

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

İYON BEAM İMPLANTASYON TEKNİĞİ İLE MALZEME
YÜZEYİNİN MODİFİKASYONU VE PVD İLE
KARŞILAŞTIRILMASI

705530

DOKTORA TEZİ

Yüksek Mühendis HALİT DOĞAN

Enstitü Anabilim Dalı: MAKİNA MÜH.
Enstitü Bilim Dalı: İMALAT KONSTRÜKSİYON
Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Ömer Kadir MORGÜL

OCAK 2001

705530

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**İYON BEAM İMPLANTASYON TEKNİĞİ İLE MALZEME
YÜZEYİNİN MODİFİKASYONU VE PVD İLE
KARŞILAŞTIRILMASI**

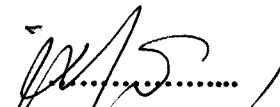

DOKTORA TEZİ

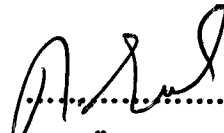
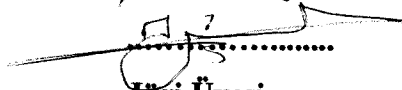
Yüksek Mühendis HALİT DOĞAN


Enstitü Anabilim Dalı: MAKİNA MÜH.

Enstitü Bilim Dalı: İMALAT KONSTRÜKSİYON

Bu tez ... / 01 / 2001 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği/Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.


.....
Jüri Başkanı
Yrd. Doç. Dr. Ömer K. KARAYI

.....
Jüri Üyesi
Doç. Dr. Fehim FİNDİK


.....
Jüri Üyesi
Prof. Dr. Niyazi ERGÜN

.....
Jüri Üyesi
Yrd. Doç. Dr. Hüseyin İMREK


.....
Jüri Üyesi
Doç. Dr. Recep KAZAN

**T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
BÖKÜMANTASYON MERKEZİ**

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER.....	i
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	v
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	vi
TABLolar LİSTESİ.....	ix
ÖZET.....	x
SUMMARY.....	xi
TEŞEKKÜR.....	xii

BÖLÜM 1.

GİRİŞ.....	1
------------	---

BÖLÜM 2.

İYON İMPLANTASYON TEKNİĞİ.....	6
2.1. Yöntemin Tanımı.....	6
2.1.1. İyon İmplantasyonunun Farklı Enerjilerde Oluşturduğu Etkiler.....	8
2.2. İyon İmplantasyonunun Temel Prensibi.....	12
2.2.1. İyon-Metal Etkileşimleri.....	13
2.3. Yöntemin Malzeme Yüzeyindeki Etkileri.....	16
2.3.1. Yöntemin Temel Nitelikleri.....	16
2.3.1.1. İmplantasyon Elementlerinin Fiziksel Dağılımı.....	19
2.3.1.2. Aşırı Doymuş Kristal Çözeltiler.....	19
2.3.1.3. Yarı Kararlı Kristal Yapılar.....	19
2.3.1.4. Amorf Fazlar.....	20
2.3.1.5. Denge Faz Alaşımları.....	20
2.4. Mekanik Özelliklerin İyileştirilmesinde İyon İmplantasyonunun Etkisi.....	21

2.4.1.	Mukavemeti Artıran Mekanizmalar.....	21
2.4.2.	Sertlik Deęerinin Yükseltilmesi.....	23
2.4.3.	Kırılma Tokluğu Deęerinin İyileştirilmesi.....	23
2.4.4.	Sürtünme Katsayısının Düşürülmesi.....	24
2.4.5.	Aşınmanın Azaltılması.....	24
2.4.6.	Yorulma Direncinin İyileştirilmesi.....	26
2.4.7.	Korozyon Direncinin Yükseltilmesi.....	27
2.5.	İyon İmplantasyonunun Uygulama Alanları.....	28
2.5.1.	İmplant Edilen Malzemelerin Karakteristikleri.....	28
2.5.2.	İyon İmplantasyonuyla İşlem Gören malzemeler.....	29
2.5.3.	İmplantasyon Elementleri.....	30
2.6.	Klasik Yüzey Kaplama Yöntemlerine Göre Avantajları.....	30
2.7.	Endüstriyel Uygulama Alanları.....	32
2.7.1.	İyon İmplantasyon Teknięinin Yatak ve Dişlilerdeki Uygulamaları.....	35
2.7.2.	Biyomedikal Uygulamalar.....	39
2.7.3.	Aşırı Hassas Takımlarda Uygulama.....	40

BÖLÜM 3.

PVD - FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME – İLE YÜZEY KAPLAMA

TEKNİKLERİ.....	42
3.1. Genel Bakış.....	42
3.2. PVD Teknolojisi.....	43
3.2.1. Buharlaştırma ile Yapılan PVD Kaplama Yöntemleri.....	44
3.2.1.1. Rezistans ve İndüksiyon Buharlaştırma.....	45
3.2.1.2. Elektron Bombardımanı ile Buharlaştırma.....	46
3.2.1.3. Katodik Ark Yöntemi.....	47
3.2.2. Sıçratma ile Yapılan PVD Kaplama Teknikleri.....	51

BÖLÜM 4.

KAPLAMA KARAKTERİSTİKLERİ.....	53
4.1. Kaplama Kalınlığının Ölçümü.....	53
4.2. Yüzey Pürüzlülüęü.....	56

4.3.	Mikroyapı ve Kristallografi.....	62	
4.4.	İç Gerilme.....	64	
4.4.1.	Deformasyon Metodu.....	65	
4.4.2.	X Işınları Metodu.....	65	
4.5.	Sertlik ve Elastisite Modülü.....	68	
4.6.	Yapışma.....	71	
4.6.1.	İndentasyon Yöntemi İle Yapışma Kuvvetinin Belirlenmesi.....	73	
4.6.2.	Çizme Testi.....	74	
4.6.3.	Rockwell C Testi.....	78	
4.7.	Kaplamanın Renk Özellikleri.....	79	
4.8.	Tribolojik Deney Sistemleri.....	79	
4.8.1.	Kayma Sürtünmesi ve Aşınması Deney Düzenekleri.....	81	
4.8.1.1.	Disk Üzerinde Bilya / Pim Deney Cihazı ve Deneyi.....	82	
4.8.1.2.	Abrazif Aşınma Deney Sistemleri.....	83	
BÖLÜM 5.			
DENEYSSEL ÇALIŞMALAR.....			85
5.1.	Numunelerin Hazırlanması.....	85	
5.2.	Sürtünme Deneyi.....	86	
5.3.	Aşınma Deneyi.....	87	
5.4.	Nanoindentasyon Sertlik Deneyi.....	97	
5.5.	X Işını Difraksiyon Testi.....	98	
BÖLÜM 6.			
DENEY SONUÇLARI.....			100
BÖLÜM 7.			
SONUÇLARIN İRDELENMESİ.....			102
7.1.	Sürtünme Sonuçlarının İrdelenmesi.....	102	
7.2.	Aşınma Sonuçlarının İrdelenmesi.....	103	
7.3.	Sertlik Sonuçlarının İrdelenmesi.....	105	

7.4. X Işını Difraksiyon Deneyinin İrdelenmesi.....	106
7.5. Sürtünme ve Aşınma İlişkisinin İrdelenmesi.....	106
7.6. Sertlik ve Aşınma İlişkisinin İrdelenmesi.....	107
BÖLÜM 8.	
GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	108
KAYNAKLAR.....	110
ÖZGEÇMİŞ.....	115



SİMGELER LİSTESİ

- T_s : Spike (kıvılcım) Sıcaklığı
 E : Enerji
 K : Termal İletkenlik
 V : Şerare Hacmi
 BB : Brag-Brentano
 SB : Seeman-Bohlin
 K_{lc} : Kırılma Tokluğu
 X : Dış Çap
 Y : İç Çap
 R : Döner Bilya Yarıçapı
 T_c : Kaplama Kalınlığı
 R_a : Aritmetik Ortalama Pürüzlülük
 R_q : Standart Sapma Pürüzlülük
 R_{max} : Maksimum Pürüzlülük
 δ : Eğilme Sapması
 γ_s : Alt Malzemenin Poisson Oranı
 t_s : Alt Malzemenin Kalınlığı
 t_c : Kaplama Kalınlığı
 d_o : Gerilmesiz Haldeki Kafes Boşluğu
 a_o : Gerilmesiz Haldeki Latis Parametresi
 d_ψ : Gerilmeli Kafes Boşluğu
 a_ψ : Gerilmeli Latis Parametresi
 W : Yük

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	İyon implantasyonunda hızlandırılmış iyonların malzeme yüzeyine nüfuz etmeleri ve iyon dağılımının görünümü.....	7
Resim 2.1.	MEVVA iyon implantasyon sisteminin genel görünümü.....	8
Şekil 2.2.	Enerjilerine göre iyon bombardımanı etkileri.....	11
Şekil 2.3.	İyon dozları ve enerjilerine karşılık gelen kullanım alanları.....	12
Şekil 2.4.	Metallerle iyonların etkileşimleri.....	15
Şekil 2.5.	İyon implantasyonunun oluşturduğu içyapı değişimleri.....	18
Şekil 2.6.	Arayer-boşluk çifti oluşumu.....	18
Şekil 2.7.	Şematik yüzey mikroyapısı.....	26
Şekil 2.8.	Kaplamada oluşan ara yüzey ve katman tabakası.....	31
Şekil 2.9.	İyon implantasyonu olmuş bölge.....	32
Şekil 3.1.	Çeşitli kaplama yöntemlerinin kalınlık ve kaplama sıcaklık aralıkları.....	43
Şekil 3.2.	Buharın oluşturulma şekline göre PVD yöntemleri.....	45
Şekil 3.3.	Buharlaştırmanın rezistanslı ısıtıcı ile yapıldığı PVD sistemi.....	46
Şekil 3.4.	Buharlaştırmanın elektron tabancası ile yapıldığı PVD sistemi.....	47
Şekil 3.5.	Katodik ark PVD sistemi.....	48
Şekil 3.6.	Ark PVD tekniğinde katotların arkasına yerleştirilen mıknatısların kuvvetiyle droplet sayısındaki değişim.....	49
Şekil 3.7.	Ark PVD'de alt malzeme üzerine filim birikmesinde etkili olan parametreler.....	50
Şekil 3.8.	Sıçratma mekanizması.....	52
Şekil 4.1.	Kaplama kalınlığının belirlenmesi için hazırlanmış bir metalografik kesit.....	54
Şekil 4.2.	Kaplamanın bilya ile aşındırılması sonucunda kaplama yüzeyinde oluşturulan izin görüntüsü.....	55
Şekil 4.3.	Kaplama kalınlığının ölçümünde kullanılan parametreler.....	56
Şekil 4.4.	Tek yönde yüzey paternine sahip bir yüzeyin görünüşü.....	58

Şekil 4.5.	Mekanik bir profilometrenin yapısı.....	58
Şekil 4.6.	Mekanik bir profilometrenin çalışma prensibi.....	59
Şekil 4.7.	Optik profilometrenin çalışma prensibi.....	59
Şekil 4.8.	Mekanik profilometrelerde kullanılan elmas uç ile optik profilometrelerde kullanılan lazer demetinin boyutlarının karşılaştırılması.....	60
Şekil 4.9.	Profilometre yolunun istatistik amaçlı olarak çeşitli birimlere bölünmesi.....	61
Şekil 4.10.	Yüzey pürüzlülüğü ile ilgili çeşitli parametrelerin şekilsel olarak gösterimi.....	61
Şekil 4.11.	Kaplama yapı zon modelleri.....	63
Şekil 4.12.	X ışınları ile gerilme hesabından kullanılan açısal değişkenler ve sistemdeki gerilmeler.....	66
Şekil 4.13.	BB ve SB metotlarıyla yapılan x ışınları analizinin sonuçları.....	67
Şekil 4.14.	Nanoindentasyon sertlik cihazının yapısı.....	69
Şekil 4.15.	Nanoindentasyon sertlik cihazı ile elde edilen yükleme boşaltma eğrisi üzerindeki deformasyon bölgeleri.....	70
Şekil 4.16.	İndentasyon yönteminde çatlak oluşumunun şematik olarak gösterimi.....	74
Şekil 4.17.	Çizme test cihazının şematik yapısı.....	75
Şekil 4.18.	Çizme testi sırasında normal kuvvete karşılık sürtünme katsayısının değişimi.....	76
Şekil 4.19.	Çizme testi sırasında meydana gelen çeşitli hasar mekanizmaları.....	78
Şekil 4.20.	Farklı temas geometrilerine sahip çeşitli sürtünme ve aşınma deney sistemleri.....	82
Şekil 4.21.	Disk üzerinde bilya/pim deney cihazının şematik olarak yapısı.....	83
Şekil 4.22.	Abrazif aşınma deney sistemleri.....	84
Şekil 5.1.	316 L paslanmaz çeliğin sürtünme deney sonucu.....	88
Şekil 5.2.	Yüzeyi 2×10^{17} dozda N implante edilmiş 316 L paslanmaz çeliğin sürtünme deney sonucu.....	89
Şekil 5.3.	Yüzeyi PVD yöntemiyle TiN kaplanmış 316 L paslanmaz çeliğin sürtünme deney sonucu.....	90

Şekil 5.4.	Yüzeyi 2×10^{17} dozda TiN ile implante edilmiş 316 L paslanmaz çeliğin sürtünme deney sonucu.....	91
Şekil 5.5.	Yüzeyi 2×10^{17} dozda Zr ile implante edilmiş 316 L paslanmaz çeliğin sürtünme deney sonucu.....	92
Şekil 5.6.	Yüzeyi PVD yöntemiyle Tinalox kaplanmış 316 L paslanmaz çeliğin sürtünme deney sonucu.....	93
Şekil 5.7.	Azot implante edilmiş numunenin X ışını difraksiyon test sonucu....	99
Resim 5.1.	316L paslanmaz çelik üzeri TiN PVD kaplamanın aşınma izi (5x)....	94
Resim 5.2.	316 L paslanmaz çelik üzeri Tinalox PVD kaplamanın aşınma izi (5x).....	94
Resim 5.3.	316 L paslanmaz çelik üzeri N implantasyonu yapılmış örneğin aşınma izi (5x).....	95
Resim 5.4.	316 L paslanmaz çelik üzeri Zr implantasyonu yapılmış örneğin aşınma izi (5x).....	95
Resim 5.5.	316 L paslanmaz çelik üzeri TiN implantasyonu yapılmış örneğin aşınma izi (5x).....	96
Resim 5.6.	316 L paslanmaz çeliğe ait aşınma izi (5x).....	96
Resim 5.7.	PVD Tinalox kaplı diskin alumina top (Al_2O_3) ile aşındırılmasında topta oluşan aşınma izi (5x).....	97
Resim 5.8.	N implantasyonu yapılmış numune yüzeyinde sertlik ölçümünde oluşan HV piramit izi (5x).....	98
Şekil 7.1.	Aşınmanın toplu sonuçları.....	105
Şekil 7.2.	HV sertlik dağılımının görünümü.....	106

TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1.	En sık kullanılan implantasyon elementleri.....	30
Tablo 2.2.	İyon implantasyon işleminin başarılı yatak ve dişli uygulamaları.....	38
Tablo 3.1.	Kaplanacak malzemelerin bulunduğu fiziksel hale göre kaplama yöntemleri.....	43
Tablo 4.1.	Kaplama kalınlıklarının belirlenmesinde kullanılan teknikler.....	54
Tablo 4.2.	Kaplamaların alt malzemeye yapışmalarının belirlenmesinde kullanılan teknikler.....	72
Tablo 5.1.	316 L ostenitik çeliğe ait fiziksel ve kimyasal özellikler.....	86
Tablo 5.2.	Aşınma deneyinin toplu sonuçları.....	94
Tablo 5.3.	Nanoindentasyon sertlik deney sonuçları.....	97

ÖZET

Anahtar kelimeler: İyon implantasyonu, PVD, aşınma, triboloji, mikrosertlik, sürtünme.

