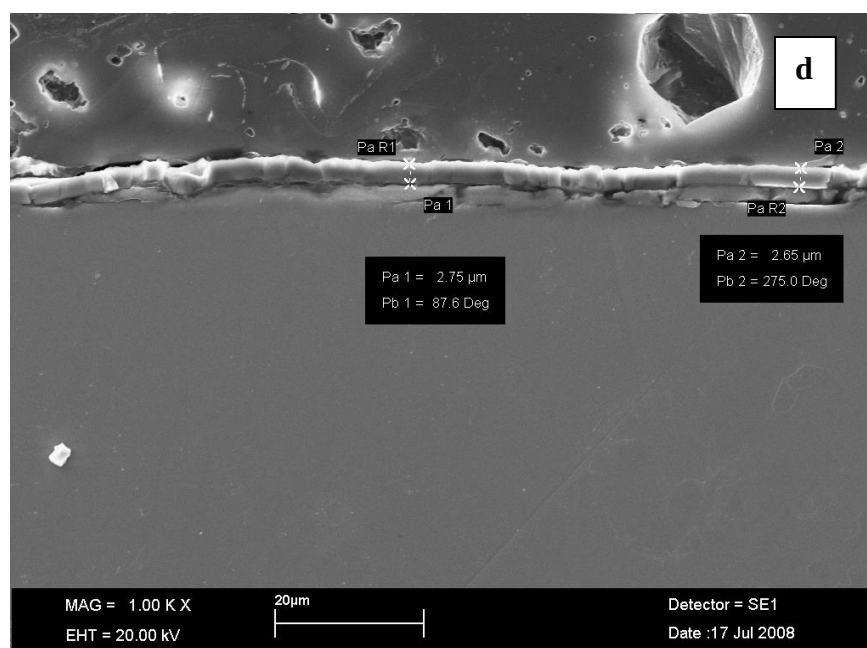
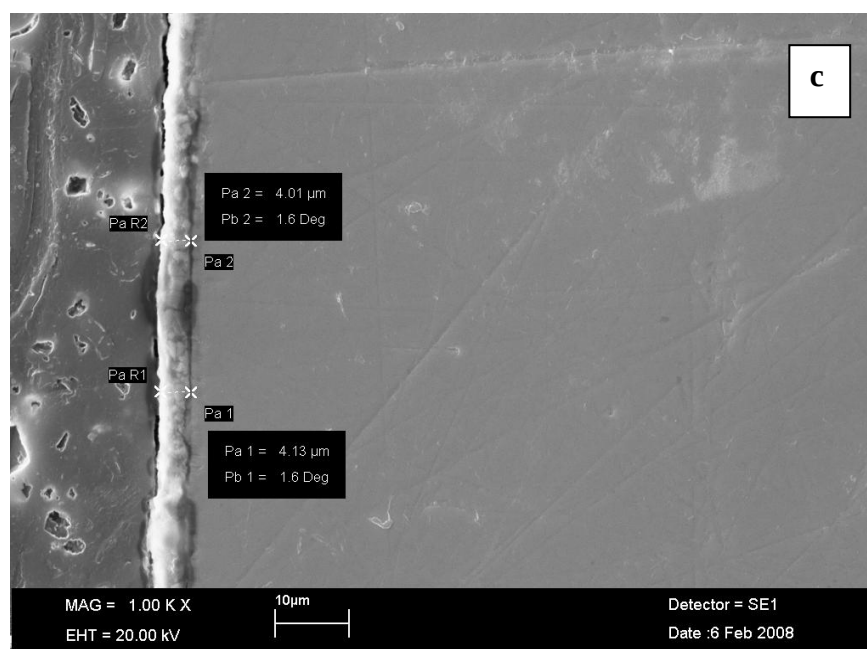


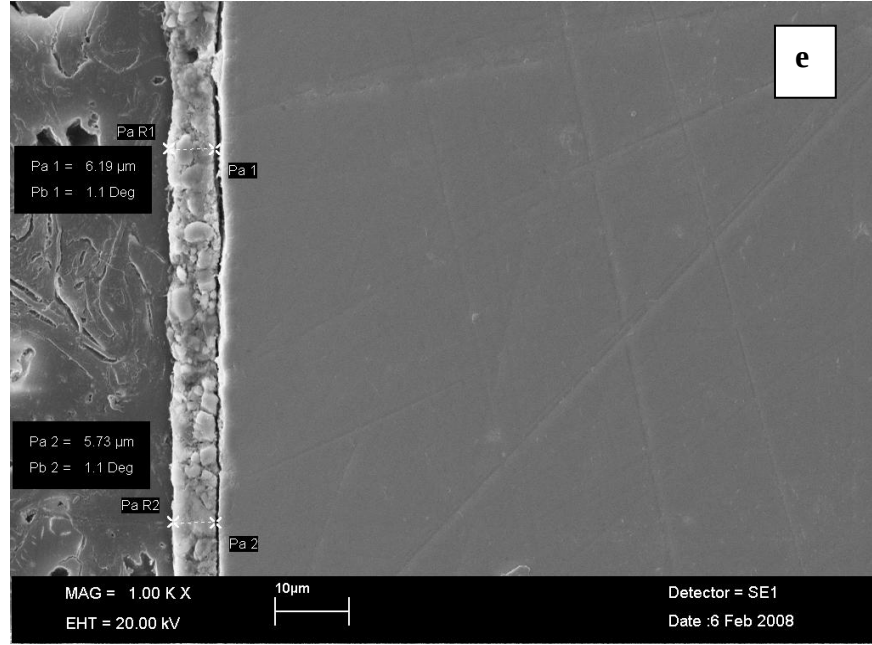


Şekil 6.3. (a) TiN kaplanmış Ti numunesinin yüzey mikro yapısı.
 (b) TiN kaplanmış Ni numunesinin yüzey mikro yapısı.
 (c) TiN kaplanmış Al kaplama düşük karbonlu çelik numunesinin mikro yapısı.

Film kalınlıkları yapılan kalibrasyon neticesinde ekran üzerinde ölçüldü. Bu ölçümlerin CSEM-CALOTEST kaplama kalınlığı ölçme cihazı ile yapılan ölçümlerle yaklaşık aynı olduğu görüldü. Şekil 6.3.'de Ti althığına ait farklı parametrelerle kaplanmış TiN kaplamasının SEM görüntüleri ve kaplama kalınlıkları verilmiştir.







Şekil 6.4. (a) TiN kaplanmış Ti numunesinin SEM görüntüsü.

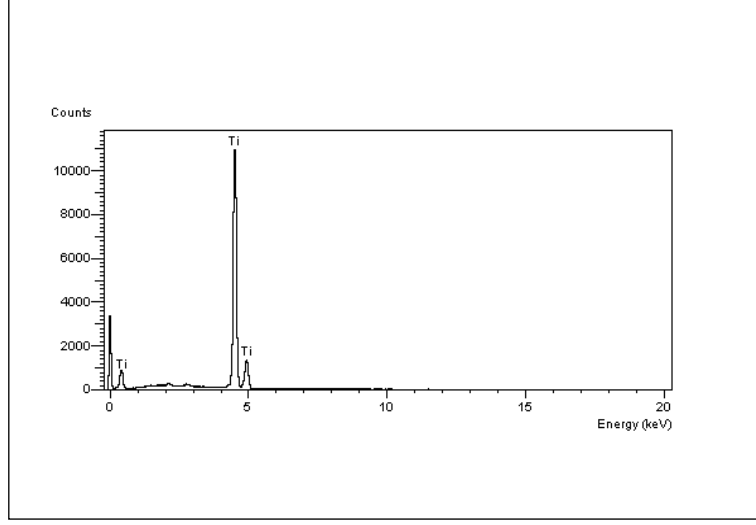
(b) Ti-1 numunesinin film kalınlığı.

(c) Ti-2 numunesinin film kalınlığı.

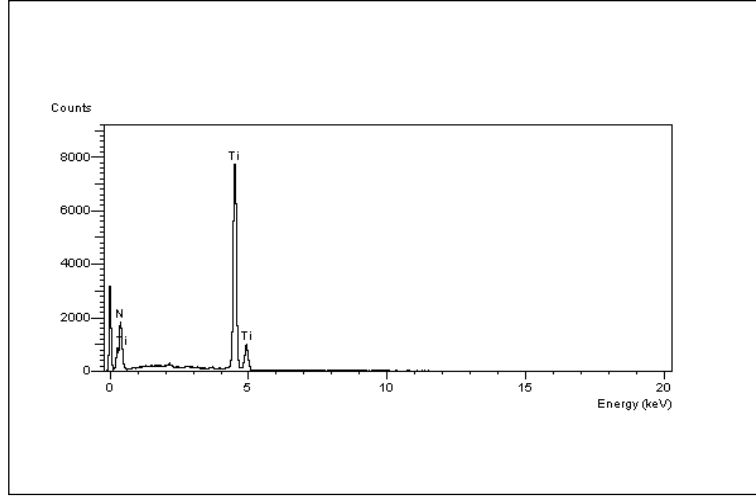
(d) Ti-3 numunesinin film kalınlığı.

(e) Ti-4 numunesinin film kalınlığı.

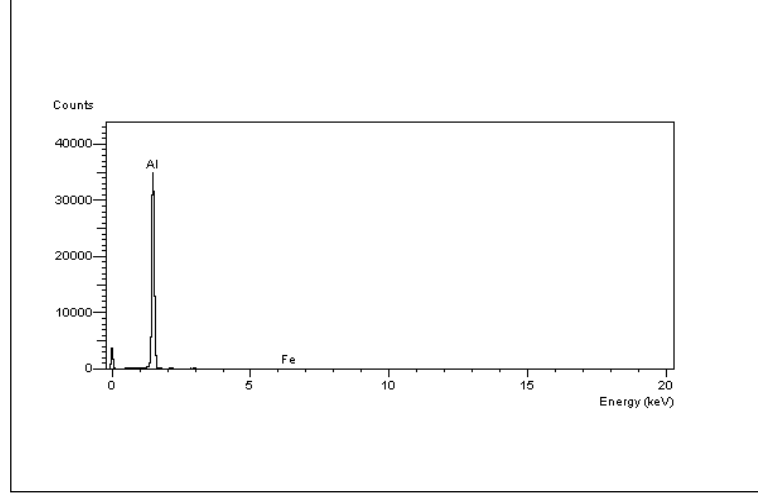
Şekil 6.5., Şekil 6.7., ve Şekil 6.9. sırasıyla Ti, Al kaplama ve Ni altlıların nokta analizini, Şekil 6.6., Şekil 6.8. ve Şekil 6.10. ise yine sırasıyla 1 şartlarında TiN kaplanan numunelerin nokta analizini verilmiştir.



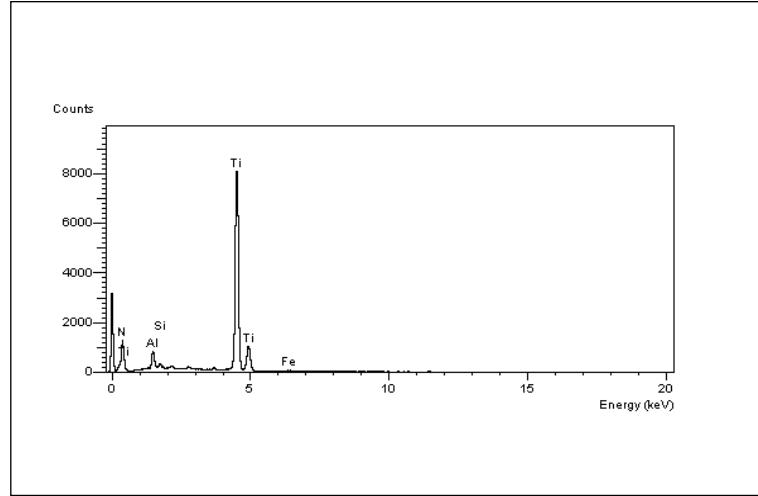
Şekil.6.5. Ti altlığının nokta analizi.



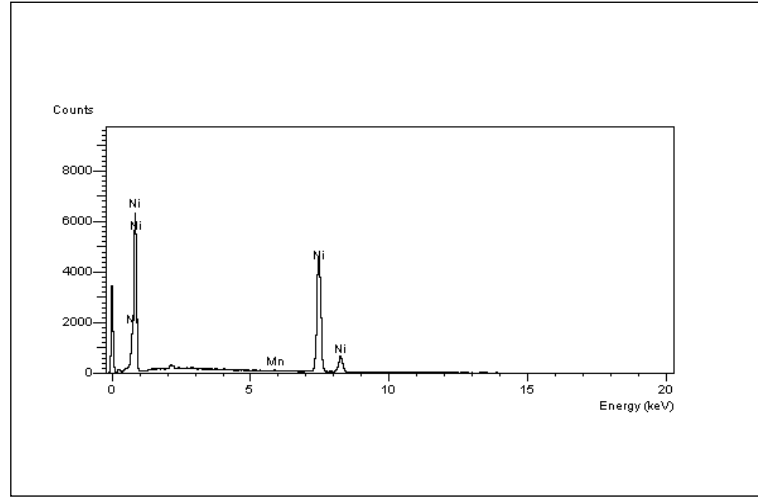
Şekil 6.6. Ti-1 numunesinin nokta analizi.



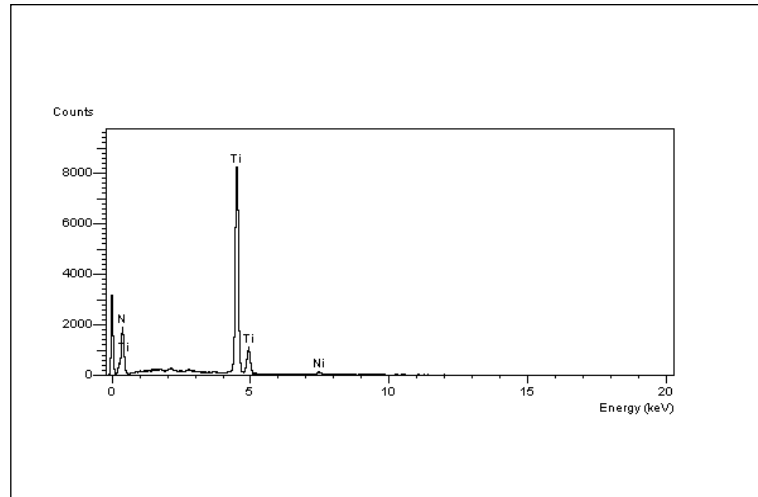
Şekil 6.7. Al kaplanmış altlığın nokta analizi.



Şekil 6.8. Al kaplama-1 numunesinin nokta analizi.



Şekil 6.9. Ni altlığın nokta analizi.



Şekil 6.10. Ni-1 numunesinin nokta analizi.

Bütün numunelerin nokta analizleri incelendiğinde kaplamaya ait Ti ve N piklerinin olduğu, altlığa ait piklerin şiddetlerinin ise kaplamadan dolayı azaldığı görüldü.

6.3.2. TiAlN Kaplamalar

TiAlN kaplamalar kesme işlemi sırasında yüksek sıcaklıklarda dahi düşük ısı iletkenliği ve kimyasal kararlılığı ile kesme bölgesindeki ısıyı kesici takıma aktarmaz. Böylece daha yüksek hızlarda çalışmaya olanak vererek daha hızlı üretim, daha az bakım, daha az bileme sağlayarak kesici takım ömrünün daha uzun olmasını dolayısıyla üretimin daha verimli olmasını sağlar. Ayrıca sertliği de bu alandaki önemini artırmaktadır.

Ti, Ni ve Al kaplı numuneler TiAlN kaplanırken 1 numaralı kaplama sırasında numuneler ortamda bulunan diğer numunelerin kirliliğinden dolayı benekler ve lekeler şeklinde kaplandı. Tekrar kaplama yapılabilmesi için numuneler bir gece asit temelli çözeltide bekletildi. Daha sonra 15' er dakika alkolle ve asetonla yıkandı. Kaplama şartları Tablo 6.6.'da verilmiştir.

Tablo 6.6. TiAlN ince filmler için kaplama şartları.

Kaplama no	Basınç (torr)	Sıcaklık (°C)	Bias voltajı (volt)	Kaplama süresi (saat)	Güç (watt)	Ar akışı (sccm)	N ₂ akışı (sccm)
1	0.003	125	75	1.5	Ti:5390	15,50	23,50
					Al:2058		
2	0.027	120	78	2	Ti:3425	15,50	17
					Al:2325		
3	0.032	78	70	3	Ti:2500	19	12
					Al:2500		

1 şartlarında yapılan kaplamalar homojen olarak elde edildi ancak yapışma mukavemeti çok iyi olmadı. Çünkü numuneler bir gece çözücüde bekletildiğinden yüzeylerde dağlama etkisi oluştu.

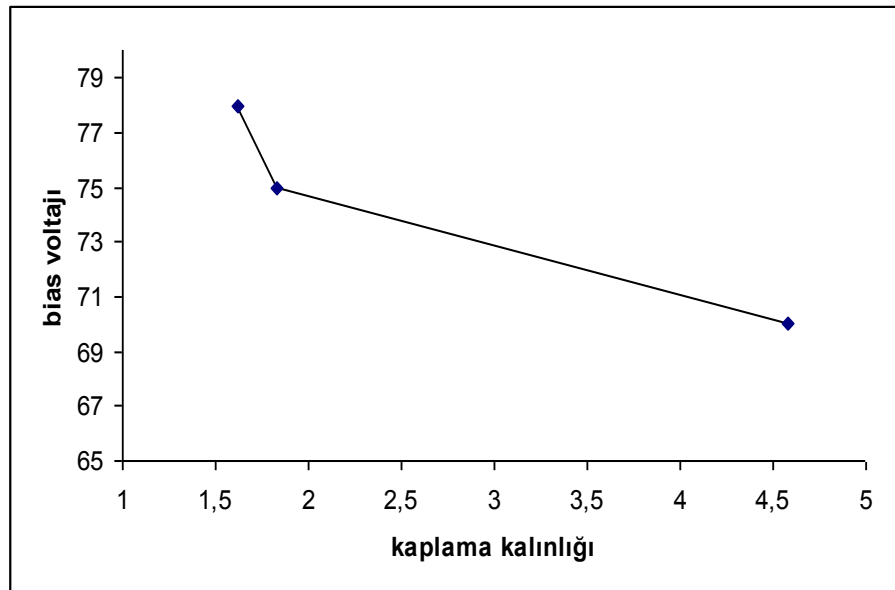
TiAlN kaplanan numunelerin sertlik değerlerinin TiN kaplamalara göre ortalama 4 kat daha fazla olduğu görüldü. Tablo 6.7'de TiAlN kaplanan numunelerin sertlik

değerleri verilmiştir. TiAlN kaplama yaparak malzemelerin sertliklerini artırmış olduk.

Tablo 6.7. TiAlN kaplanan numunelerin 10 mN yük altında ölçülmüş sertlik değerleri.