316 L Paslanmaz Çelik üzerine sırasıyla Azot, Zirkonyum ve Titanyum nitrür implantasyonu yapılmış ve yüzeyi modifiye olmuş bu malzemelerin, sertlik aşınma ve sürtünme değerleri iyileştirilmiş, birbirine göre üstünlükleri belirlenmiştir.

Yapılan çalışmalar sonucunda ana malzemenin sertlik değerine göre implante edilmiş yüzeyde büyük artış olduğu gözlemlenmiştir. Aşınma ve sürtünme değerlerinde de düşüşler görülmüştür.

Aynı malzeme üzerine yapılan, bir diğer yüzey modifikasyonu olan, PVD ile Titanyum nitrür ve Tinalox kaplamalarda sertlik değerinde artışlar olduğu tespit edilirken sürtünme ve aşınma değerlerinde de düşüşler olduğu saptanmıştır.

Yukarıda anlatılan hususlardaki kazanımlar malzeme yüzeyinin modifikasyonunun doğal bir sonucudur.

Modification of Material Surface by Ion Beam Implantation Technique and Comparison with PVD

Keywords: Ion implantation, PVD coating, wear, tribology, microhardness, friction. 316 L Stainless Steel samples implanted with N, TiN and Zr. After implantation, these implanted samples had high hardness values, their wear resistance increased, friction coefficient decreased.

The results showed that surfaces hardness of implanted samples were greatly increased with respect to unimplanted ones. On the other hand, their wear and friction values is seen decrease.

Samples coated with TiN and Tinalox by PVD technique. Also showed increase in hardness values as the coefficient of friction decreased..

The advantages mentioned above are the result of surface modification of materials by Ion Beam Implantation and PVD coating technique.

TEŞEKKÜR

Tüm bu çalışmaların meydana çıkarılmasında yol göstermeleri yapan ve beni ilmi konularda samimiyetle bilgilendiren değerli danışmanım Yrd. Doç. Dr. Ömer Kadir MORGÜL beye sonsuz şükranlarımı sunarım. Çalışmalarımnda her türlü yardım ve kolaylığı gösteren saygıdeğer danışmanım Prof. Dr. Ahmet ÖZTARHAN'a teşekkür ederim. Sayın Doç. Dr. Fehim FINDIK ve Doç. Dr. Recep KAZAN'a, değerli yol göstermelerinden dolayı teşekkür ederim. Çalışmalarımın deneysel boyutunu bütünüyle gerçekleştirdiğim YÜZEY TEKNOLOJİLERİ A.Ş. çalışanlarına teşekkürler.

Sayın Prof. Dr. Şefik SÜZER'e, yüzey karakterizasyon çalışmalarımın bir kısmını oluşturan X Işını analizinin gerçekleştirilmesindeki değerli katkılarından dolayı teşekkür ederim.

Sayın Mustafa KARAMOLLA hocama bilgisayar hususundaki yardımlarından dolayı teşekkürler.

Yıllardır destek ve teşviklerini kesmeyen anne ve babama sonsuz minnet ve şükranlarımı arz ederim.

Çalışmalarımnda, her zaman olduğu gibi, fedakar yardım ve teşvikini esirgemeyen sevgili eşime teşekkür ederim.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Gün geçtikçe globalleşen dünyamızda ekonomi ve endüstriyel alanlardaki engellenemez rekabet ve kaliteli üretim mücadelesi bu alanda çalışan insanları ister istemez en iyi ürünü en ucuza üretmeye yönlendirmiştir. Bunun yapılabilmesi için maliyet giderlerinin en aza indirilmesi kaçınılmaz bir yoldur. Tüm dünya ülkelerini açık pazarı gibi gören dev firmalar bu alanda iddialı olduklarını göstermek amacıyla mümkün olduğunca optimizasyona gitmişlerdir.

Bu fikirden hareketle, imalatta kullanılan kesici uçların, aşınmaya, korozyona maruz hassas ve pahalı parçaların ömürlerini uzatmak amacıyla, çalışan parçalardaki en önemli bölge olan yüzeylerinin modifikasyonu yoluna gidilmiş ve bunda da oldukça başarılı olunmuştur. Nitrürleme , semantasyon, alevle indüksiyon ve benzeri yüzey modifiye işlemlerinde elde edilen başarı bu alanda yeni araştırmaları doğurmuş ve modern yüzey modifikasyon işlemleri olarak isimlendirilen iyon implantasyonu ve PVD (Fiziksel Buhar Biriktirme) yöntemleri bulunmuştur.

Alışlagelmiş yüzey modifiye işlemlerinden farklı üstünlüklere sahip bu yöntemlerden birisi olan iyon implantasyonu tekniği; bir zamanlar yarı iletken teknolojisinin tekelindeyken, günümüzde malzemenin yüzey özelliklerinin değiştirilebilmesi için yeni seçenekler sunmaktadır. Özelliklerdeki değişiklikler yüzeyden içeri giren iyon ışınları etkisiyle yüzeye yakın tabakaların kompozisyon ve morfolojisindeki değişikliklerin bir sonucudur. Bu alanda yürütülen kapsamlı çalışmalar, malzemenin ana özelliklerinde olumsuzluk oluşturmadan yüzeyin sertlik, sürtünme katsayısı, aşınma direnci, korozyon direnci, yüzey enerjisi ve benzeri diğer özelliklerinin iyon ışınları ile değiştirilebileceğini göstermiştir.

İyon implantasyonu bir veya birden fazla elementin diğer bir malzemenin içine sokularak, alt malzemenin en dış tabakalarının yapısını ve özelliklerini istenilen

şekilde değiştirmek amacı ile uygulanan bir yöntemdir [1]. Bu yöntemle, malzeme yüzeyleri pozitif iyonlarla bombardıman edilerek, iyon enerji ve dozları kontrol edilmek suretiyle, malzeme yüzeyinde sayısız alaşım oluşturmak mümkündür [2,3]. İşlem sonunda malzemenin (hacimsel olarak) özellikleri değişmezken; mekanik özelliklerinde belirgin iyileşmeler elde edilir [4,5]. İyon implantasyonu, gevrek veya amorf malzemelerde kırılma tokluğu değerini yükseltir, implante edilmiş bölgedeki sertliği artırıcı etki gösterir, aşınma ve korozyon direncini iyileştirir [6,7,8].

Yabancı iyonik elementlerin implantasyonu ile yüzeye yakın bölgelerde, karbürler, borürler, nitrürler, aşırı doymuş katı çözeltiler, yarı kararlı fazlar ve amorf fazlar gibi bileşikler oluşumu dolayısıyla, yüzey bölgeleri, büyük oranda modifiye edilirler ve bu yönü sayesinde klasik kaplama ve katmanlama yöntemlerine birçok açıdan üstünlük arz ederler ve bu üstünlükleri nedeniyle endüstriyel alanda, özellikle biyomedikal alanda, geniş kullanım aralığına sahiptir [9,10,11].

Hassas parçalarda ve ısı ile deforme olabilen aksamalarda önemli ölçüde kullanılan ve bunların toleranslarına herhangi bir surette etki etmeyen implantasyon sistemi bu alandaki yüzey modifikasyonlarında alternatifsiz kalmıştır. Aynı zamanda iyon implantasyonunda ekstra bir kaplama kalınlığı yüzeyde oluşmadığından, yani; sert metal iyonlarının malzeme yüzeyine yapışmayıp içeri doğru gömüldüklerinden malzemenin yüzeyinden zamanla kavrama ve kabarma gibi bir ihtimal yoktur.

PVD tekniği de, yüzeyde birkaç mikron kalınlığında sert seramik filimler oluşturmak; malzemenin mühendislik özelliklerini geliştirmek, ortama karşı direnç ve dekoratif çekicilik sağlamak amacıyla uygulanır. Bu teknikte, kaplanan malzeme yüzeyinde ekstra bir kaplama kalınlığı oluşur.

Malzemenin yüzeyinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin değiştirilebilmesine imkan tanıyan ve Faraday tarafından geliştirilen, PVD tekniği; optik, dekoratif, korozyondan korunma ve tribolojik amaçlı olarak yaygın bir şekilde kullanılmakta; buharlaştırma ve sıçratma teknikleri ile -bu kaplama- gerçekleştirilebilmektedir [12,13,14]. Katodik ark yöntemi kullanılarak buhar fazının elde edildiği metot, en yaygın olarak kullanılan ve droplet oluşumunun en aza indirildiği tekniktir [15,16].

Ark PVD tekniğini etkileyen proses parametrelerinin en önemlileri; buharlaştırma akımı, alt malzeme potansiyeli ve sisteme giren reaktif gaz olarak sıralanabilir. Bunlarda en önemli bir özellik olan kaplama kalınlığına etkir [17,18]. Metalografik kesitler optik mikroskop altında 250-1000 büyütmede incelenerek kaplama kalınlığı tespit edilebilir [19]. Yüzey pürüzlülüğü kaplamanın önemli özelliklerinden birisi olup; mekanik, optik, atomik kuvvet ve taramalı elektron mikroskobu ile belirlenebilir [20,21].

PVD kaplama, malzeme yüzeyinde çekirdeklenme ile başlar, bu esnada malzemede gelişen iç gerilmeler, çekirdeklenmenin yanlış konumlanmasına sebebiyet verir. Bunun analizi, X ışınları difraksiyon testi kullanılarak yapılabilmektedir [22,23]. PVD kaplamanın bir diğer önemli sonucu sertlikteki artıştır ve bu değer, uygulanan yükün oluşan iz alanına oranıyla belirlenir [24]. Kaplamanın alt malzemeye olan yapışma kuvvetinin belirlenmesinde, en yaygın olarak, çizme testi kullanılır [25,26]. PVD kaplamalarda, triboloji deneyleri, kaplamanın aşınma ve sürtünme özelliklerinin belirlenmesinde önemli bir rol oynar. Bu nedenle temas geometrisini belirleyen deney geometrisi ve simulasyonu dikkatle seçilmelidir [18,27].

Seramik malzemeler birçok makinalarda ve metallerin yüksek sertlik gerektiren yerlerinde çok geniş olarak kullanılmaktadır. Seramik malzemeler çok sert olmalarına rağmen, yağlamanın çok zor veya imkansız olduğu ve abrazif aşınma riskinin çok olduğu durumlarda kullanımı artma eğilimi göstermektedir. Ayrıca, sürtünme katsayısı çok yüksek olabilir. Bu da, kayma temasının sağlanmasından sonra, çekme gerilmeleri nedeniyle yüzeyden ayrılmalara neden olabilir. Tüm bu nedenlerden dolayı, yüzey işlemleriyle, sertlik çok daha artacak, kırılma tokluğu iyileştirileceğinden ve daha düşük sürtünme elde edileceğinden, arzulanan sonuca ulaşılacaktır. Yukarıda sayılanların hepsi iyon implantasyonu ile yapılabilmektedir [28].

İyon implantasyonu yaklaşık 30 yıl önce silikon kristallerinin malzeme yüzeyine bombardıman edilmesi ile geliştirilmiştir. Metaller ve alaşımların modifikasyonu ile ilgili ilk sistematik araştırma, malzemelerin aşınma ve korozyon dayanımlarını artırmak amacıyla, 1970'li yıllarda yapılmaya başlandı. Bu çalışmalar; normal erime

sınırlarını geçerek ve işlemin tabii dengesizlik durumlarında, hatta düşük sıcaklıklarda bile bazı avantajlar elde edilebileceğini göstermiştir. Bu araştırma programlarının bazıları iyon implantasyonunun yeterliliğinin saptanması için yapıldı. Bunun için numuneler hazırlanarak; onların korozyon ve oksidasyon davranışları karşılaştırmalı çalışmalarla incelendi ve neticeler pozitif olarak elde edilmiş oldu [29].

1975'de analiz edilmemiş nitrojen iyon beam ile endüstriyel uygulama amaçlı bir programı başlatmak mümkün oldu. Bu amaç doğrultusunda ilk implantasyon dizaynı 1976'da yapılandırıldı. 1985'de daha geniş malzemelerin kullanılabilmesinin mümkün olması ile beraber endüstride daha geniş bir kullanım alanına sahip oldu. Böylelikle, bu yöntemin ekonomik, yüksek seviyeli kazançlarının kanıtlanması mümkün olabilmektedir. Daha güçlü iyon üreticilerinin gelişimi, gaz ve metal iyon beamlerinin endüstriyel uygulamalarını daha da artırmıştır. Kaplamanın ve iyon implantasyonunun kombinasyonu olan, iyon yardımıyla biriktirme ve elmas benzeri karbon filmi oluşturma, kaplama konusuyla ilgili ilave seçenekler sunmaktadır [29].

Malzeme yüzeylerinin özelliklerine; iyon beam modifikasyonunun etkileri bir çok ülkenin araştırma grupları tarafından on yılı geçkin bir süredir çalışılmıştır [30]. Malzemeler; birçok metal iyonları (Sn, Mo, Pb, Ti vb.) ve/veya metal olmayan iyonlar (N, C, B, P vb.) ile implante edildiklerinde; yorulma, aşınma, sertlik, korozyon dayanımı ve sürtünme gibi davranışlarında değişiklikler olduğu saptanmıştır [31]. Birçok yayınlanmış sonuçlar, farklı malzemeler (çelikler, Ti, Al, Cu, WC esaslı alaşımlar) üzerine implante edilmiş Azot ile ilgilidir [32,33,34].

Teorik ve deneysel çalışmalar başarıyla göstermiştir ki; malzeme yüzeyinin mekanik özelliklerini geliştirmek için metal ve metal olmayan birçok elementin iyonları ile implantasyon yapmak mümkündür [35-38]. Diğer bir çalışmada: Demir üzerine C ve Zr iyonları ile implante edilerek tribolojik özellikleri incelenmiştir [39].

PVD ve iyon implantasyonu kullanılarak Ti esaslı alaşım üzerinde Tribolojik performansın karşılaştırıldığı bir çalışmada; TiN kaplamanın sertliği artırdığı

gözlemlenmiştir. Azot implantasyonunun, düşük yüklerde yapılan ölçmelerde, mikrosertliğinin yükseldiği anlaşılmıştır [40].

Bu tekniklerin en önemli dezavantajı vakum altında yapılmak zorunda olduklarından yatırım maliyetlerini artırmış ve işlem görecekle parçala boyutlarında birtakım limitasyonlara sebebiyet vermiştir. Bunun yanı sıra atmosferin olumsuz etkilerinden mahfuz kalmıştır.

Bu tekniklerin mali açıdan getirdiği kazanımlara örnek olarak 316 L Paslanmaz çelikten yapılmış, 50 cm² alana sahip bir kalça protezinin mafsala küre kısmının TiN veya TiC ile implantasyon maliyeti 0.78 U.S.\$ iken kalça protezinin ömrü ise implantasyondan sonra 20-100 kat artmaktadır.

PVD 1970'lerden beri kullanılan bir teknik olup, iyon implantasyonu ise son altı yıldır metalürjik amaçlı olarak endüstriye uygulanmaktadır. Bu çalışma; birbirini tamamlayıcı nitelikte olan PVD ve iyon implantasyonu yüzey modifiye işlemlerinin, hangisinin hangi şartlar altında kullanılmasına ışık tutmak, birbirine göre avantaj ve dezavantajlarını belirlemek amacıyla yapılmıştır. Bu amaçla 316 L Paslanmaz Çelik üzerine ayrı ayrı her iki işlemde uygulanmış, neticeler karşılaştırılarak tribolojik kazanımlar irdelenmiştir.

İlk etapta, 316 L Paslanmaz Çelik üzerine yapılan Azot, TiN ve Zr implantasyonunda sertliklerin yükseldiği, buna karşın aşınma miktarlarının -volumetrik olarak- azaldığı tespit edilmiştir. Ayrıca sürtünme katsayısı grafikleri incelenmiş ve sürtünme katsayısındaki değişimler gözlemlenmiştir. İkinci olarak, aynı çelik üzerine TiN ve Tinalox PVD kaplamalar yapılmış ve sertlikteki artışlar nanoindentasyon deney cihazı ile ölçülmüştür. Aynı şekilde aşınma değerlerinde azalma olduğu görülmüştür. Sürtünme grafiği çıkarılarak yüzey bölgesindeki sürtünme katsayısındaki değişim incelenmiş ve bu çalışmalar sonucu hangi kaplama cinsinin, biyomedikal uygulamalarda geniş bir kullanım alanına sahip 316 L Paslanmaz Çeliğe, en yüksek sertliği kazandırdığı, hangi kaplama en az aşınma gösterdiği ve sürtünme katsayısını en aza indirdiği gibi, sorulara sayısal cevaplar verilmiştir.

BÖLÜM 2. İYON İMPLANTASYON TEKNİĞİ

2.1. Yöntemin Tanımı

İyon implantasyonu, bir veya birden fazla elementin diğer bir malzemenin yüzeyi içine sokularak (Şekil 2.1) malzemenin en dış tabakalarının yapısını ve özelliklerini istenilen şekilde değiştirmek amacı ile uygulanan bir yöntemdir [1].

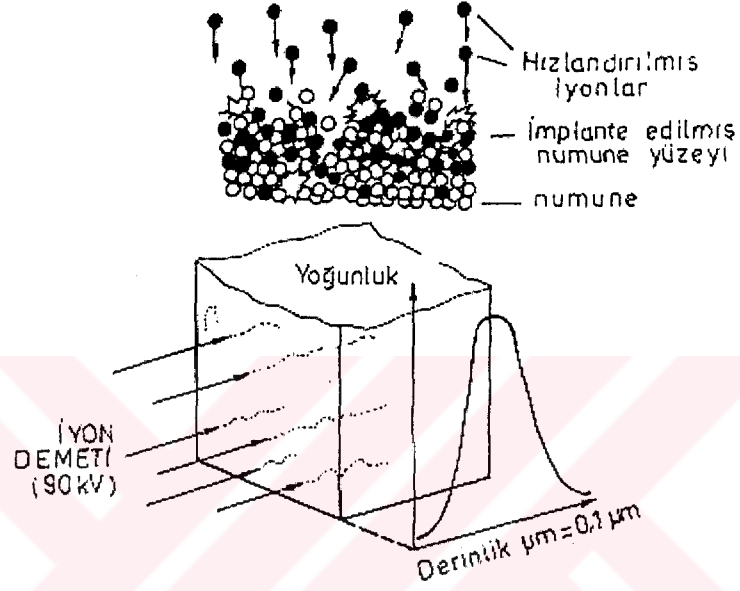
Bir zamanlar, yarı iletken teknolojisinin tekelinde olan iyon implantasyonu günümüzde malzemelerin yüzey özelliklerinin değiştirilebilmesi için yeni seçenekler sunmaktadır.

Özelliklerdeki değişiklikler yüzeyden içeri giren iyon ışınları (iyon beams) etkisiyle yüzeye yakın tabakaların kompozisyon ve morfolojisindeki değişikliklerin bir sonucudur. Bu alanda yürütülen kapsamlı çalışmalar, malzemenin ana özelliklerinde olumsuzluk oluşturmadan; yüzeyin sertlik, sürtünme katsayısı, aşınma direnci, korozyon direnci, yüzey enerjisi ve benzeri diğer özelliklerinin iyon ışınları ile değiştirilebileceğini göstermiştir.

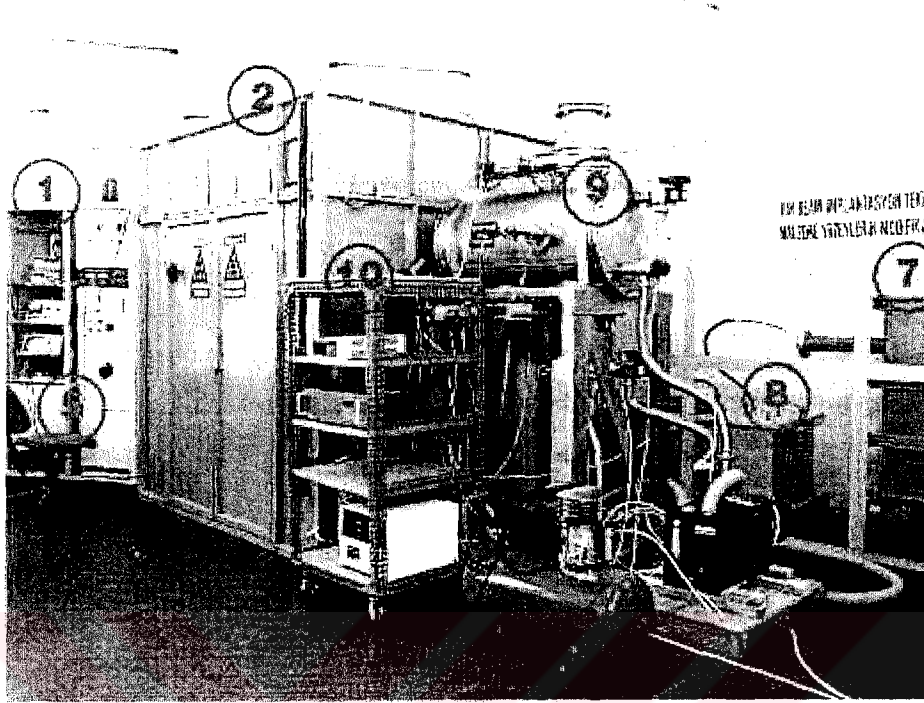
İyon implantasyonu işleminde; yüksek enerjili iyonlar yüzeyin altındaki tabakalara girip, buradaki malzeme ile etkileşerek yüzeye yakın bölgenin kompozisyon ve yapısını değiştirirler. Kompozisyondaki değişiklikler karbür, nitrür ve oksit gibi ikinci fazların oluşmasına ve çözelti sertleşmesine (solution hardening) neden olurlar. İçeri giren enerjik iyonların çarpışması ile meydana gelen şerare, 1000 mertebelerinde atomu kafesteki yerlerinden kaldırır. Kovalent bağlı malzemelerde ve alaşımların belirli kompozisyon bölgelerinde bu düzensizlik giderilmeden kalır ve yüzeye yakın bölgedeki yapı oldukça düzensiz, amorf durumda kalır. Bu yapı aşırı soğutulmuş alaşımlardakine benzer ve deformasyon davranışları ile yüzeyin reaktifliğinde değişiklikler meydana getirir. İyon implantasyonu ile yüzeyde

meydana getirilen meta-stabil kimyasal ve yapısal deęişimlerin çalışma şartları altında stabil oldukları gözlenmiştir.

Bu yöntemde kullanılacak teknoloji, Amerika 'da Lawrence Berkeley Laboratuvarında geliştirilen MEVVA İyon İmplanter Sistemidir (Resim 2.1).



Şekil 2.1. İyon implantasyonunda, hızlandırılmış iyonların, malzeme yüzeyine nüfuz etmeleri ve iyon dağılımının görünümü [1].



1. Elektrik-elektronik donanım kontrol paneli
2. Yüksek gerilim odası
3. Mevva iyon üretici
5. Ark akımı ve iyon hızlandırıcı kontrolü
7. Yüksek gerilim güç kaynağı (110 kV-DC)
8. Yüksek gerilim
9. Vakum sistemi
10. Vakum sistemi

Resim 2.1. Mevva iyon implantasyon sisteminin genel görüntüsü

2.1.1. İyon implantasyonunun farklı enerjilerde oluşturduğu etkiler

İyonların enerjileri ve dozları (iyon sayısı/cm²) kontrol edilerek malzeme yüzeyi üzerinde sayısız alaşım oluşturmak mümkündür. Bu alaşımların yapısı ve yüzde miktarları da ayarlanabilir. İyon ile yapılan malzeme modifiye işlemleri enerjilerine göre üç grupta toplanabilir [2]:

- İmplantasyon (iyon ekimi)
- Depozisyon (birikme)
- Sputtering (püskürtme)

10^6 eV iyon enerjisinde ve bunun üzerindeki enerjilerde, gelen iyonlar numune yüzeyinden zorla içeri gömülerek, malzeme yüzeyinin altında bir ince film oluştururlar. Yapılan bu işleme implantasyon adı verilir. Yüzey bölgesinde biriken ince film alayım tabakası oluşturur, yüzeyde bir modifikasyon oluşumunu sağlar [2].