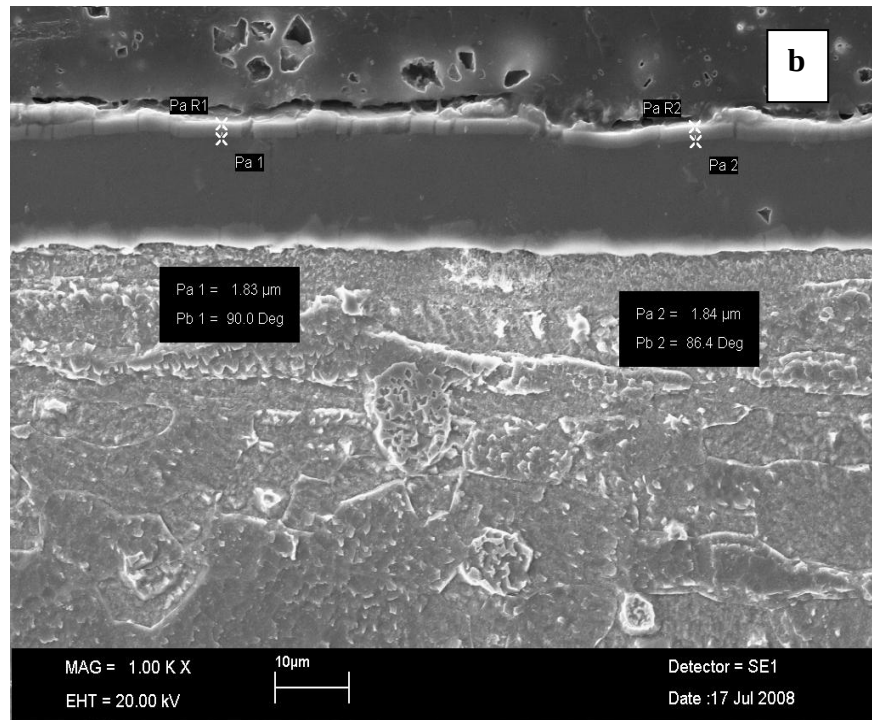
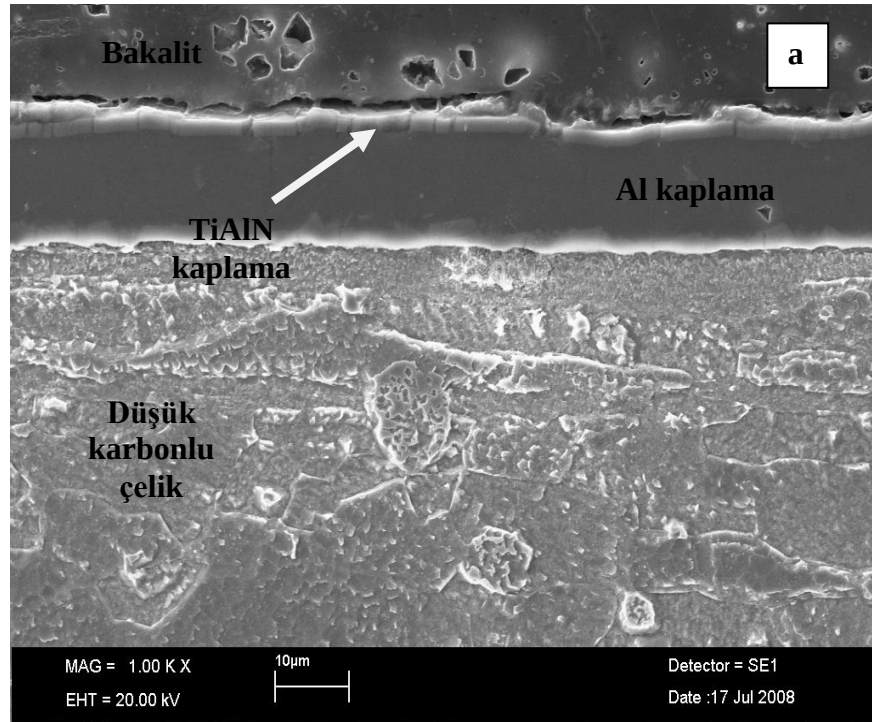
Numune no	Sertlik(HV)
1	4000
2	5900
3	3600

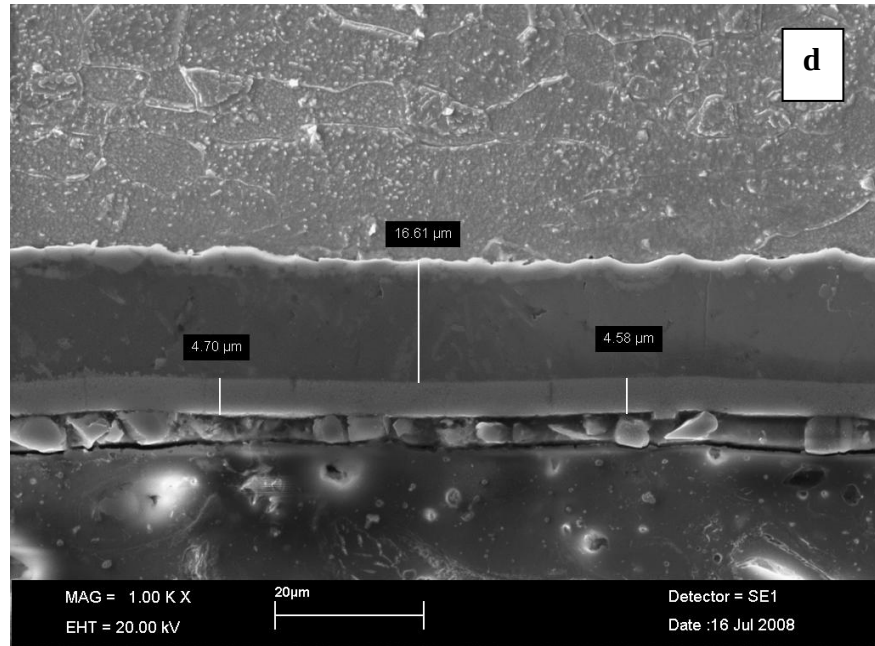
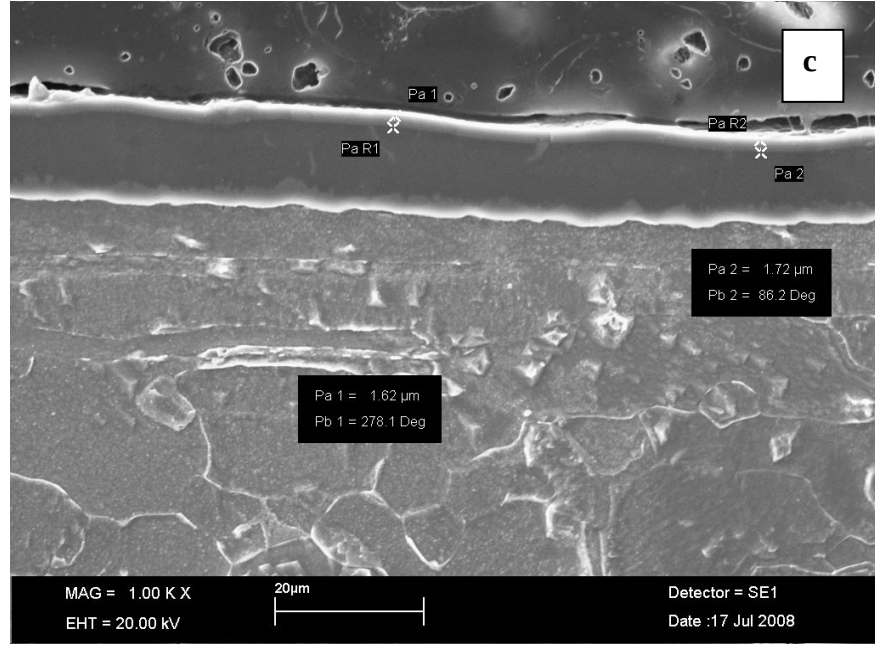
Şekil 6.11.'de görüldüğü gibi TiAlN kaplamalarda da artan bias voltajıyla kaplama kalınlığı azalmaktadır.



Şekil 6.11. TiAlN kaplamaların bias voltajına karşılık kaplama kalınlığı.

Şekil 6.12'de TiAlN kaplanan Al kaplama düşük karbonlu çelik numunesinin SEM görüntüsü ve film kalınlıkları verilmiştir.





Şekil 6.12. (a) TiAlN kaplanmış Al kaplama düşük karbonlu çelik numunesinin SEM görüntüsü.

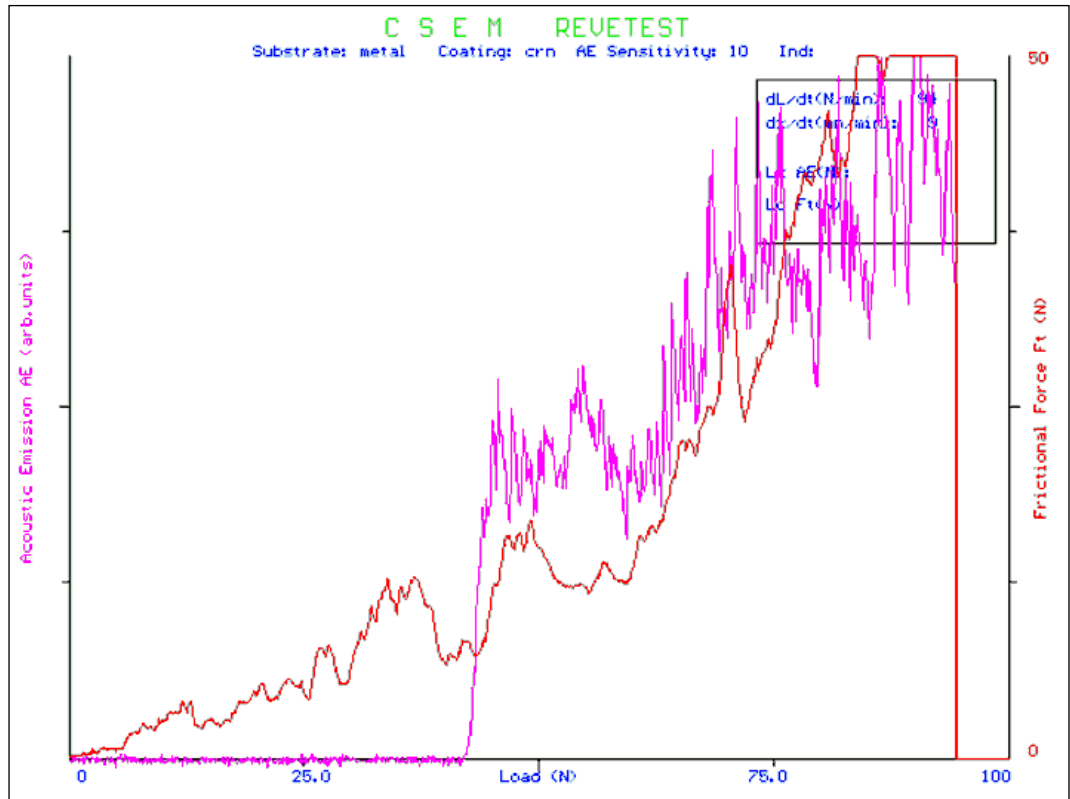
(b) Al kaplama-1 numunesinin film kalınlığı.

(c) Al kaplama-2 numunesinin film kalınlığı.