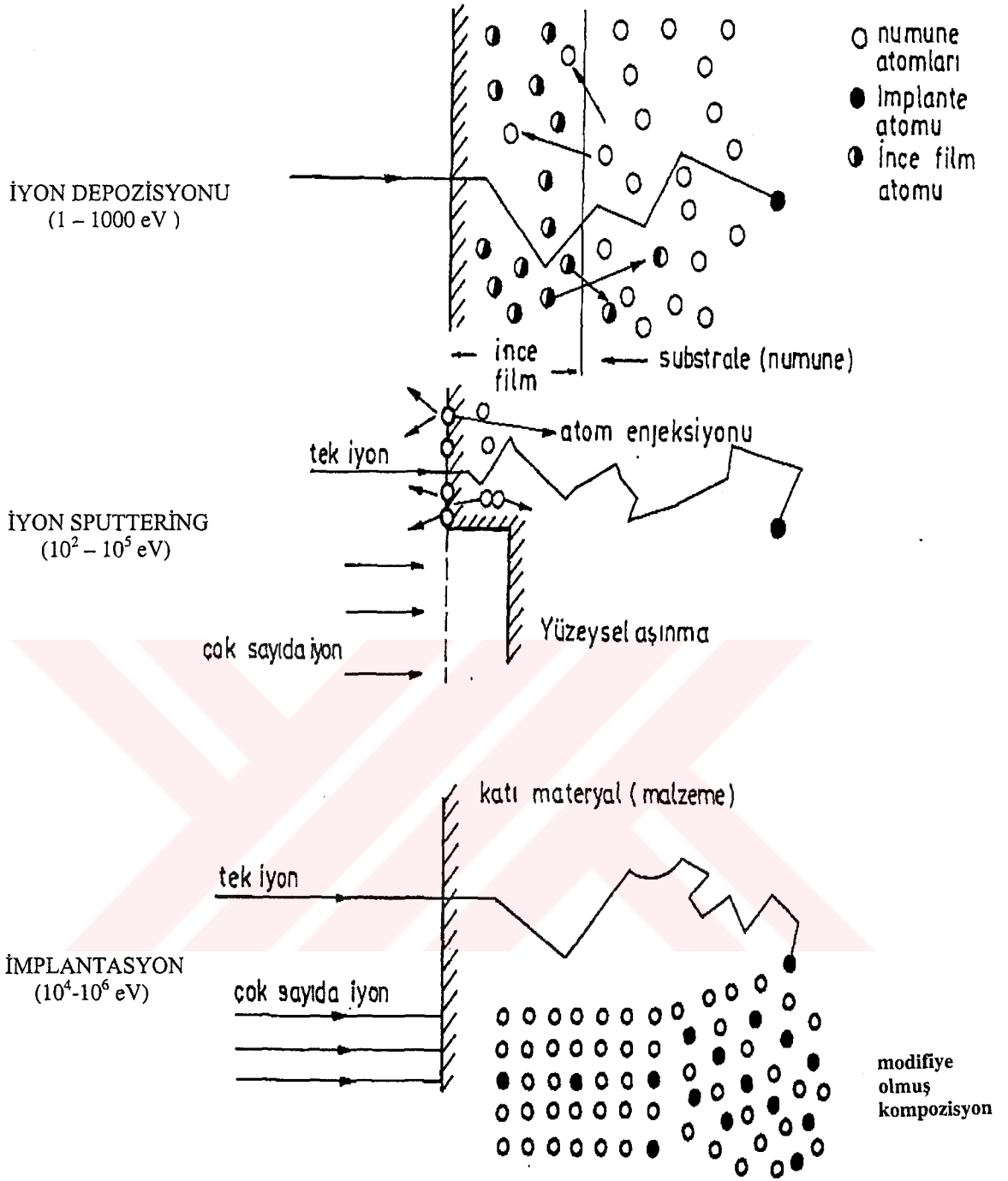
Şekil 2.2.'de görüldüğü gibi iyon enerjisi, gelen iyonun numune üzerinde nasıl bir yol izleyeceği ile yakından ilgilidir. İyon enerjisi 1~100 eV aralığında ise gelen iyonlar numune yüzeyinden çok az miktarda içeri girebilir. Ancak daha çok numune yüzeyine yapışma ve birikme etkisi göstererek film tabakası oluşturur. Vakum buharlaşması sırasında parçacıkların kinetik enerjisi 10 eV gibi düşük değerlerde ise, yalnızca yapışma ihtimali vardır. Atom ve moleküller gibi parçacıklar daha yüksek enerji (10-100 eV) aralığında iseler, katı yüzeyine sıkı şekilde yapışmış, istenen karakteristiklere sahip ince film oluşturabilirler. Bu teknik, iyon demeti ile parçacıkları kullanan bir saçılma birikimidir. Yüksek enerji, saçılmanın yüzeyi kaldırması etkisini doğurur ve daha az yapışmaya sebebiyet verir. İyon kaplamada yapışma, saçılma ve implantasyon etkileri aynı anda oluşur. Parçacıkların çoğu birikir ve sadece yüksek enerjili olanlar implante olur. Bu sayede yüksek yoğunlukta ince bir film yüzeyde oluşur. Tutunamayan veya zayıf yapışmış parçacıklar kolayca saçılır [2].

İyon enerjisi arttıkça ($10^2 - 10^5$ eV) gelen iyonlar alt malzeme yüzeyine daha şiddetli çarpar ve bu yüzeyindeki atomları yerinden ayırarak, yüzeyde aşınma meydana getirir. [2].

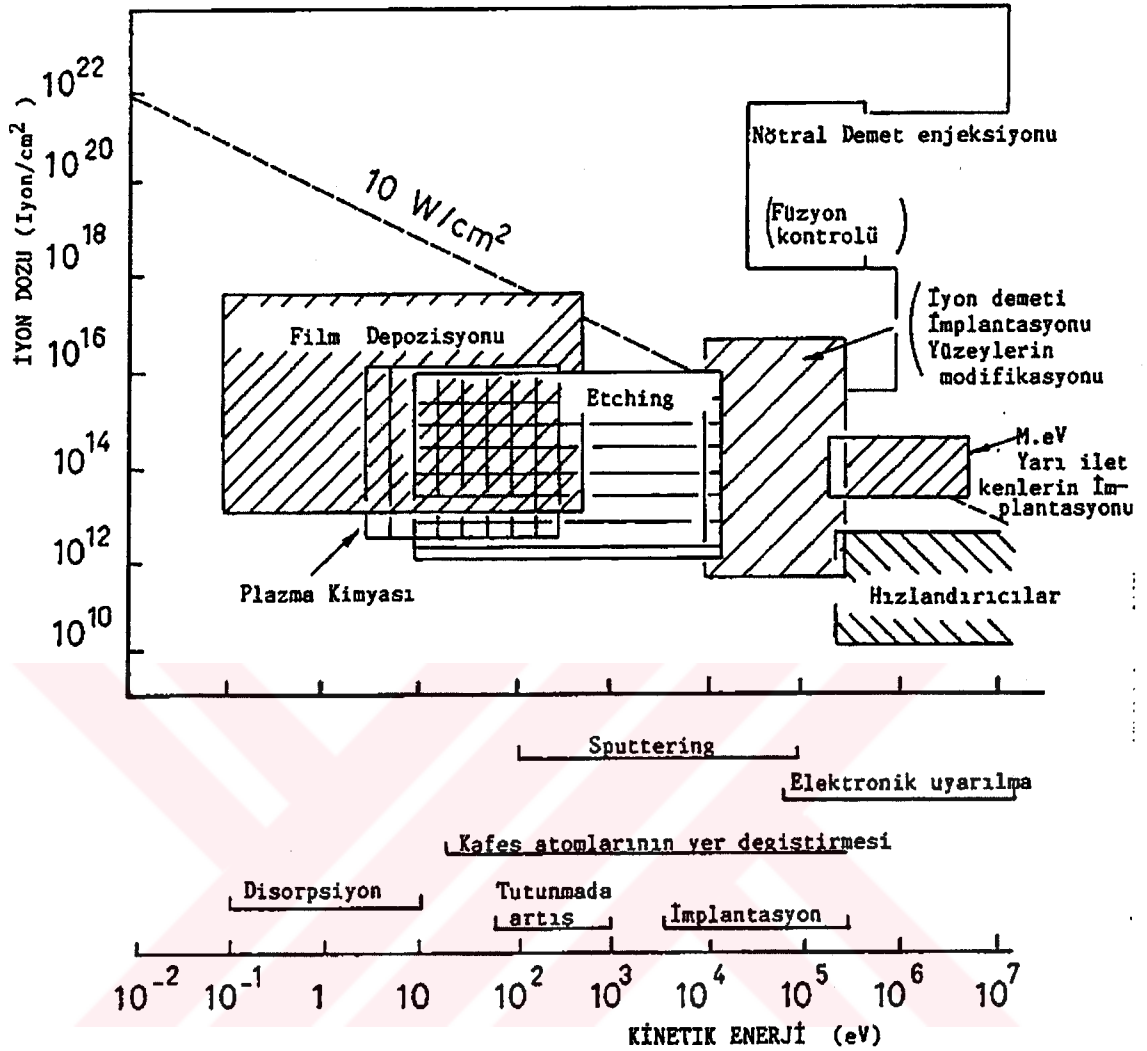
Sputtering (püskürtme); elementlerin, kimyasal bağlanma enerjisinin ve derinlik profillerinin saptanmasında kullanılan bir yüzey kaldırma işlemidir. Bu özellik, yüzey işlemlerinde, yüzeyin temizlemesi amacıyla da kullanılabilir. İyon enerjisi artırıldıkça saçılma oranı azalır [2].

Sonuç olarak, malzeme yüzeyi ve yüzey tabakalarının karakteristikleri işlem sırasında iyon demeti ile uygulanan enerjinin miktarına büyük oranda bağlıdır. Çünkü farklı enerji aralıklarında farklı etkiler oluşmaktadır [2]. Şekil 2.3.'de iyon enerjileri ve dozlarına karşılık gelen kullanım alanları görülmektedir.





Şekil 2.2. Enerjilerine göre iyon bombardımanı etkileri [2]



Şekil 2.3. İyon dozları ve enerjilerine karşılık gelen kullanım alanları [2]

2.2. İyon İmplantasyonunun Temel Prensibi

İyonların, fotonların ve elektronların kullanıldığı ışın demeti teknolojisi, bir çok endüstriyel alanda, bilhassa yarı iletken teknolojisinde, malzeme yüzeylerinin modifikasyonlarında önemli oranlarda kullanım alanlarına sahiptir [2].

İyonlar ve elektronlar atom moleküllerinden elde edilen yüklü parçacıklardır. Yüklü parçacıkların bilinen en büyük avantajı, elektrik yada manyetik alanla yönlendirilebilmeleridir. Bu teknik sayesinde kontrol edilen iyonlar ve/veya elektronlar bir "iyon demeti" veya "elektron demeti" teşkil edebilirler. Yüzey

modifikasyonunda kullanılan iyonlar, atom veya moleküllerden bir veya daha fazla elektronun çıkarılması ile meydana gelen pozitif yüklü parçacıklar olarak tanımlanır. Sisteme dışarıdan elektron verilerek negatif iyonlar da elde edilebilmektedir. Vakum ortamındaki iyon ve elektronlar incelenirse; iyonların elektronlardan daha büyük yük ve çapa sahip olduğu ve iyonize olmadan evvelki atomların özelliklerini taşıdıkları gözlemlenebilir. Fakat elektronların ayrılmadan önceki atomların özelliklerini taşımadığı bilinmektedir. Mesela, titanyum atomlarından elektron koparılmak suretiyle oluşturulan titanyum iyonları, titanyum atomlarının özelliklerine sahiptir, fakat kopan elektronlar bu özelliklerini yitirmiştir. Titanyum iyonlarının kütle çapı elektronlarından beş kat büyüktür [2].

Vakum altında iyonlarla işlem gören yüzey ve yüzey tabakasında, iyon kaplama, iyon demeti ile biriktirme, iyon ışını saçılması ve iyon implantasyonu gibi teknikler kullanılarak büyük değişiklikler gerçekleştirilebilmektedir [2].

Yüzey işleme teknikleri; ince film oluşumu (biriktirme), saçılma, dağlama ve parçacık yığılma olarak sınıflandırılır. Biriktirme ve parçacık yığılma metotları yeni yüzey oluşumu açısından önemlidir. İnce film teşekkülü alt malzeme yüzeyinde değişik parçacıkların biriktirilmesiyle gerçekleştirilir. Böylece, ince film ve alt tabaka arasında belirgin bir ara yüzey (yapışma yüzeyi) vardır. Diğer yandan, iyon implantasyonu ile parçacık yığılma durumunda, yüzey üzerinde yeni malzeme oluşumu söz konusudur [2].

2.2.1. İyon - metal etkileşimleri

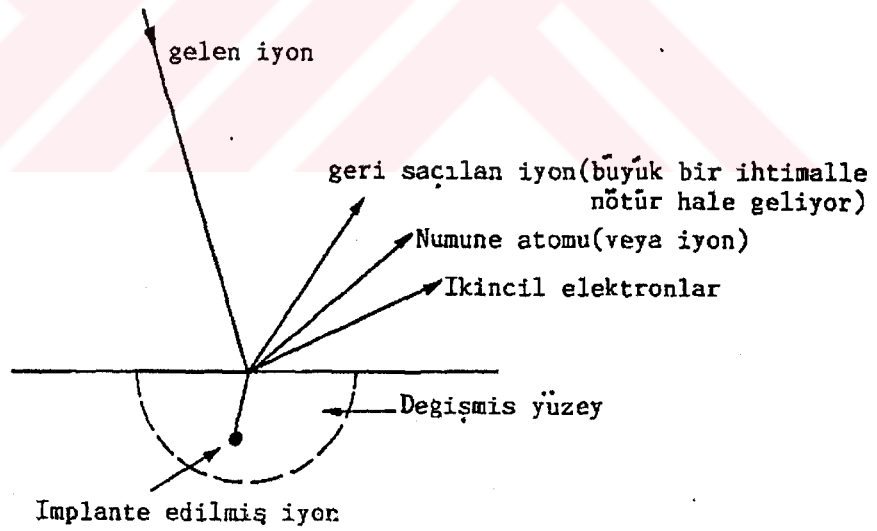
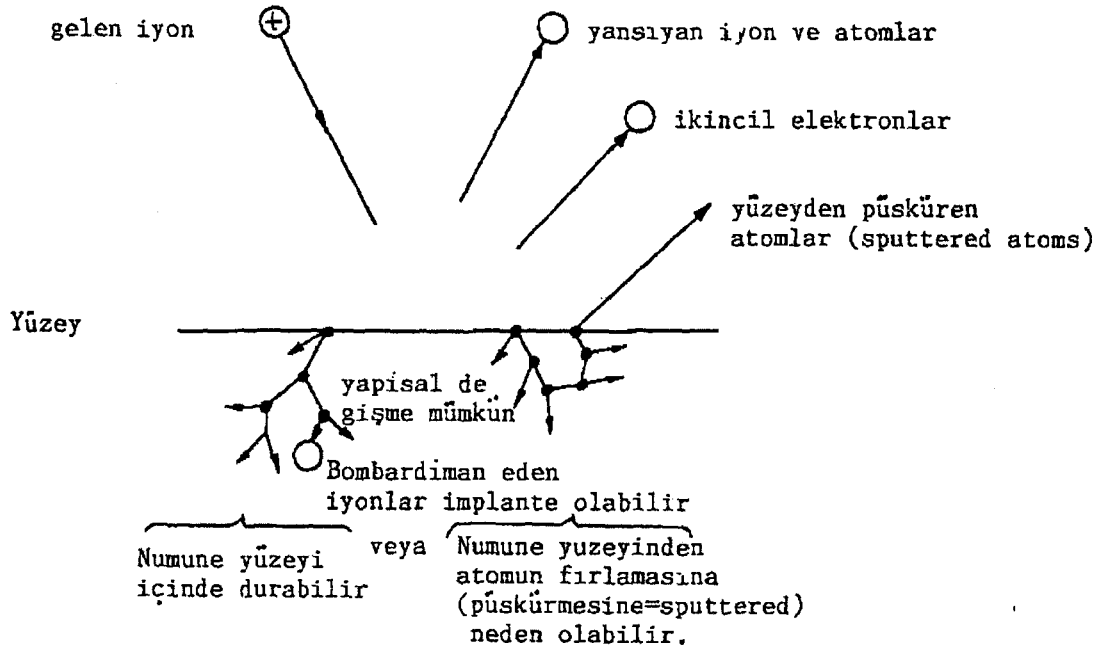
İyon implantasyonu bir elementin, diğer bir malzemenin yüzeyinin içine sokulması olup, malzemenin en dış tabakalarının bileşimi ve özelliklerini değiştirmek amacıyla uygulanan bir yöntemdir. Bu yöntemde implante edilecek malzeme yüzeyi pozitif iyonlar ile bombardıman edilir [3].

Bir elementin iyonu aynı cinsten veya değişik bir malzemenin yüzeyine çarptığında şunlar görülebilir;

- İyonun arpması, numune atomlarının kendi aralarında arpşıarak yüzeyden dışarı bir atom fırlamasına neden olabilir (sputtering),
- İyon arpması numunenin yapısal düzenlenmelerine neden olabilir. Bunlar; boşluk oluşumu, atomların yerlerinden oynaması ve kafes kusurları oluşabilir,
- İyon geriye yansıyabilir, bu sırada muhtemelen nötrleşebilir,
- İyonun arpması ile numuneden elektron fırlayabilir (ikincil elektronlar),
- İyon numune içine girebilir (iyon implantasyonu) [3].

Metallerle iyonların etkileşmesi sırasında meydana gelebilecek olaylar Şekil 2.4'de şematik olarak gösterilmiştir.





Şekil 2.4. Metallerle iyonların etkileşimleri [3]

2.3. Yöntemin Malzeme Yüzeyindeki Etkileri

Bu yöntemle periyodik cetveldeki 50 elementin diğer bir malzeme yüzeyine implantasyonu yapılabilir. Genellikle bu yüzeylerin implantasyonunda kullanılan element miktarı çok azdır (1 mg – 1 g) [4].

İyon implantasyonu yapılan bir malzeme yüzeyinde sert katı faz çökeltileri oluşması nedeniyle:

- İmplantasyon derinliği 0,1- 2 μm arasındadır.
- Yüzeyde yarı kararlı faz oluşumuyla, oksidasyona karşı direnç artar.
- Yüzey sertliği artar.
- Aşınmaya karşı direnci artar.
- Seramiklerde; basma gerilmesindeki iyileştirme ile, kırılmaya karşı direnç artar.
- Seramik malzemelerde sağladığı amorflaşmadan dolayı yorulmaya karşı direnç artar.
- Yüzeyde amorf yapı oluşması sonucu, sürtünme azalır, kayma artar.
- Alaşım formasyonunun yüzey bölgelerinde teşekkülü ile, korozyona karşı direnci artar.
- İşlem sırasında malzemenin (hacimsel olarak) özellikleri değişmez [4].

2.3.1. Yöntemin temel nitelikleri

İyon implantasyonu ile alaşım oluşturmayı, bilinen diğer yüzey işlemlerinden ayıran çeşitli farklılıklar vardır. Bazıları şunlardır;

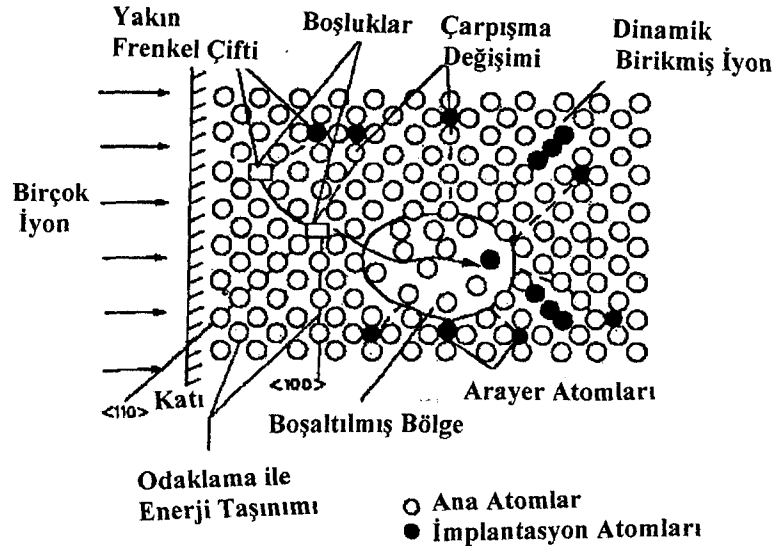
- Konsantrasyon derinlik profilleri iyon akışı ve kinetik enerjinin optimizasyonu ile kontrol edilebilir,
- Yüksek enerjili iyon implantasyonu (>10 keV) yakın yüzey bölgesi içinde özel bir karışım oluşturur,
- İyon implantasyonu atermal (yüksek sıcaklık gerektirmeyen) bir prosestir,
- Çarpan iyon ışınının meydana getirdiği atomik yer değişimi atomik taşınımı teşvik eden büyük kafes hasarına yol açar [4].

İyonlar, sabit atomlarla elastik çarpışma yaptıklarından, elektronik uyarılmaları ve iyonlaşmaları nedeniyle katılarda enerji kaybederler. İmplantasyon iyonları ve alt malzeme atomları arasında meydana gelen elastik çarpışmalar, sık çarpışan parçacıkların geri dönmesi ile sonuçlanır. Eğer geri tepme enerjisi 20 eV değerini aşarsa, alt tabaka atomunu asıl olması gereken bölgesinden uzaklaştırabilir. Bunun sonucunda bir boşluk oluşur ve bir ara yere karşılık gelir. Bu durum noktasal kusur meydana getirir. Gelen iyonlarla doğrudan etkileşimleri sonucunda yabancı atomlarının yeniden yerleşmesine “birincil geri tepme karışımı” denir. Geri tepme enerjisi genelde ikincil matris atomu yer değiştirmelerine sebep olmaya yeterlidir ve ikincil geri tepme olarak anılır ve önemli kafes hasarına yol açan çarpışma şeraresi oluşur (Şekil 2.5). Tek bir ağır iyon, iyon yörüngesi etrafındaki hacmin içinde yüzlerce kafes atomunun yer değiştirmesine sebep olabilir. Boşluk-ara yer çifti oluşum hızları genelde yüksektir. (Şekil 2.6’da görüldüğü gibi, demir içinde 10^{17} N/cm² durumu gibi) [4].

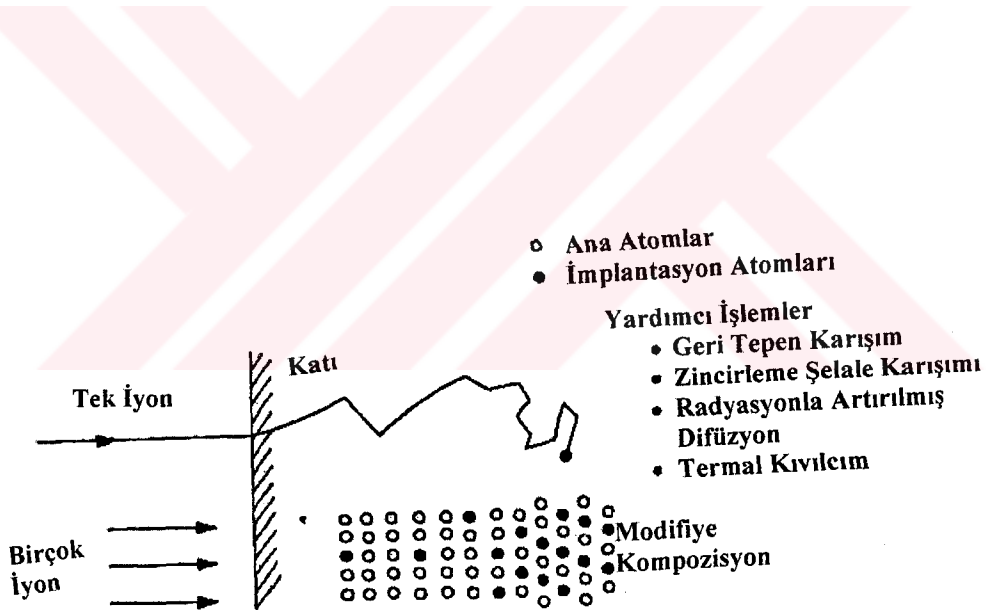
Yüksek dozlarda, iyon bombardımanı ile üretilmiş boşlukların yoğunluğu termal olarak harekete geçtiği yüksek sıcaklıklarda önemlidir.

Metallerde, boşlukça zengin bölgeler çökme eğilimi gösterirken, çok hareketli ara yerler toplanma eğilimi gösterir. Diğer kusurlar; dislokasyonlar, tane sınırları veya yüzeyin kendisi gibi bölgelere hareket ederler.

Çarpışma şeraresinde biriken enerji, atomik hareketlerle tüketilir. Böylece, takip eden iyon difüzyonu hızlandırabilir ve implante edilen bölgeden öteye malzemeyi taşıyabilir. Bu olaya “ışınla artmış veya kusurla artmış difüzyonu” denir. Bu yalnızca termal olarak aktive edilen difüzyonun çarpışması, çarpışma şeraresi bölgesinin ısınmasına yol açar. Bu bölge klasik ısı iletimiyle soğuduğunda işlem durur [4].



Şekil 2.5. İyon implantasyonunun oluşturduğu iç yapı değişimleri [4]



Şekil 2.6. Arayer-boşluk çifti oluşumu [4]

Hızlı soğutma etkileri termal "spike" modeli olarak bilinir. Eğer bir E enerjisi K termal iletkenlikli N atomik yoğunluklu bir hedefin V şerare hacmine birikirse ve eğer şeraredeki hareket halinde atomların dengedeki bir sıcak gaz gibi davrandığı düşünülürse, T_s spike sıcaklığı şöyle tanımlanabilir [4];

$$T_s \cong (2/3) \cdot (E/K \cdot N \cdot V)$$

Termal enerjinin kafes ısıl iletkenliğiyle tükendiği kabul edilir ve tipik olarak bir şerare hacminin 1000 yada daha fazla atom içermesi beklenir [4].

2.3.1.1. İmplantasyon elementlerin fiziksel dağılımı

İyon implante edilen bir katı çözelti, difüzyonla atomik olarak dağılacaktır ve geleneksel yüzey işlemlerinde görülen intermetalik bileşiklerin kümelenmeleri olmayacaktır. Fakat tavlama, sınırlı çözünürlüğe sahip olan elementlerin çökeltilerinin oluşumunu teşvik edecektir ve burada implante edilen atomlar ve kusurlar arasında etkileşimler meydana gelecektir. Aşağıda açıklanan çözünürlüğü etkileyebilir. Tüm bileşiklerin hareketli olduğu yüksek sıcaklıklarda, sistem termodinamik dengeyle idare edilir [4].

2.3.1.2 Aşırı doymuş kristal çözeltiler

Sıcaklık artışıyla harekete geçen atomik taşınımın ihmal edilebilir olduğu durumlarda, katı çözelti içerisinde dengeli dağılmış fazlarda ince şekilde serpilmiş implantasyon atomları bulunur. Be, Al, Fe, Ni, ve Cu gibi çeşitli metaller için oda sıcaklığında aşırı doymuş kristal çözeltileri gözlemlenmiştir.

2.3.1.3. Yarı kararlı kristal yapılar

Bazı şartlar altında iyon implantasyonu, yarı kararlı kristal yapı oluşturur. Bunun gibi fazlar geniş bileşimli rasgele çözeltilerden stokiometrik bileşiklere kadar değişir. C, O, N gibi reaktif elementlerle ve He ve Ar gibi inert gazlarla implante edilen Ni, Fe, Mo ve Ti metalik tabakalarında faz dönüşümleri gözlenmiştir. HMK 'dan YMK'ya, YMK'dan SPH'a ve SPH'dan YMK'ya yapısal dönüşümleri rapor edilmiştir ve kaplamalardaki bombardıman kusurlarının birikiminden kaynaklandığı yorumu yapılmıştır [4].

Sistemin yapısına bağlı olarak, yarı kararlı fazların oluşumu; yüksek kafes hasarlarına, bazı malzeme bileşenlerinin hareketliliğine (hafif ara yerler gibi), bileşimin atermal (yüksek sıcaklık gerektirmeden) formasyonuna sebep olur.

Yarı kararlı faz oluşumunun bazı tipik örnekleri şunlardır; YMK Ni 'ye P⁺ implantasyonu küçük SPH girişimler üretir. Oda sıcaklığında demire C⁺ implantasyonu 330 °C'lerde tavlama işlemi gerektirir. Yarı kararlı faz olan martenzitin oda sıcaklığında C ara yerle HMK Fe kafesi yapısal değişikliğe uğrattığı ettiği rapor edilmiştir. Sonraki tavlama işlemi yarı kararlı Fe₃C çökeltileri oluşturur. Bu özellik soğutulmuş ve temperlenmiş hacim karbon çeliklerine karşılık gelir [4].

2.3.1.4. Amorf fazlar

İyon implantasyonu ile bileşim değişimlerinin ve yüksek atomik yer değiştirmelerinin meydana gelmesi, bazı malzemelerde amorf fazların oluşması için son derece hızlı soğutma koşullarına benzer şekilde bir etki oluşturur. Bu prosesin diğer önemli özelliği hem stokiometrisinin hem düzensizlik derecesinin sürekli olarak değişmesidir [4].