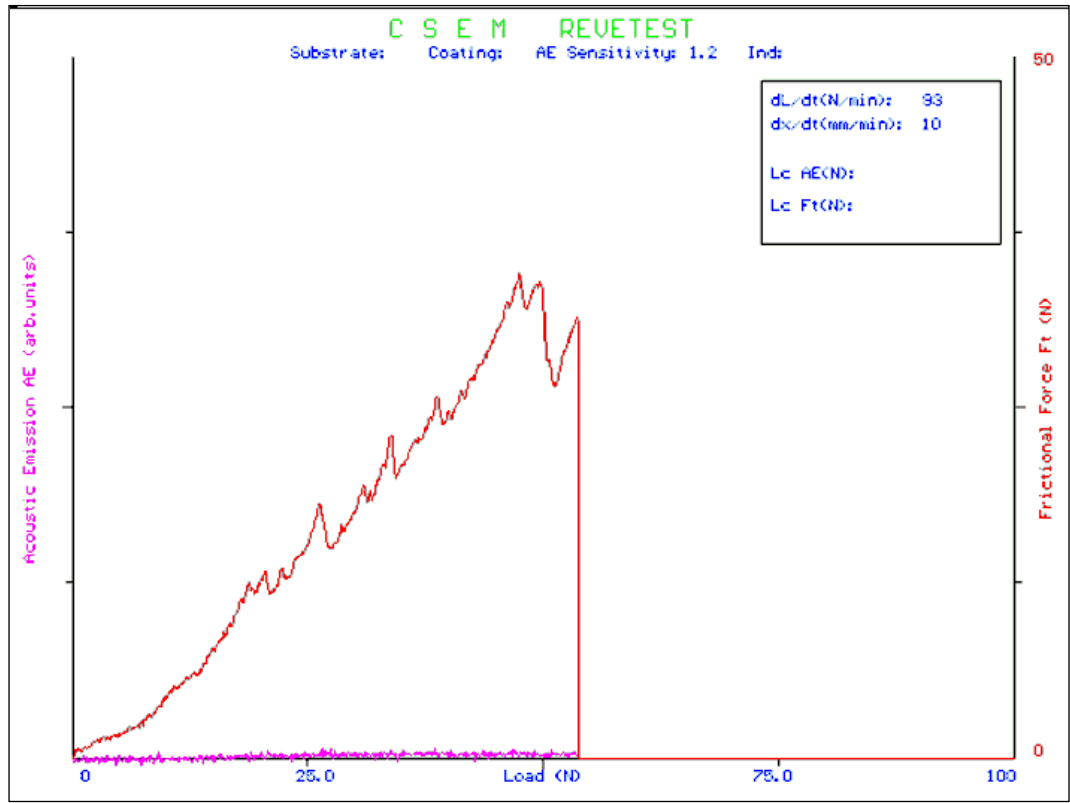
(d) Al kaplama-3 numunesinin film kalınlığı.

SEM fotoğraflarından en düzgün kaplamanın 3 şartlarında yapılan kaplama sonucunda elde edildiği görülmektedir.

Kaplamaların yapışma testi CSEM-REVETEST cihazıyla ölçüldü. Ancak altlıkların sertleştirilmiş metal olmamasından dolayı ölçüm sonucu alınamadı. Sert altlık üzerine yapılan kaplamanın yapışma test ölçümü Şekil 6.13.'de verildiği gibidir. Bizim numunelerinden birinin yapışma test ölçümü ise Şekil 6.14.'de verilmiştir.



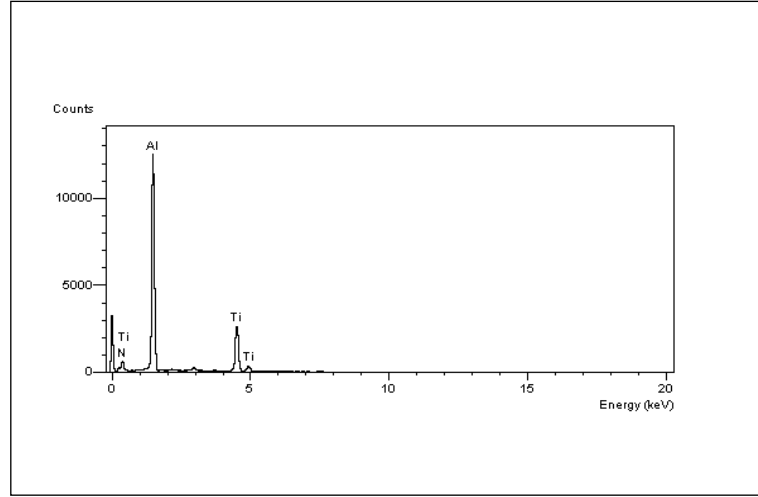
Şekil 6.13. Sert altlık üzerine yapılan kaplamanın yapışma testi.



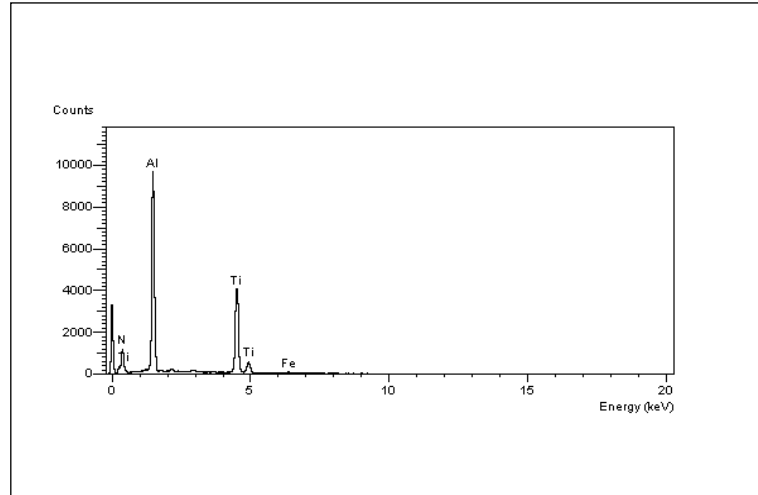
Şekil 6.14. Sert olmayan altlık üzerine yapılan kaplamanın yapışma testi.

Yapışma testinde akustik emisyon eğrisinin yaklaşık 50N'luk yüke kadar hiçbir pik vermemesi yük uygulanan ucun kaplamayı kırarak altlığa ulaştığını ve ölçümün alınamadığını gösterir.

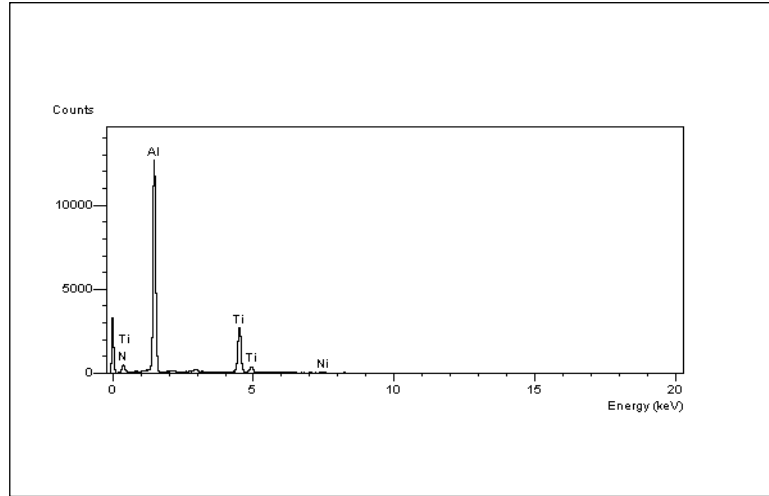
1 numaralı TiAlN kaplama şartlarında kaplanmış Ti, Al kaplama ve Ni numunelerinin nokta analizleri sırasıyla Şekil 6.15., Şekil 6.16.ve Şekil 6.17.'de verilmiştir.



Şekil 6.15. Ti-1 numunesinin nokta analizi.

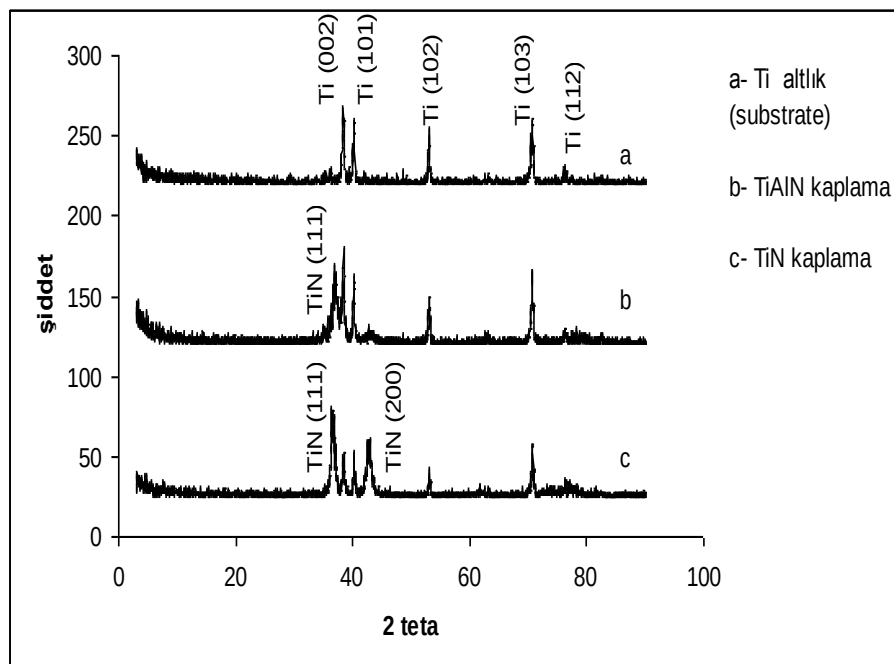


Şekil 6.16. Al kaplama-1 numunesinin nokta analizi.

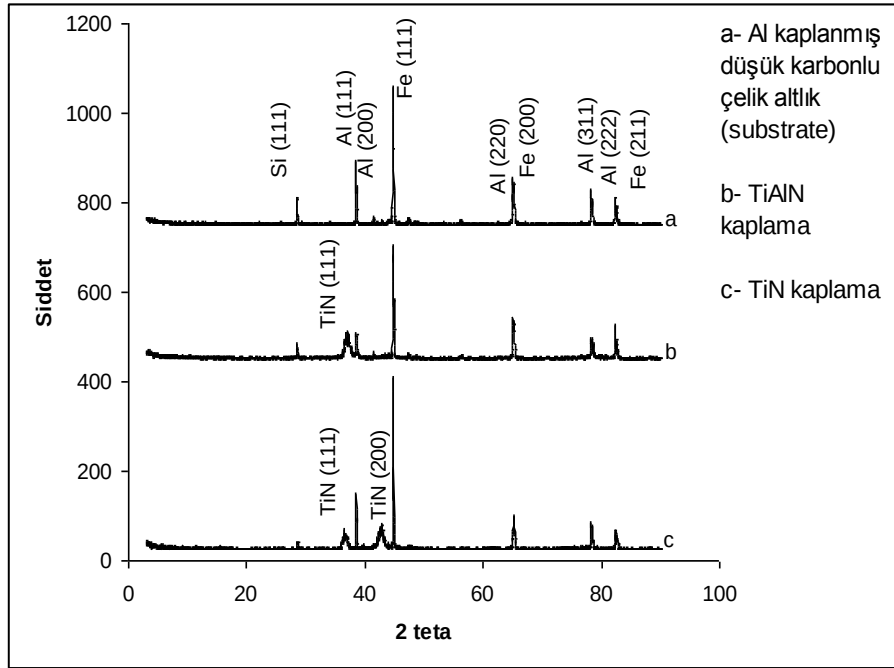


Şekil 6.17. Ni-1 numunesinin nokta analizi.