Appleton, Si (100) tek kristalini 1×10^{16} As⁺cm⁻² 100keV oda sıcaklığında implante etmiş ve numune yüzeyinde amorflaşmanın meydana geldiğini tespit etmiştir. Appleton'a göre amorflaşma: Her gelen iyonun yoğun bir şerare (termal spike) oluşturması (hızlı soğutma neticesinde amorflaşma oluşur), Si güçlü kovalent bağı olan bir katı olması (oda sıcaklığında bir amorf yapıda stabilize edilebilir) gibi sebeplerle açıklanmıştır [4].

Metalik amorf yapılar birkaç gruba ayrılabilir:

- Geçiş metallerine (Ni, Fe) implante edilen nadir elementler (Dy, Bi)
- Geçiş metallerine (Ni, Co veya Fe) implante edilen mettalloid (B veya P)
- Asal metale (Au) implante edilen metalloid (Si) ve saf metaller [4]

2.3.1.5. Denge faz alaşımları

Düşük sıcaklıklarda yapılan implantasyon, uygun konsantrasyonlara ulaşıldığında, difüzyonsuz faz dönüşümü sağlar. İmplant edilen elementlerin ve ev sahibi matris atomların homojen karışımı ancak implante edilen elementlerin hareketliliğinin sıfır olduğu sıcaklıklarda oluşur. Burada çökeltilerin oluşumu ve gelişimi Sb iyonlarının

tek kristal alüminyum'a implantasyonu göz önüne alınarak tanımlanmıştır. Sb iyonunun hareketliliği oda sıcaklığında sıfırdır ve 120 °C'de artmaya başlar.

İkili faz diyagramı yalnızca YMK Al gösterir, SPH Sb ve elmas kafes bileşiği AlSb'ye denge koşullarında izin verir. Sb'nin Al içindeki katı çözünürlüğü çok düşüktür ($\ll \%0.1$). Böylece %1-20 Sb konsantrasyonları, Sb'nin hareketliliği yeterli olur olmaz, Al+AlSb çökeltilerinden oluşan iki fazlı bölge içine rastlar . 50 keV ve 300 °C'de farklı akışlarda tek kristal Al'a Sb⁺ iyonlarının implantasyonu ile oluşan AlSb parçacıklarının karanlık olan mikroskop fotoğrafları ve bu parçacıkların boyut dağılımı gösterilmektedir. Daha yüksek akışlarda, daha çok ve daha küçük parçacıklar oluşur. Kant ve arkadaşları, akış ve implantasyon sıcaklığı arttıkça ortalama çökelti boyutunun arttığını ve yoğunluğunun azaldığını, belirlemişlerdir [4].

Fazlar dengede iken, iyon implantasyonunun çökelti boyutunun, hacim fonksiyonunun ve derinlik dağılımının açılımları elde edilebilmiştir.

2.4. Mekanik Özelliklerin İyileştirilmesinde İyon İmplantasyonunun Etkisi

İyon implantasyonu ile malzemede meydana gelen mekanik özelliklerdeki iyileşmenin nedenleri;

- Amorflaşma
- Yakın yüzey bölgesinde oluşan kusurlar; boşluklar, ara yerler oluşumu bunların birbiri ile etkileşmeleri, dislokasyon hareketine engel teşkil etmeleri, dislokasyon ağlarının yada düğümlerinin oluşması.
- İkinci faz oluşumu; nitür, karbür, borür vb. olarak açıklanabilir [5].

2.4.1. Mukavemeti artıran mekanizmalar

Katı cisimlerde iç yapının mekanik özellikler üzerinde önemli etkileri vardır. Bu özellikler her şeyden önce kimyasal bileşime, mekanik ve ısı işlemlere bağlıdır. Plastik deformasyon süresinde dislokasyon yığılmaları sonucu oluşan pekleşme, bir metalin mukavemetini artırıcı yöntemlerin başında gelir. Katı eriyik

alaşımlandırması da diğer bir yöntemdir. Bu yöntemde, arayer katı eriyikleri, düzenli katı eriyikleri ve aynı zamanda aşırı doymuş katı eriyikten çökme ve faz dönüşümleri önemli mekanizmaları oluşturmaktadır. Metalürjide daha dayanıklı alaşım üretimi ile ilgili gelişmelerin çoğunda bu işlemlerden her birinin çeşitli şekillerde uygulandığı göze çarpmaktadır [6].

İyon implantasyonu yöntemi ile oluşan mukavemetlendirme mekanizmaları şunlardır: Soğuk deformasyon dislokasyon yoğunluğunu artırır. Düşük sıcaklıklarda implante edilen malzemede nokta kusurları yoğunluğu da artar. Her iki etkide sürtünme ve aşınma performansı artmış güçlü yakın-yüzey bölgeleri oluşturur [5].

Diğer bir mekanizma, ara yer katı çözeltili mukavemetlendirmesi. Yer alana benzer, ancak burada ara yerler hareketlidir, dislokasyonlar difüze olabilir. Difüze oldukları dislokasyonlarda, dislokasyon hareketi için gerekli enerji bariyerini yükseltir. C, N en bilinen iki ara yer elementidir [5].

Ana malzemeye göre daha büyük boyuta sahip empürite atomları zorla ana malzeme atomlarının yerine geçerek yer alan katı çözeltili mukavemetlendirmesi yapar. Akma mukavemeti çözünen atom konsantrasyonuyla ve atomik boyut farklılığı ile artar. İyon implantasyonu yer alan katı çözeltili mukavemetlendirmesinde bir avantaj sağlayabilir; çünkü termodinamik olarak mümkün olandan daha fazla uyumsuz atomun girişine imkan sağlar [5].

Diğer bir mukavemetlendirme mekanizması da, yakın-yüzey bölgesinin tamamen farklı bir faza dönüşmesi (Örneğin kroma yüksek doz N_2 implantasyonu CrN oluşturur). tribolojik özelliklerde gelişim sağlar. Bu gelişimin dislokasyon hareketinin kısıtlanmasından kaynaklanması gerekli değildir, burada daha ziyade implante olan bölgede güçlü fazın oluşması bu iyileşmeyi sağlar. İkinci faz mukavemetlendirmesinde karbürler, borürler, nitrürler vb. oluşmuş ve ince dağılmış partiküller dislokasyon hareketi için bariyer teşkil eder ve böylece yüzey sertleşir [5].

2.4.2. Sertlik deęerinin yükseltilmesi

Yeterince yüksek dozda implantasyon sonucunda sert bileşiklerin oluşumu, dislokasyon yoğunluğunun artması ve intermetalik bileşiklerin molar hacmindeki farklılıklardan kaynaklanan büyük kalıcı basma gerilimlerinin oluşmasına neden olur. Böylece implante olan tabakanın sertliği artar [4].

Malzemelerin elastiklik, süneklik, mukavemet ve tokluk gibi önemli mekanik özelliklerinin yanında bir dięeride sertliktir. Sertlik bir malzemenin yüzeyine batırılmak istenen sert bir cisme karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanır. Belirli koşullarda yüzeyde oluşturulan kalıcı veya plastik izin büyüklüğüne göre belirlenir. Sertlik, malzemenin plastik şekil değiştirmeye karşı gösterdiği direnç olarak da tanımlanabilir [7].

2.4.3. Kırılma tokluğu deęerinin iyileştirilmesi

Malzemenin dış kuvvetler etkisinde parçalara ayrılmasına kırılma denir. Kırılma oluşum biçimine göre iki gruba ayrılır. Sünek malzemelerin yorulma kırılması da bir gevrek kırılma türüdür. Sünek kırılma belirgin ölçüde plastik şekil değiştirme ve büzülmeden sonra oluşur ve oldukça büyük enerji yutar. Gevrek kırılma plastik şekil değiştirme olmaksızın aniden meydana gelir ve çok az enerji yutar. Bu tür kırılmanın nerede ve ne zaman oluşacağı önceden kestirilemediği için çok tehlikelidir [6].

Kırılmanın türü malzemedan malzemeye deęiştirdiği gibi çoęunlukla uygulanan gerilme haline, parçanın geometrik biçimine, sıcaklığa ve şekil deęiştirme hızına bağlıdır. Bütün kırılma olayları genellikle çatlak oluşumu ve çatlak ilerlemesi şeklinde oluşur. Malzemeler çoęunlukla çentik, çatlak, boşluk sert parçacıklar gibi çeşitli kusurlar içerirler. Sünek ve gevrek malzemelerde kırılma türlerinin deęişimi, mevcut koşullara bağlı olarak çatlak oluşması ve çatlak yayılmasındaki farklardan doğar. Düşük sıcaklık, tekrarlı gerilmeler, kaymayı kısıtlayan çok eksenli gerilmeler, yüksek hızlı şekil deęiştirmeler gevrek kırılma eğilimini arttırır [6].

Kırılma tokluğu (K_{IC}) gerilim altında bir çatlakın ilerlemeye gösterdiği direncin ölçülmesi ile belirlenen ve malzemelerin mekanik özellikleri arasında belirtilen bir değerdir. Özellikle seramik malzemeler için önemli bir faktördür [6].

İmplantasyonla büyük kalıcı basma gerilimlerinin (5-10 GPa) meydana gelmesi (düşük sıcaklıklarda daha çok oluşur) ve yüksek doz implantasyonunun neden olduğu latis hasarlarının, sertliğin düşüşüne sebep olan amorflaşmaya yol açması, kırılma tokluğunu arttıran başlıca sebeplerdir [5].

2.4.4. Sürtünme katsayısının düşürülmesi

Sürtünme adhezyon gibi fiziksel özelliklerin ve birbiri üzerinde kayma gibi olayların etkisi altında olan karmaşık bir olaydır. Sürtünme katsayısı kayma ve basmada temas eden malzemelerin zayıf olanının plastik akışa direncinin oranı olarak tanımlanır. Bu ilişkiye göre, sertlikteki artış sürtünme katsayısında azalmaya yol açacaktır [2].

Sürtünme karakteristikleri kayma ve basmada malzeme çiftinin zayıf olanının plastik şekil değişimine direnci gibi yüzey özellikleri ile ifade edilir. Metallere, seramiklere, polimerlere, metal ve ametal elementlerin implantasyonunda çoğu durumda sürtünme katsayısını değiştiği gözlenmiştir. Diğer önemli özellikler yüzey pürüzlükleri ve yüzey enerjisi çiftiyle yüzeyin yarılp çizilmesini engelleyen, yüzey üzerindeki aşırı doymuş bağlarla kendini gösteren ve bir malzeme özelliği olan ve aynı zamanda implante olmuş yüzeyin adhezyonunu sınırlayan mikrosertliktir. Daha öncede belirtildiği gibi iyon implantasyonu sertlikte artış getirir ve düşük yüzey enerjiye sahip refrakter doğal bileşiklerin oluşumunu sağlar ve böylece her iki faktör sürtünmede azalmaya yardımcı olur [4].

2.4.5. Aşınmanın azaltılması

Aşınmanın tarifleri çok ve çeşitlidir. DIN 50320'ye göre teknik anlamda aşınma; kullanılan malzemelerin başka malzemelerle (katı, sıvı, gaz) teması neticesinde mekanik etkenlerle yüzeyden küçük parçacıkların ayrılması sonucu meydana gelen ve istenmeyen yüzey bozulmasıdır. Aşınma en genel ifadesiyle mekanik

etkileşimlerin sonucunda katı bir yüzeyden malzeme kaldırılması şeklinde tanımlanmaktadır. Aşınmaya yol açan etkenlerin tamamını dikkate alarak incelemek gerekir, bir başka ifade ile aşınma bir sistem bütünlüğüdür, sertlik veya çekme gibi bir malzeme özelliği değildir. Buna tribolojik sistem denilmektedir [8].

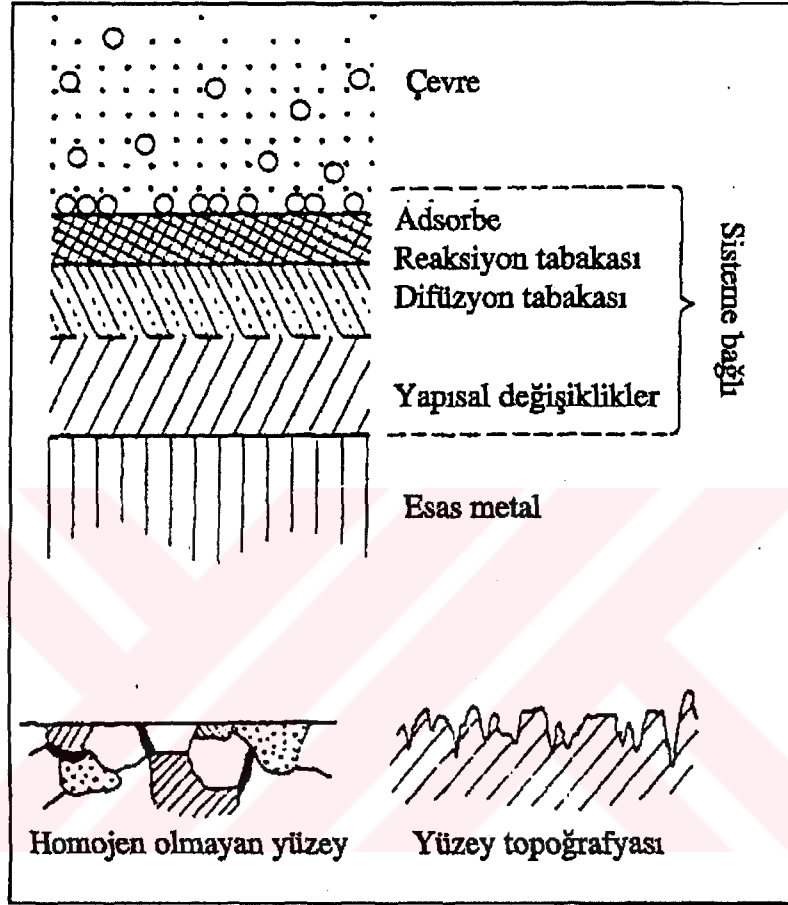
Yüzeyin boyuna kesiti incelendiğinde; talaş kaldırma işlemlerinden dolayı yapısal değişimlerin olduğu tabakalar ortaya çıkmaktadır. Bu değişim tabakaları malzemenin yapısına ve işlenmesine bağlıdır. Özellikle, ısıl işlem yüksek çalışma sıcaklıklarından sonra elementlerin içeriye veya dışarıya doğru yayıldığı difüzyon tabakası, reaksiyon tabakası ile aralarında bağlantısı olan tabakalardır. Birbirleri ile etkileşim durumundaki parçaların sürtünmesini ve aşınmasını azaltmak için yapılan ilaveler de teknik açıdan bir hayli önemli etkiye sebep olan absorbe tabakasını oluşturur [8].

Sürtünme ve aşınma, hareketli parçaların yüzeylerinde meydana gelmektedir. Dolayısıyla yüzeyler bütün etkileşimlerin ana bölgesi şeklinde önemli bir rol oynamaktadırlar. Bütün katı cisimler mikrometre mertebesinde incelendiğinde ideal olarak süreksiz biçimde değildirler. Şekil 2.7’de şematik olarak bir yüzey mikroyapısı gösterilmektedir [8].

Yüzeyin enine kesitinde ise, farklı fazlar ve/veya farklı tane yönleri şeklinde heterojen bir yapı ve pürüzlü veya dalgalı biçimde yüzey topografyası görülmektedir. İki yüzey birbirine yaklaştırıldığında temas, başlangıçta sadece birkaç noktada meydana gelmektedir. Normal yük artırıldığında daha çok sayıdaki pürüzler birbirleri ile temasa geçerek yüzeyler birbirlerine daha da çok yaklaşır. Pürüzler, yüzeye gelen normal yükü ve yüzeyler arasındaki etkili olan sürtünme kuvvetini karşılamaktadır [8]

N, C, B gibi hareketli implante elementleri kayma gerilmeleri etkisiyle dislokasyonlar etrafındaki arayere göç ederler. Dislokasyonların hareketi emprüteler tarafından engellenir ve metaller sertleşir. Aşınma ilerledikçe, dislokasyonlar daha derine iner ve beraberinde implante elementleri taşırlar, böylece yeni sert yüzeyler oluşur. İyon implantasyonu yakın-yüzey bölgesini sertleştirirken, bunun altında kalan

alt tabakanın da tokluğunu arttırdığından mekanik özelliklerde büyük bir artış sağlamaktadır [5].



Şekil 2.7. Şematik yüzey mikroyapısı [8]

İyon implantasyonu ile oluşan mukavemetlendirme mekanizmalarının tamamı, implante olan malzemelerin aşınma davranışını, mukavemetlenen yakın yüzey bölgesiyle geliştirir, yüzey pürüzlülüklerinin azalması bu gelişimi sağlar [5].

2.4.6. Yorulma direncinin iyileştirilmesi

Genelde yorulma kırılmaları iki aşamayla karakterize edilir: Çatlak çekirdeklenmesi (yüzeyin hassas olduğu durum) ve çatlakın ilerlediği durum (hacim malzemenin özellikleri ile ilgili). İyon implantasyonu ilk aşamayı etkiler [4]. Çevrimli gerilmelerin uygulanması ile malzemelerde çatlakların gelişimi ve ilerlemesi

yorulma aşınmasını ortaya çıkarır. Çatlak oluşumu aşaması yüzeyin koşullara hassasiyeti ile ilgilidir ve iyon implantasyonu ile modifiye edilebilir. Çatlak ilerleme aşaması implante edilen iyonlardan daha derinlere kadar uzanabilir ve normal olarak iyon implantasyonundan etkilenmez. Çatlak oluşumu, çekirdekleşmesi aşamasında iyon implantasyonunun rolü, yakın-yüzey bölgesinde çatlak çekirdekleşmesine yardımcı olan yüzey topografyası oluşumunu ve devamlı kayma bantlarını önleyerek dislokasyon hareketlerini kısıtlamak ve böylece yorulma gelişimini önlemek veya azaltmak olarak sayılabilir [5]. İyon implantasyonu sonucunda basma gerilimleri, katı çözelti sertleşmesi ve ikinci faz çökeltilerinin gelişimi gibi çeşitli mekanizmalar dislokasyon hareketine engel olarak malzemenin mukavemetini artırır ve mukavemeti artan malzemede yorulma ömrü artar [4].

2.4.7. Korozyon direncinin yükseltilmesi

Korozyon çevrenin elektro kimyasal etkisi ile oluşan malzeme tahribi ve malzeme kaybı olarak tanımlanır. Özellikle metallerde önemli olan bu olay oldukça karışıktır. Korozyon iki türe ayrılabilir. Birincisi oksitlenme ve kimyasal eriyiklerin (asit gibi) doğurduğu doğrudan korozyon türüdür. Metaller kısa sürede havanın oksijeni ile oksitlenirler. Yüzeyde oluşan oksit filmin hacmi metalden büyük ve yüzeye iyi bağlı ise sık yapılı sağlam ve ince bir film oluşur, yüzey korunur ve olay durur. Bakır ve alüminyum oksitleri bu türdür. Eğer oksit filminin hacmi metalden küçükse ve yüzeye zayıf bağlı ise gözenekli olur kolayca dökülür ve yüzeyi koruma özelliği azalır. İkinci tür korozyon ise dış ortamın elektro kimyasal etkisi ile yavaş fakat sürekli oluşan elektro kimyasal korozyondur. Uygulamada en sık karşılaşılan ve en fazla zarar veren bu ikinci tür korozyondur [7].

Korozyon nedeni ile oluşan oksit filmi, çift oluşturan pürüzler arasındaki güçlü adhezyonu önliyorsa ve eğer korozyon filmi sert ve kuvvetli ise istenir, ancak gevrek ise aşırı aşınmaya neden olabilir. İyon implantasyonu ile oksit büyüme hızlarının modifiye edildiği dört mekanizma tanımlanmıştır [5]:

- Bloke etme mekanizmaları
- Oksit kusur yapısının modifikasyonu

- Reaktif elementlerin birleşmesi ile koruyucu tabakanın modifikasyonu
- Oksit plastikliğinin modifikasyonu [5]

İyon implantasyonu ile, seçilen elementler hacim özelliklerine zarar vermeden oksidasyonu önlemek üzere malzemenin yüzey tabakasına girer. Yakın-yüzey bölgelerine atomların implantasyonu: Yüzeyin bölgesel korozyona direncini arttırdığından, amorf yüzey tabakaları oluşturduğundan(böylece tane sınırı korozyonu elimine edilir), açık devre potansiyelini pasif alana yönelttiğinden, ikinci faz partiküllerinin galvanik etkisini değiştirdiğinden ve yüzeyde katodik reaksiyon kinetiklerini önlediğinden oldukça önemlidir [5]

2.5. İyon İmplantasyonunun Uygulama Alanları

Parçaların küçük olduğu, implantasyon maliyetinin parça başına düşük olduğu, montaj-demontaj maliyetinin yüksek olduğu ve uzun kabuk ömrünün (korozyon direnci) gerekli olduğu alanlarda giderek artan uygulama alanı bulmaktadır [5].

Mikroyapısal değişimlerden çok kimyasal değişimlerin önemli olduğu tribolojik uygulamalarda 10^{17} - 10^{18} iyon/cm²'lik implantasyon dozları gereklidir. Oda sıcaklığında ve tipik implantasyon koşullarında ulaşılabilecek maksimum implantasyon koşullarını saçılma olayı sınırlar. Bu yüzden genellikle $\sim 10^{18}$ iyon/cm² 'den fazla implantasyon dozunun kullanılması faydasızdır [5].

İmplantasyon yüksek sıcaklıklarda veya ultra yüksek akım yoğunluklarında uygulanacaksa (ki bu yüksek alt tabaka sıcaklıklarına yol açar yada radyasyon indüklü difüzyona yol açar) bu doz limiti dışına çıkılabilir. Böylece alt tabakaya daha derin difüze olacak hareketli elementlerin girişine izin verilmiş olur ve 10 μ m'den daha büyük derinliklere ulaşılabilir [5].

2.5.1. İmplant edilen malzemelerin karakteristikleri

Metallerin, sermetlerin, seramiklerin ve polimerlerin mikrosertlik, kırılma tokluğu, katlanma mukavemeti, sürtünme, aşınma, yorulma ve korozyon karakteristikleri

yabancı iyonik elementlerin implantasyonu ile yüzeye yakın bölgelerinde karbürler, nitrürler, borürler, aşırı doymuş katı çözeltiler, yarı kararlı fazlar ve amorf fazlar gibi bileşiklerin oluşumu dolayısıyla büyük oranda modifiye edilirler [9].

Kazanılan özellik artışı şunlara bağlıdır:

- Ana malzeme ve iyonik elementlerin bileşiminin uygun seçilmesi (örneğin, daha hafif Ar^+ veya daha ağır Xe^+),
- Mikroyapısal fazlar, yani ana malzemenin kristalin, polikristalin veya amorf olması.
- İmplantasyon parametreleri, yani iyon akışı ve kinetik enerjisi, implantasyon zamanı ve sıcaklığı,
- Yüksek sıcaklıkta tavlama (Çelikler için $300-500\text{ }^{\circ}C$) gibi son implantasyon işlemleri [9].

2.5.2. İyon implantasyonu ile işlem gören malzemeler

İmplant etmek üzere en çok kullanılan nonmetaller C^+ , B, P, S, O, Ar, Xe, metaller Ti, Cr, Ta, Mo, Fe, Ni, Al, Cu, Sn ve nadir elementler Y ve Ce'dur. Malzemenin sertliğini, kırılma tokluğunu, katlanma mukavemetini arttırmak ve sürtünme ve aşınma karakteristiklerini geliştirmek üzere en yaygın implante edilen malzemeler şunlardır [5]:

Metaller	: Fe, Cu, Al, Ti, Be, Mo, çelikler, fosfor bronz, Co esaslı alaşımlar, Ti6Al14V, Ni-Cr alaşımı
Ametaller	: B
Sermetler	: Co-WC
Seramikler	: Al_2O_3 , safir ($\alpha-Al_2O_3$), $Al_2O_3-Cr_2O_3$, ZrO_2 , MgO, Si_3N_4 , WC, SiC, TiB_2
Polimerler	: Polyamid, PTFE [5]

2.5.3. İmplantasyon elementleri

Tablo 2.1’de en çok kullanılan implantasyon elementleri ve bu elementlerin daha çok hangi amaçlar doğrultusunda kullanıldıklarına ilişkin bilgiler verilmiştir [5].

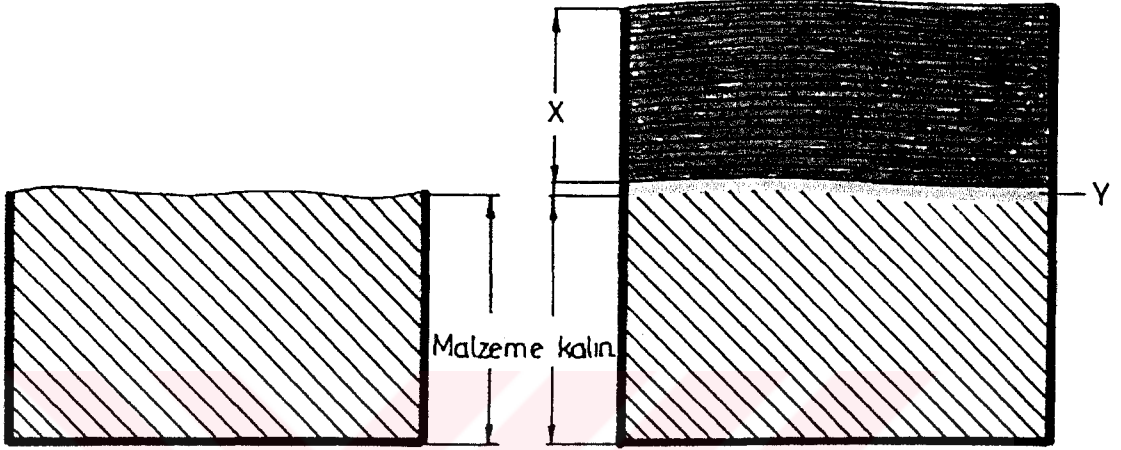
Tablo 2.1. En sık kullanılan implantasyon elementleri [5]

Adhezif ve Abrasif Aşınma	N, B, O, Cr, Zr, Y, Co, Ti, Ta, C
Yorulma	N, O, B, Al, Ti, C
Korozyon ve Oksidasyon	Mo, Al, Cr, Ta, Y, Pt, Au, Ce, N, Pd, C, Sn
Sürtünme	Ti, Ti+C, Ag, Sn, Au

2.6. Klasik Yüzey Kaplama Yöntemlerine Göre Avantajları

- Oda sıcaklığında uygulanabildiğinden malzemenin şekil değişikliği (deformasyonu) söz konusu değildir.
- Vakumda uygulandığı için malzemenin oksitlenme tehlikesi yoktur.
- Bu bir katmanlama ve kaplama yöntemi değildir. Katmanlama ve kaplama yöntemlerindeki yapışma sorunu ve kullanım sırasında kaplanan malzemenin dökülmesi problemi implantasyon tekniğinde yaşanmaz (Şekil 2.8). Çünkü İyon implantasyonunda yapışma söz konusu değildir. İyon implantasyonunda yüzeyde meydana gelen yapısal değişiklik ile, implante edilen malzeme ana malzemenin bir parçası durumunu alır (Şekil 2.9).
- İmplant edilen malzemenin boyutlarında değişiklik olmaz.
- Cilalanmış yüzeylerin parlaklığı bozulmaz, işlemten sonra tekrar parlatmak gerekmez.
- Gerektiğinde malzemenin sadece çalışan bölgesi lokal olarak implante edilebilir.
- İmplant edilen malzemelerin çalışma ömürleri fevkalade artar (Ortalama olarak 6-20 kat artar).
- Termodinamik sınırlamalar olmadığı için, difüzyon için gerekli yüksek sıcaklıklara ve kimyasal reaksiyonlara ihtiyaç yoktur.
- Terkibi kontrol edilebilen sayısız yüzey alaşımları oluşturulabilir.