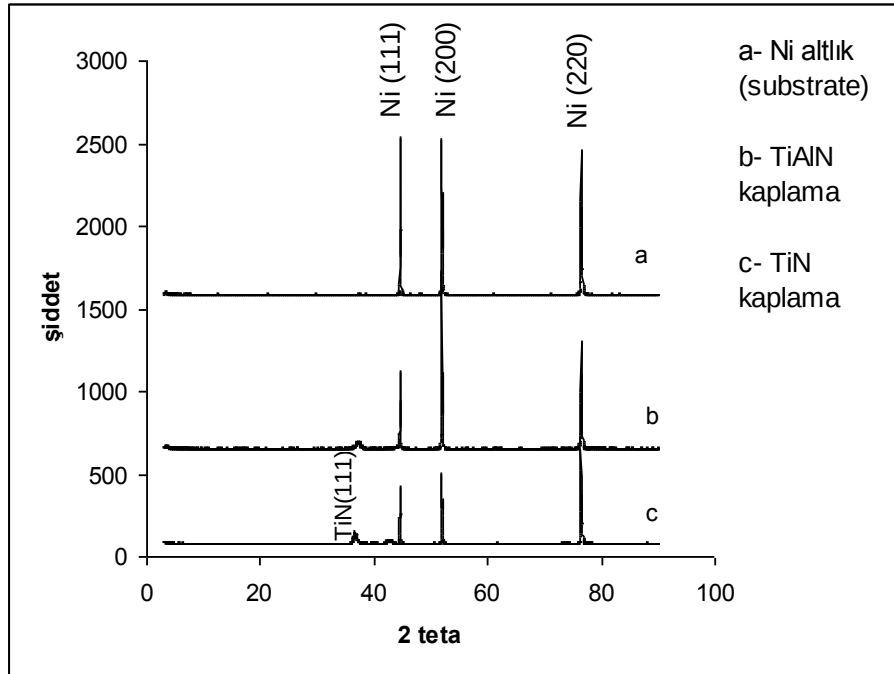
TiN ve TiAlN kaplanan numunelerin BRUKER AXS D8 ADVANCE marka X-ışını toz difraktometresi (XRD) ile birim hücre parametreleri ve oluşan yeni fazlar tespit edildi. Şekil 6.18.'de Ti, Al kaplama düşük karbonlu çelik ve Ni altlıklarının ve TiN, TiAlN kaplamaların XRD sonuçları görülmektedir. Her iki kaplama için XRD sonuçlarında tespit edilen TiN fazları EDX sonuçlarıyla uyumludur.



(a)



(b)



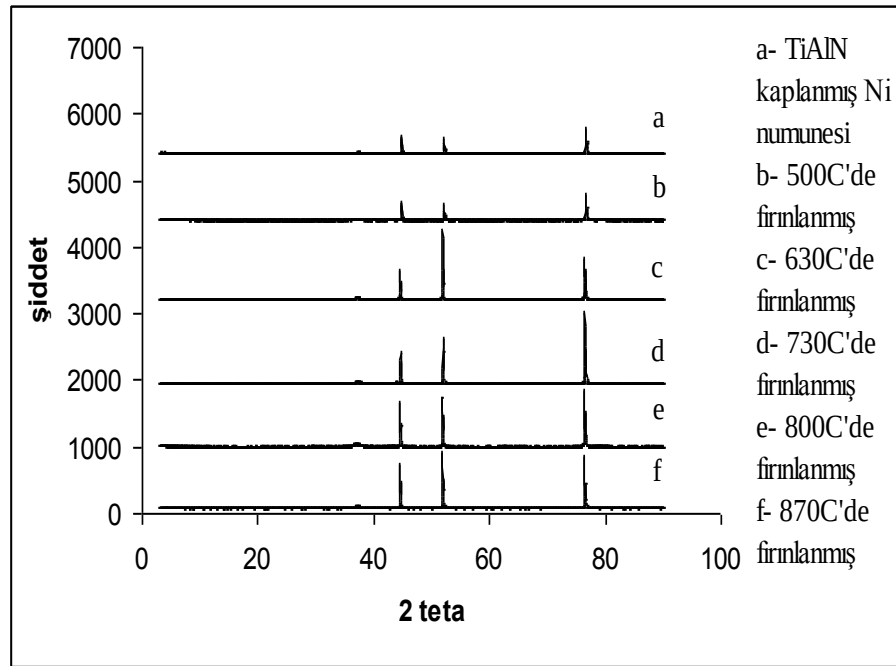
(c)

Şekil 6.18. (a) Ti altlık ve üzerine kaplanmış TiN ve TiAlN kaplamaların XRD spektrumu.

(b) Al kaplama düşük karbonlu çelik altlık ve üzerine kaplanmış TiN ve TiAlN kaplamaların XRD spektrumu.

(c) Ni altlık ve üzerine kaplanmış TiN ve TiAlN kaplamaların XRD spektrumu.

Ti ve Al kaplama altlıklar üzerine yapılan kaplamalarda TiN piklerinin Ni altlık üzerine yapılan kaplamalardaki TiN piklerinden daha kuvvetli olduğu görüldü. Ni altlık üzerine yapılan kaplamanın kaplama sıcaklığında kristallenmediği düşünülerek farklı sıcaklıklarda TiAlN kaplanan Ni numunesi fırındı. Şekil 6.19.'da farklı sıcaklıklarda fırınlanan Ni numunesinin XRD spektrumları bir arada verilmiştir.



Şekil 6.19. Farklı sıcaklıklarda fırınlanan TiAlN kaplanmış Ni numunesinin XRD Spekturumu.

Şekil 6.19.'dan da görüldüğü gibi Ni numunesi 870°C sıcaklığa kadar fırınlanmasına rağmen kristallenme elde edilemedi.

6.3.3. TiN-AlN Çok Tabakalı Kaplamalar

Çok katlı kaplamaların denenmesinin temel nedeni, malzemenin yüzey özelliklerinin geliştirilmesinde farklı yüzey tabakalarının bir arada kullanılmasıyla olumlu sonuçlar alınacağını düşünülmesidir. Çok katlı kaplamaların avantaj sağlamasının üç temel sebebi vardır.

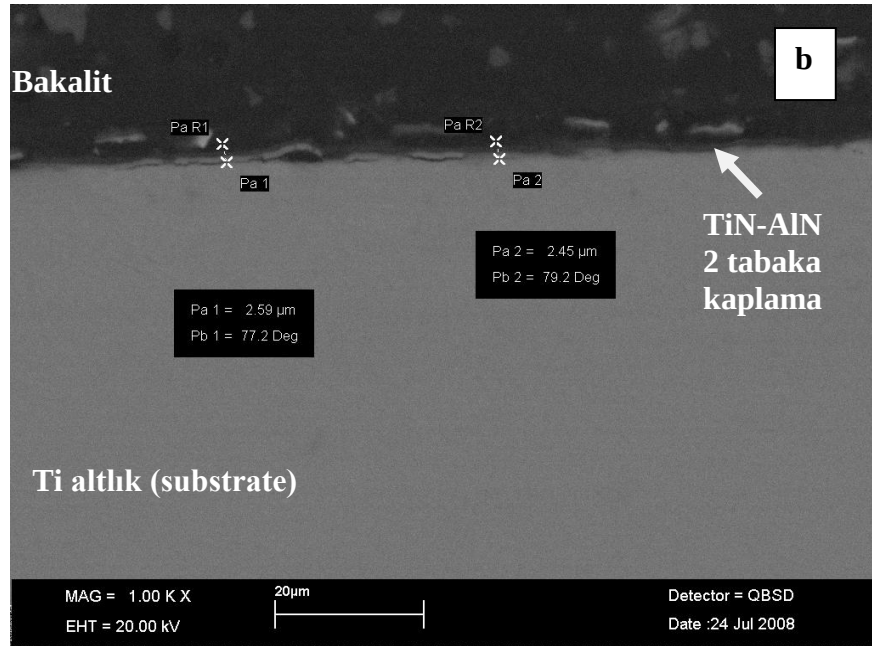
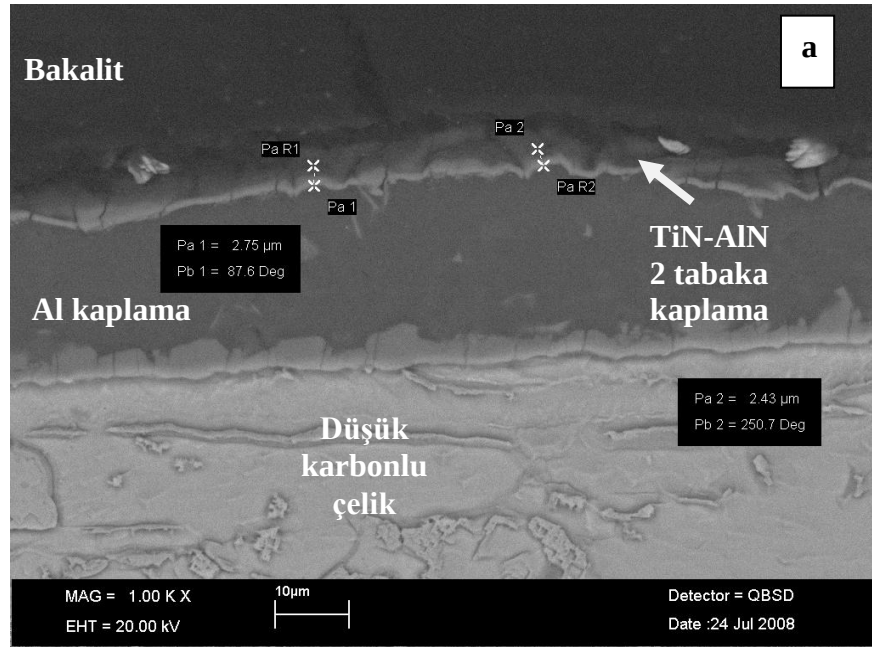
1. Ara yüzey tabakaları: Bu tabakalar kaplamanın taban malzemeye yapışma özelliğini artırmakta ve kaplama-taban malzeme sınırında yumuşak bir geçişe sebep olarak kaplamaya olumlu etki etmektedir.
2. Tekrarlanan tabakaların fazla sayıda olması: Farklı mekanik özellikteki çok sayıda ince filmin biriktirilmesi yüzeydeki gerilim konsantrasyonunu düşürmekte ve çatlak ilerlemesini engelleyici yönde etki etmektedir.
3. Farklı özellikteki tabakalar: Malzemenin yüzey özellikleri, yüzeyde farklı etkiler gösterecek, birbirinden ayrı özelliklere sahip kaplamaların birikmesiyle geliştirilebilir. Bu özelliklere örnek olarak korozyondan korunma, aşınmayı önleme, ısıl izolasyon, elektriksel iletkenlik, difüzyon engeli ve taban malzemeye yapışma özellikleri sayılabilir [28].

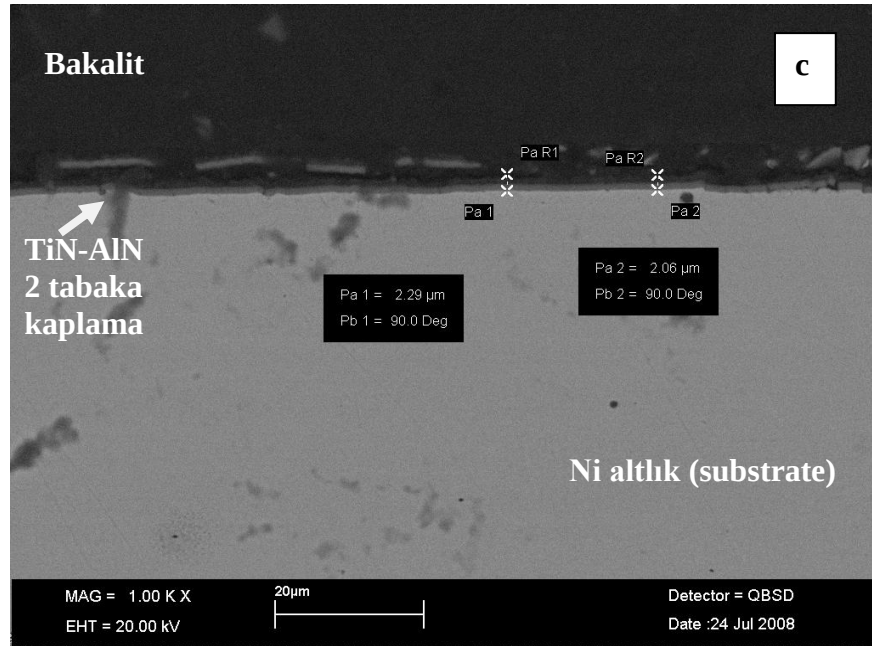
6.3.3.1. TiN-AlN İki Tabakalı Kaplamalar

Ti, Ni ve Al kaplı altlıklar 30 dakika süreyle TiN ve 30 dakika süreyle AlN ile iki tabakalı olarak da kaplanmıştır. Kaplama şartları tablo 6.8.' de verilmiştir.

Tablo 6.8. İki tabakalı kaplama şartları.

Kaplama	Basınç (torr)	Sıcaklık (°C)	Bias voltajı (volt)	Kaplama süresi (saat)	Güç (watt)	Ar akışı (sccm)	N ₂ akışı (sccm)
2 Tabakalı	0,003	65	85	1	Ti:3000	19,65	8,46
					Al:2000		





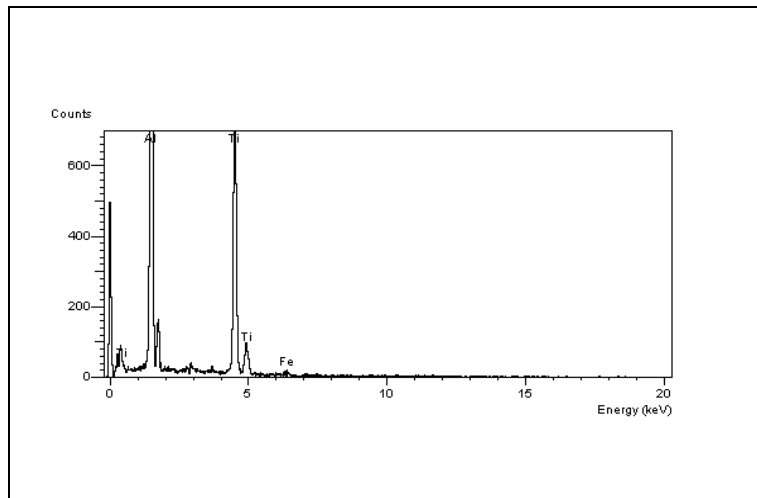
Şekil 6.20. (a) 2 tabaka kaplanmış Al kaplama düşük karbonlu çelik numunesinin SEM görüntüsü.

(b) 2 tabaka kaplanmış Ti numunesinin SEM görüntüsü.

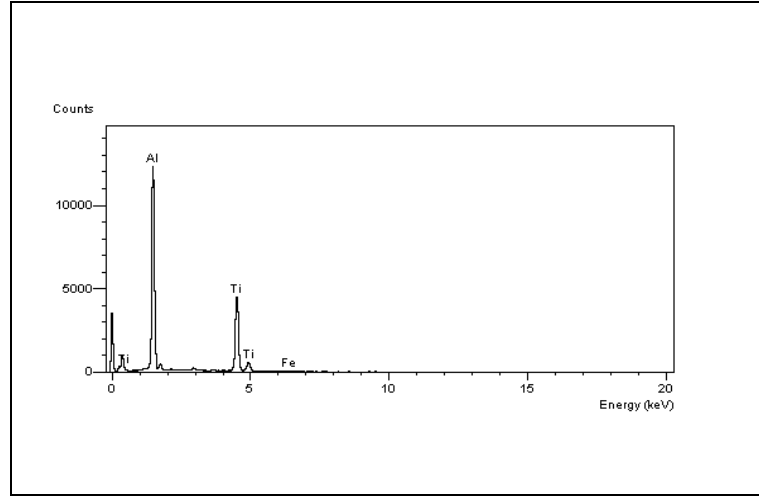
(c) 2 tabaka kaplanmış Ni numunesinin SEM görüntüsü.

Şekil 6.20.'ye göre iki tabaka kaplamaların Ti ve Ni altlıklardan kavladığı hatta koptuğu görülmektedir. Kaplama, beyaz ve siyah olarak iki tabaka oluşmuştur.

EDX sonuçlarına göre beyaz tabaka TiN, siyah tabaka AlN'dür. Şekil 6.21.'de beyaz tabakanın ve Şekil 6.22.'de siyah tabakanın nokta analizleri verilmiştir.



Şekil 6.21. Beyaz tabakanın nokta analizi.



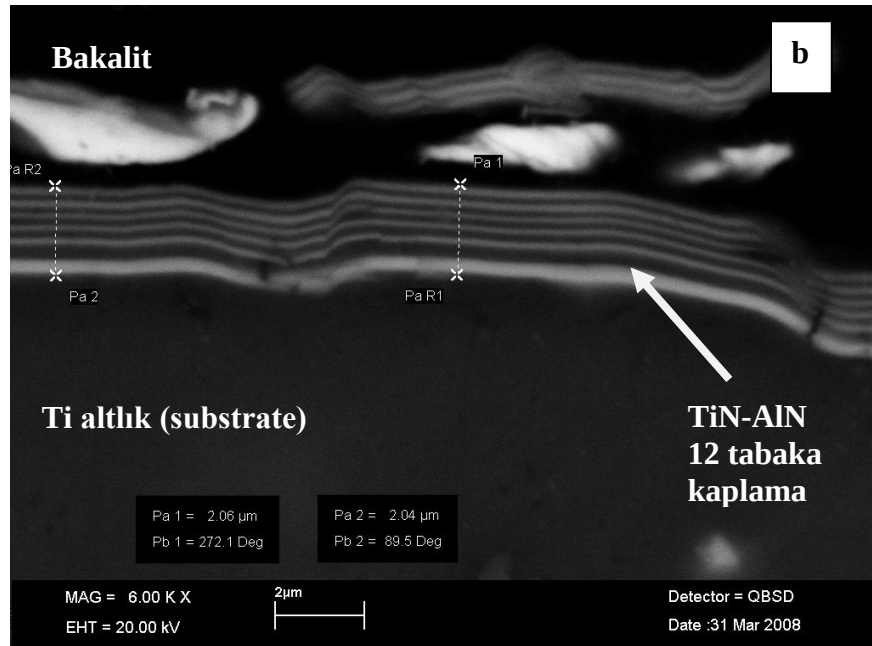
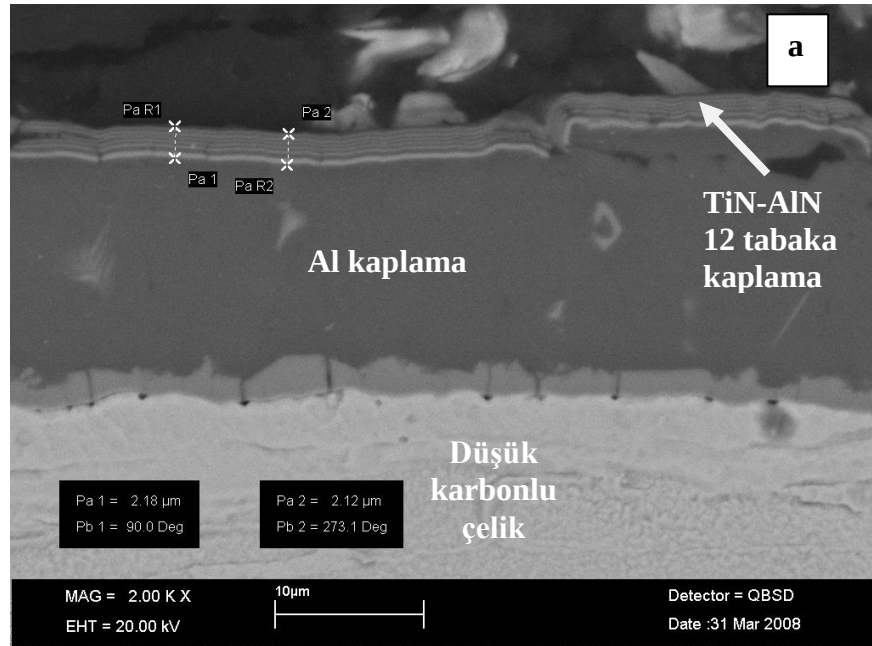
Şekil 6.22. Siyah tabakanın nokta analizi.

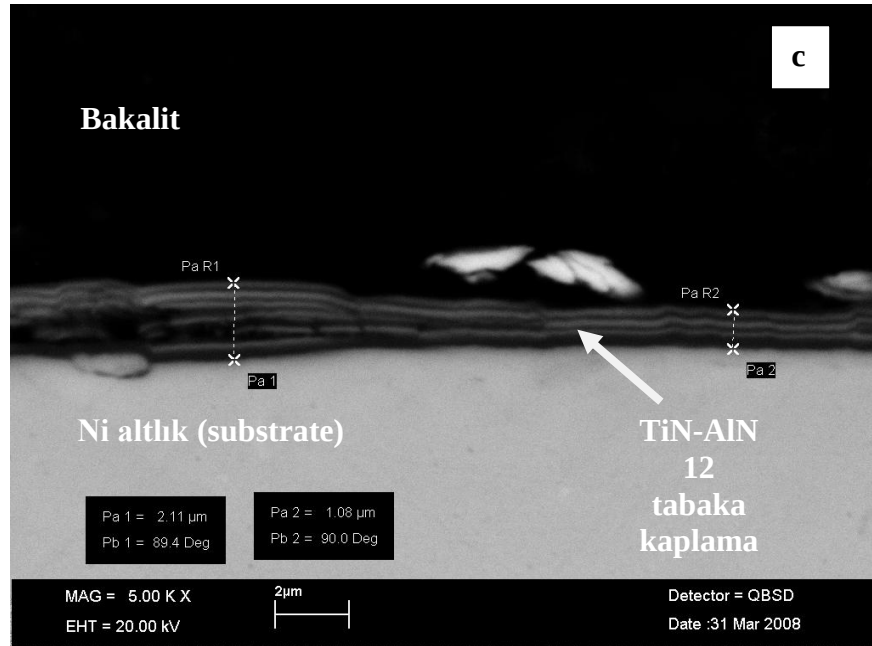
6.3.3.2. TiN-AlN On İki Tabakalı Kaplamalar

Ti, Ni ve Al kaplı altlıklar 15 dakika süreyle TiN-AlN-TiN-AlN-TiN-AlN-TiN-AlN sırasısında kaplandıktan sonra 10 dakika süreyle, Ti-15 dakika AlN-5 dakika Ti-15 dakika AlN ile toplam 12 tabakalı kaplama yapılmıştır. Kaplama şartları Tablo 6.9.'da verilmiştir.

Tablo 6.9. On iki tabakalı kaplama şartları.

Kaplama	Basınç (torr)	Sıcaklık (°C)	Bias voltajı (volt)	Kaplama süresi (saat)	Güç (watt)	Ar akışı (sccm)	N ₂ akışı (sccm)
12 Tabakalı	0.003	55	100	2.45	Ti:3000	20	15
					Al:2000		





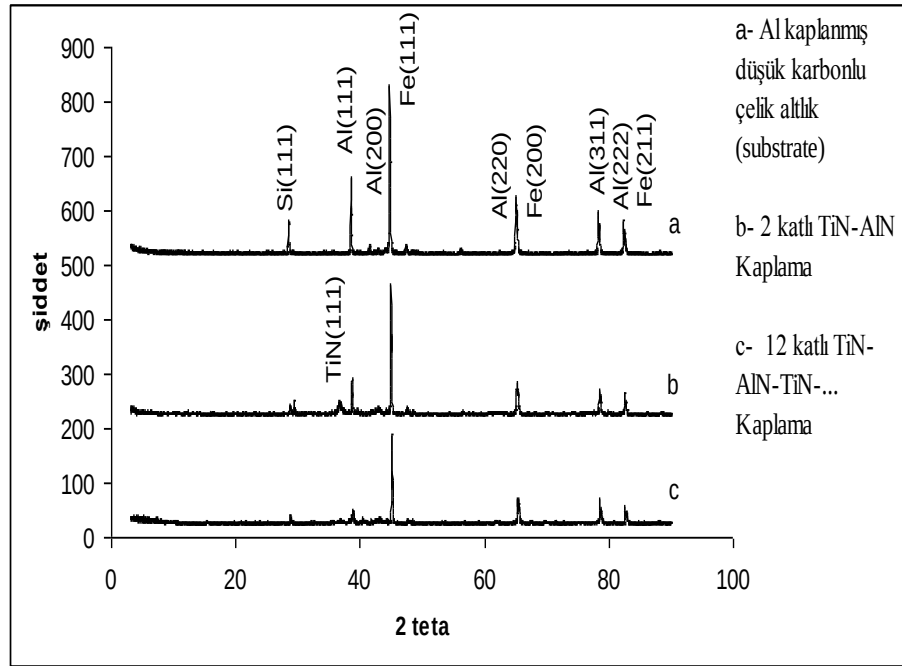
Şekil 6.23. (a) 12 tabaka kaplanmış Al kaplama düşük karbonlu çelik numunesinin SEM görüntüsü

(b) 12 tabaka kaplanmış Ti numunesinin SEM görüntüsü

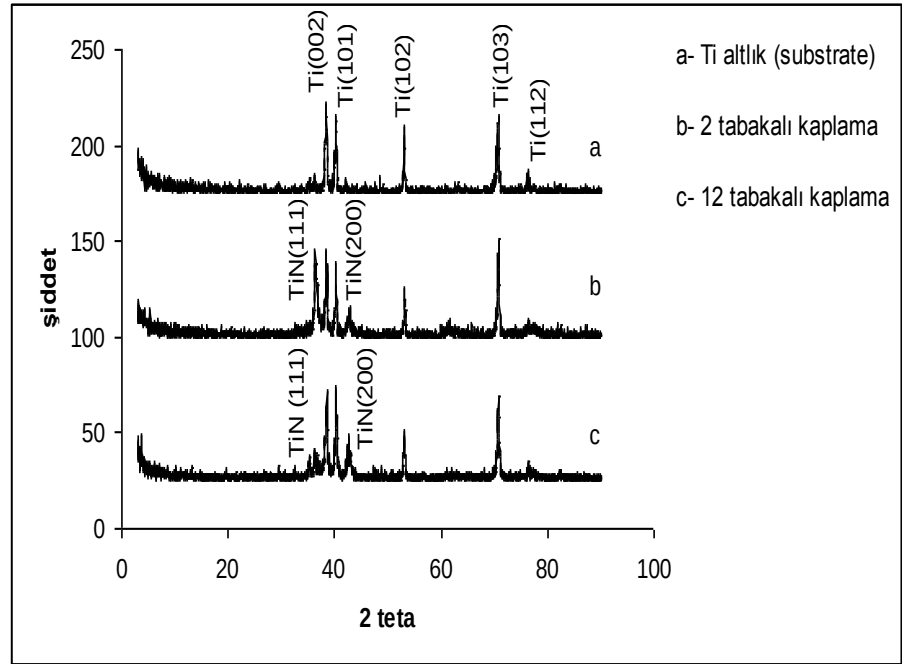
(c) 12 tabaka kaplanmış Ni numunesinin SEM görüntüsü

Şekil 6.23.'de verilen SEM görüntülerine göre altlıklara, on iki tabaka kaplama, iki tabaka kaplamadan daha iyi yapışmış, kavlamalar ve kopmalar daha az olmuştur. Beyaz tabakanın ve siyah tabakanın nokta analizleri yapıldı ve beyaz tabakanın TiN, siyah tabakanın AlN olduğu görüldü.

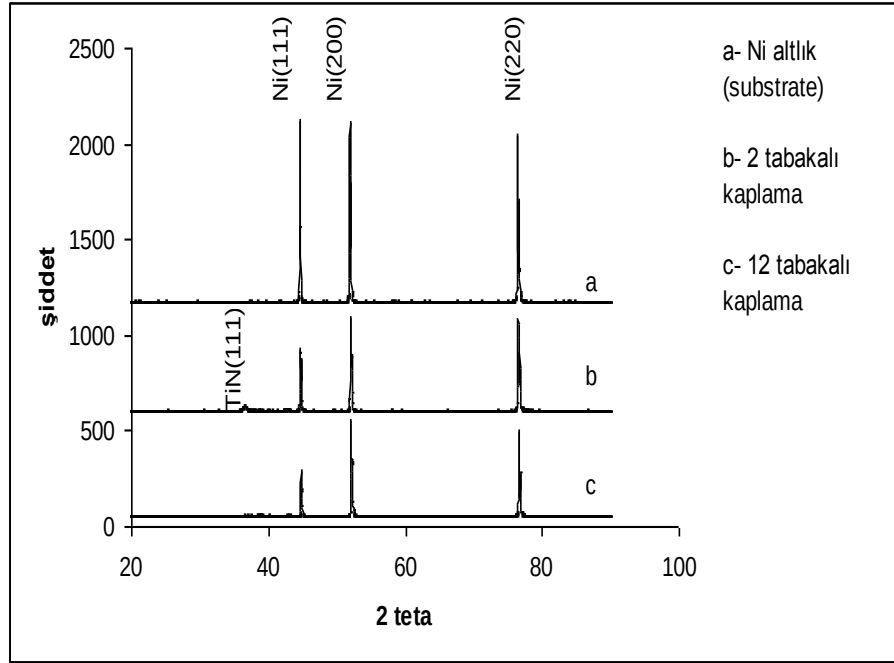
Şekil 6.24. iki tabaka ve on iki tabaka kaplamaların XRD spektrumunu göstermektedir. Çok tabakalı kaplamalarda altlığa ait piklerin şiddetinde azalma olduğu görüldü. Kaplamada tabaka sayısı arttıkça TiN piklerinin şiddetlerinin de azaldığı gözlemlendi. Ni ve Al kaplama altlıklar üzerine yapılan iki tabaka kaplamada sadece bir TiN piki bulunurken, Ti altlıkta TiN'e ait iki pik bulundu. Al kaplama ve Ni altlıklar üzerine yapılan on iki tabaka kaplamada TiN piki bulunamadı.



(a)



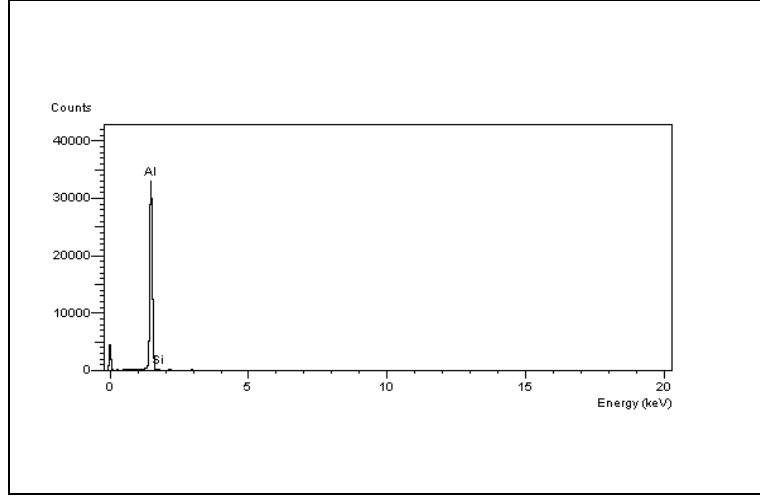
(b)



(c)

- Şekil 6.24. (a) Al kaplamalı düşük karbonlu çelik altlık ve üzerine kaplanmış 12 tabakalı ve 2 tabakalı kaplamaların XRD spektrumu
- (b) Ti altlık ve üzerine kaplanmış 12 tabakalı ve 2 tabakalı kaplamaların XRD spektrumu
- (c) Ni altlık ve üzerine kaplanmış 12 tabakalı ve 2 tabakalı kaplamaların XRD spektrumu

Şekil 6.20.(a) ve Şekil 6.23.(a)'da Al kaplama ile düşük karbonlu çelik arasında gri bir tabaka görüldü. Nokta analizi sonuçlarına göre gri tabakanın Al kaplamaya ait olduğu bulundu. Gri tabakanın, numuneler bakalite alındıktan sonra parlatma işlemi sırasında oluşmuş olduğu yorumu yapıldı. Şekil 6.25.'de gri tabakanın nokta analizi verilmiştir.



Şekil 6.25. Al kaplama ile düşük karbonlu çelik arasındaki gri tabakanın nokta analizi.

7. BÖLÜM

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

TiN'ün tribolojik amaçlı kaplama olarak kullanılmasının genel anlamda en önemli nedeni malzemelere iyi yapışma özelliğidir. Ancak TiAlN kadar sert değildir. TiN ile kıyaslandığında, TiAlN özellikle kesme işlemlerinde üstün özellikler sağlamaktadır. TiAlN yüksek sertliği ile ideal bir kaplama olmakla birlikte, altlığa yapışma özelliği TiN kadar iyi değildir.

Ti ve Al kaplama düşük karbonlu çelik altlıklara kaplanan TiAlN kaplamaların yapılan XRD analiz sonuçlarına göre TiN'e ait pikler görülmüştür. Ancak aynı kaplama parametreleriyle TiAlN kaplanan Ni altlık için yapılan XRD analiz sonuçlarında TiN pikine rastlanmamıştır. Bu durum yapının amorf olduğunu, kaplama sıcaklığının yapıyı kristallendirmeye yetmediğini gösterir. TiAlN kaplanan Ni numunesi 500°C'den 870°C'ye kadar kademe kademe sıcaklık artırılarak fırındı, fakat hiçbir sıcaklıkta TiN piki bulunamadı. Şekil 6.18.'de 500°C'den 870°C'ye kadar artan sıcaklıklarda fırınlanmış olan TiAlN kaplama Ni altlığın XRD analiz sonucunu göstermektedir. İleriki çalışmalarda, Ni'in ve kaplama bileşimini oluşturan elementlerin erime sıcaklıkları dikkate alınarak fırınlama sıcaklığı daha da artırılsa, TiN'e ait pik elde edilebilir.

Çok tabakalı kaplamalarda TiN ve AlN kaplamalar yapıldı. AlN TiN'e göre daha yumuşaktır. Çok tabakalı kaplamalarda tabakalardan birinin diğerine göre daha yumuşak olması avantajdır. Yumuşak tabaka kaplamaya esneklik sağlayarak kaplamanın kavlamasını, kırılmasını ve çatlamasını önler. Kaplamalar için sertlik ve yapışma mukavemeti çok önemlidir. Çok sert fakat yapışması iyi değilse kavlama olur. Yapışması çok iyi fakat sert değilse malzeme çabuk aşınır. Numunelere yapışma testi uygulandı ancak akustik emisyon sinyali, alt malzemenin sertleştirilmiş metal olmamasında dolayı hiçbir numuneden alınamadı.

Yapılan deneyler sonucunda elde edilen verilere göre TiN kaplamaların sertliklerinin düşük, TiAlN kaplamaların sertliklerinin yüksek olduğu bulundu. On iki tabakalı kaplanmada, iki tabakalı kaplamaya göre kırılmaların kopmaların ve çatlamaların daha az olduğu görüldü. İki tabakalı kaplama en iyi Al kaplanmış düşük karbonlu çelik altlık üzerinde elde edildi. Ti ve Ni altlıklarda kaplamanın yer yer kavladığı ve hatta koptuğu görüldü. Tabaka sayısı on ikiye çıkarılarak bu olumsuzluklar ortadan kaldırılmış oldu.

Sonuç olarak, kesme işlemlerinin kullanıldığı alanlarda TiN kaplamalar yerine TiAlN kaplamalar, tek tabaka kaplamalar yerine de çok tabakalı kaplamalar kullanılmasının uygun olduğu tespit edildi.

KAYNAKLAR

1. Bunshah, R. F., PVD and CVD Coating, Surface Treatment and Coatings for Friction and Wear Control, Los Angeles, P. 840-849, 1990
2. Dearnley, P. A., Thin Hard Coatings for Tribological Protection, Heat Treatment of Metals, 4, P. 83-91, 1987
3. Takikawa, H., Nagayama, M., Miyano R., Sakakibara, T., Enhancement of Shielded Cathodic Arc Deposition, Surface and Coatings Technology, 169-170, 49-52, 2003
4. Tay, B. K., Shi, X., Yang H. S., Tan, H. S., Daniel Chua, S. Y. Teo, The Effect of Deposition Conditions on the Properties of TiN Thin Films Prepared by Filtered Cathodic Vacuum-Arc Technique, Surface and Coatings Technology, 111, 229-233, 1999
5. Aubert, A., Danroc, J., Gaucher, A., Terrat P., Hard Chrome and Molybdenum Coatings Produced by Physical Vapour Deposition, International Conference on Thin Films, Stockholm, P. 61-67 August 13-17, 1984
6. Sert, H., PVD ile TiN Kaplanmış Alüminyum Ekstrüzyon Kalıplarının Yüzey Özellikleri ve Aşınma Performanslarının Deneysel İncelenmesi, Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 1997
7. Nouneau, C., Pradhan, S. K., Vasin A., Djouadi M.-A., Deposition of CrN Coatings by PVD Methods for Mechanical Application, Surface and Coatings Technology, 200, 141-145, 2005
8. Tek, Z., Güngör, M. A., Çal, E., Sonugelen, M., Artunç, C., Oztarhan, A., A Study of the Mechanical Properties of TiN Coating Of Cr-Ni Alloy, Surface and Coatings Technology, 196, 317-320, 2005
9. Hsieh, J. H., Tan, A. L. K., Zeng, X. T., Oxidation and Wear Behaviors of Ti-Based Thin Films, Surface & Coatings Technology, 201, 4094-4098, 2006
10. Xiang, YU, Chengbiao, WANG, Yang, LIU, Deyang, YU, Tingyan, XING, Recent Developments in Magnetron Sputtering, Plasma Science Technology, 8, 337-343, 2006

11. Kaya, A.U., PVD Kaplama Tekniğiyle Hazırlanan TiN İnce Filmlerin Temel Karakteristiklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi, 1998
12. Cansever, N., Manyetik Alanda Sıçratma Yönteminde Son Gelişmeler, Yıldız Teknik Üniversitesi, Mayıs, 2001
13. Ürgen, M, Modern Yüzey İşlemleri Teknolojileri ve Türkiye'deki Gelişmeler, 9. Uluslar arası Metalurji ve Malzeme Kongresi, 11-15 Haziran 1977, İstanbul, 333-350, 1997
14. Window, B., Savvides, N., J. Vac. Sci. Technol. A, A4, (2), 453-456, 1986
15. Window, B., Savvides, N., J. Vac. Sci. Technol. A, A4, (2), 504-508, 1986
16. Arnell, R. D., Control of Mechanical and Structural Properties of Coatings Deposited Using Unbalanced Magnetrons Surface and Coatings Technology, 59, 105-109, 1993
17. Kelly, P. J., Arnell, R. D., Ahmed, W., Some Recent Applications of ,Materials Deposited by Unbalanced Mgnetron Sputtering, Surface ,engineering, 9, (4), 287-291, 1993
18. Sproul, W. D., Physical Vapor Deposition Tool Coatings, Surface and Coatings Technology, 111/119, 694-698, 1999
19. Arnell, R. D., Kelly, P. J., Recent Advances in Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 112, 170-176, 1999
20. Kelly, P. J., Arnell, R. D., Control of the Structure and Properties of Aluminum Oxide Coatings Deposited by Pulsed Magnetron Sputtering, J. Vac. Sci. Technol. A17 (3), 945-953, 1999
21. Musil, J., Vleek, J., Surface & Coatings Technology, 112, 162-169, 1999
22. Kim, T. S., Park, S. S., Lee, B. T., et al. Materials Letters, 59(29~30), 3929-3932, 2005
23. Wang, X., Zheng, W. T., Wang, L. L., et al. Thin Solid Films, 492(1~2), 75-78, 2005
24. Sproul, W. D., Christie, D. J., Carter, D. C., Thin Solid Films, 491(1~2), 1-17, 2005

25. Acosta, D. R., Martlnez, A., Magana, C. R., et al. Thin Solid Films, 490(2), 112-117, 2005
26. Dođan, H., Karamolla, M., PVD-Fiziksel Buhar Biriktirme İle Yüzey Kaplama Teknikleri, Celal Bayar Üniversitesi, Manisa, Ekim, 2005
27. Başak TiN Sert Kaplamalar Merkezi Küçükçekmece-İstanbul
<http://basaktin.com>
28. Çınar, O., TiAlN, TiN Tek ve Çok Katlı Kaplamaların Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 1998

ÖZGEÇMİŞ

1982 yılında Kayseri’de doğdu. İlk öğrenimini Ahmet Baldöktü İlkokulunda, orta öğrenimini 50. Yıl Dedeman ortaokulunda, lise öğrenimini Melikgazi Lisesi’nde (Yabancı Dil Ağırlıklı) tamamladı. 2000 yılında yüksek öğrenimine başladığı Erciyes Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik bölümünden 2004 yılında mezun oldu. 2005 yılında Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Bölümü’nde yüksek lisans yapmaya hak kazandı.

Adres : Gültepe Mah. Bahçekent Sit. B Blok 39/26 Melikgazi /
KAYSERİ

e-Mail : mineozet@mynet.com

Telefon No : 0535 516 87 49