- İmplantasyondan sonra malzemenin kalınlığı (veya hacmi) değişmiyor .Kaplama ise, şekilde görüldüğü gibi, malzemenin kalınlığında (veya hacminde) önemli bir değişme oluyor. Yukarıdaki şematik gösterimde olduğu gibi kaplanmış malzemeler adhesiv aşınmaya karşı daha az dirençli oluyorlar.



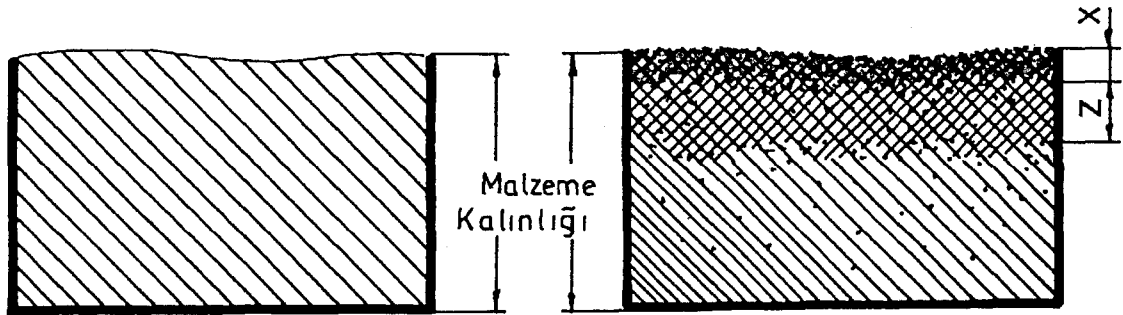
X = Kaplama kalınlığı ($1\mu\text{m} - 100\mu\text{m}$)

Y = Interface (yapışmanın olduğu bölge)

Şekil 2.8. Kaplamada oluşan ara yüzey ve katman tabakası [10]

- İyon implantasyonu herhangi bir veya daha çok atomun herhangi bir alt tabaka malzemesi ile kontrollü birleşmesine izin verir. Malzemenin hacim yapısında elde edilemeyen dengesiz yapılar ve metalurjik fazlar yüzeyde üretilebilir. Bazı durumlarda, amorf yada camsı fazlar oluşur. İmplant edilen atomlar hareketli ise inklüzyonlar ve çöktiller oluşabilir. İki implante edilen elementin bileşik etkisi oluşur (örneğin, çeliğe molibden ve sülfür implantasyonu molibdendisülfür'li yağlamaya benzer etkiler gösterir).

- İyon implantasyonu bir kaplama tekniği değildir. İmplant edilen atomlar orijinal malzemenin yüzeyinden aşağıya girer. Bileşenlerin boyutunda herhangi bir değişim olmaz. Ana malzeme ile implant edilen elementler alaşım oluşturur.



$$X = 0.1 \mu\text{m} - 2 \mu\text{m}$$

Y = İyon implantasyonu olmuş bölge (ionların malzeme yüzeyi içine nüfuz ettiği bölge)

Z = Modifikasyona uğramış bölge (50 μm)

Şekil 2.9. İyon implantasyonu olmuş bölge [10]

Bu avantajlar iyon implantasyonunun dezavantajlarının bilinmesiyle kıyaslanabilir.

Bunlar:

- Termomekanik işlemlerde penetrasyon derinliğinin 20-3000 μm olduğu düşünülürse, iyon implantasyonunda penetrasyon derinliği çok sığdır (0.1-2 μm).
- Güç iletimi gerektirmeyen, ışık hattı prosesidir.
- Yüksek sermaye maliyeti spesifik yüzeyin son derece önemli yada yüksek güvenilirlik gerektiren parçalara uygulanabilirliği ile sınırlıdır [10].

2.7. Endüstriyel Uygulama Alanları

Endüstriyel aletlerin işlenmesinde, endüstriyel aletlerin uygulamaları: Plastik, kağıt, sentetik, fiber ve yumuşak malzemeler için; şekillendirme kalıpları, kesme kalıpları ve delme kalıpları gibi üç kategoride toplanabilir [10].

Çok hassas ve pahalı kesici ve delici parçaların Titanyum ve Karbon ile implantasyonu, bu parçaların ömrünü 10-20 kat artırmaktadır.

Bu üstün özelliklerinden dolayı yöntem: Cerrahi bıçakların kesiciliğinin ve ömrünün artırılması, çok hassas delici uç ve matkapların kullanım ömürlerinin artırılması, içinden gaz veya sıvı geçen nozulların (deliklerin) aşınma ve korozyona karşı dirençlerinin artırılması, tekstil makinalarında git-gel hareketi yapan hassas parçaların sertleştirilip yüzeylerinin kayganlaştırılması ve aşınmaya mukavim olmalarının sağlanması, tekstil makinalarında fiberin geçtiği delik ve köşelerin sertleştirilip kayganlaştırılması, kobalt-krom alaşımli parçaların altın ve platin ile implantasyonları yapılarak, bu parçaların korozyona karşı dirençlerinin artırılması ve benzeri bir çok yerde kullanım alanı bulmuştur [10].

İmplantasyon yönteminin başarıyla kullanıldığı bir diğer sektörde kalıplardır. Kalıp Sanayisi de: Ekstrüzyon kalıpları ve enjeksiyon kalıpları olmak üzere iki alt başlıkta toplanabilir.

Ekstrüzyon kalıplarında: Mekanik ve kimyasal aşınmaya maruz kalan yüksek sıcaklıktaki cam fiberlerin ekstrüzyon unda kullanılan spinneretelerin (sentetik fiberlerde de kullanılıyor), krom ve karbon ile implante edilerek ömürleri uzatılır. Krom, titanyum, yitriyum ve karbonla implante edilebilir [10].

Enjeksiyon kalıplarında: Bu kalıpların çoğu plastik içindir. Çok hassas fiber optik konnektörlerde kullanılan bu kalıplar, Titanyum ve Karbon implantasyonu yapılarak ömürleri oldukça uzatılır. Sentetik fiber ve malzemeleri kesen kesici aletlerin Titanyum ve Karbon ile implantasyonu, bunların ömrünü 3-5 kat artırmakta ve kesicilerin sık değiştirilmesi sonucu zaman kaybını azaltmakta, üretimi artırmaktadır.

Çok hassas aerospace (uçak, helikopter, roket) ve gemi rulmanı ve rulman yataklarının ve dişlilerinin implantasyonunda (Titanyum, Molibden ve Tantalum implante ediliyor) kullanılıyor. Hayati önem taşıyan ve riskli operasyonlarda çalıştırılan bu parçaların implante edilerek kullanımı çok iyi sonuçlar vermektedir.

NASA ileri teknolojileri kullanan Havacılık ve Denizcilik sanayiinde bu şekilde implante edilmiş parçalar kullanılmıştır [10].

Çok hassas ve pahalı, çok düşük boyutlarda toleransa sahip rulman ve yatakların ve dişlilerin implantasyonunda kullanılmaktadır.

AR-GE çalışması halinde muhtelif otomotiv (motor) parçalarında sübab, segman, silindir yatakları ve benzeri gibi soğutuculardaki pistonların yüzeyi titanyum ile implante edilerek bunların sürtünmesi azaltılır ve ömürleri uzar. Elmas ve elmasa benzer (süs elması) filmlerin elde edilmesinde, araştırma bazında süper iletkenlerin elde edilmesinde kullanılmaktadır [10].

Tıbbi Alanda: Kalça, diz protezlerinde, total eklem implantlarında (bilek, omuz, parmaklar) Titanyum bazlı alaşımların Karbon ve Azot ile implantasyonu, bu alaşımların korozif ortamda aşınmalarını 1000 defa daha azalttığı görülmüştür. Ayrıca malzemenin yorulmaya karşı direncinin de çok arttığı görülmüştür [10].

Amerika'da Spire firması birkaç yıl içinde implante edilmiş 10.000 kalça protezini hastalara takılmak üzere üretmiştir. Bu rakam 1989-90 arası 40.000 civarındadır.

316L Paslanmaz Çelikten yapılan kırık kalça ve uzun kemiklerde kullanılan sıkıştırma plateleri, Karbon, Bor ve Azot ile implante edilerek yorulma ömürleri çok artırılır.

Cerrahi aletlerin (400 seri Paslanmaz Çelik) Titanyum ve Karbon ile implantasyonu, bu aletlerin kesiciliğinin uzun süre devamını ve korozyona karşı direncini artırmaktadır. Ayrıca vücuda biyolojik yönden uyumlu olmaları da önemlidir. Bu aletler Dental ve Göz Cerrahisinde kullanılmaktadır. Dental implant ve gereçlerinin implantasyonu, bu malzemelerin yorulmaya ve korozyona karşı dirençlerini artırmaktadır [10].

2.7.1. İyon implantasyon tekniğinin yatak ve dişlilerdeki uygulamaları

İyon implantasyonu işleminin, yüksek hassaslıktaki yatak ve dişlilerin genel performansı için, çekici bir yüzey işlemi olduğu ispatlanmıştır. Çok sıkı boyutsal toleranslarla çalışan bu elemanlar için çok az sayıda yüzey modifikasyonu işlemi uygundur. Tabakalaşma tehlikesi, kaplama uygulamasının, bu parçalarda oldukça riskli olmasına neden olur. Bu elemanların boyutsal doğruluğunun ve yüzey düzgünlüğünün korunması, implantasyon tabakasıyla ana malzeme arasında keskin bir ara yüzeyin olması sert tabakaların kabuklaşmasıyla oluşan problemleri ortadan kaldırıyor [10].

Mass (kütle) analizli iyon implantasyon sistemi kullanılarak farklı iyonların ayrıştırılması ve yüzey işleminin saf iyon parçacıkları ile yapılması mümkündür. "Magnetik quadrupde" merceklerle ışının odaklanması ve elektrostatik olarak taranması suretiyle işlem tankı içinde geniş bir alanın kullanılması mümkündür. Geniş alana dağılmış iyon ışını işlemine bağlı sıcaklık artışını en aza indirir. Yöntemin güvenilirliğini ve tekrarlanabilirliğini garanti etmek için, sistem içine değişik kalite kontrol işlemcileri yerleştirilmiştir. Böylece iyon implantasyonu hassas uzay parçalarının işlenmesi için ideal bir yöntem olarak görülüyor. İyon implante edilmiş yatak ve dişli parçalarına ait örnekler Tablo 2.2'de verilmektedir [10].

52100 ve 440C yatak çeliklerinde, aşınma direnci sağlamak için, yüzeylerin sırasıyla Ti ve C ile implantasyona tabi tutulması 80'li yılların ilk yarısında uygulanmıştır. 52100 çelik yüzeyine karşı, yağlı şartlar altında kayan eşleşmiş yüzeylerin aşınma dirençlerinde, 52100 çeliğinin Ti ve C ile implantasyonu suretiyle önemli sonuçlar elde edilmiştir [10].

Ti ve C implante edilmiş yüzey sadece kayma aşınmasında bir azalma sağlamamış, bunun yanında aşınmadaki değişkenlikleri de azaltmıştır. Ayrıca düşük aşınma hızının Ti ve C ile implante edilmiş 52100 çeliği ile eşlenen kayma yüzey kombinasyonundan bağımsız olduğu görülmüştür [10].

Yüksek hassaslık gerektiren aletlerin yataklarında Ti ve C implante edilmiş 52100 ve 440C alaşımlarının sürtünme aşınma direnci artırılmıştır. Bu artışın bilyalarla yataklar arasındaki soğuk kaynama ve pürüzlerin kenetlenmesi olaylarının yok edilmiş olmasından kaynaklandığı bilinir. Hassas alet yataklarındaki başarılı uygulama iyon implantasyonunda önemli bir hamle olmuştur. Çok küçük boyutları nedeniyle, çok sayıda bilyalı yatak, çok düşük fiyatlarla iyon implantasyonu işlemine tabi tutulabilir. İşlem hem bilyalara hem de yataklara uygulanabilir. Bilyalara uygulanandan farklı bir işlemin yataklara uygulanması gerektiğine inanılmaktadır. İmplantasyon işlemine tabi tutulmuş alet yataklarının yakın gelecekte çok yaygın kullanılacağı tahmin edilmektedir [10].

Uzay mekiği ana motorunun yakıt oksitleyici turbo pompasında kullanılan yataklarda, bilya ve yataklara yapılan farklı iyon implantasyonlarının bu yatakların korozif aşınmasında önemli düşüşler sağladığı tespit edilmiştir. Özellikle sıvı azot ortamındaki aşınma testleri, Ti ve C implante edilmiş bilyaların, Cr ve N implante edilmiş 440C yataklara karşı çalışma halinde aşınma dirençlerinde, implante edilmemiş 440C' ye göre, yüz katı bir ilerleme ortaya çıktığını göstermiştir [10].

NRL (Naval Research Lab.) 'de yapılan çalışmalar Cr, Ta ve benzeri iyonların implantasyonunun M-50 çeliğinden yapılmış parçalarda önemli korozyon direnci meydana getirdiğini göstermiştir. Çelik içine Cr, katı çözeltiye girecek şekilde, ilave edildiğinde meydana gelen pasif tabakanın sıvı ortamlardaki klor etkisine karşı bir direnç sağlayacağı söylenebilir. Gaz türbinlerinin ana shaft yatakları NRL' de prototip olarak Cr implante edilmiş ve genel korozyon davranışlarında tatmin edici sonuçlar sağlanmıştır [10].

Yatakların ve dişlilerin Ta ile implantasyonu NRL ve Spire' de bağımsız şekilde uygulanmıştır. Demir esaslı alaşımlara korozyon ve aşınma direnci sağladığı için, çelik yatak ve dişlileri, özellikle Ta ile implante etmek, oldukça ilginçtir. NRL' deki çalışmalar Ta implante edilmiş 9310 çelik dişlilerin kayma ve sürünme aşınması durumlarındaki davranışlarını değerlendirmeye yönelik olmuştur. Sonuçlar, çeliklerin sürtünme ve aşınmasında önemli düşüşler göstermiştir. Spire ise buhar türbünü kompresör dişlilerinde ve helikopter motoru transmisyon sistemlerinde Ta

implantasyonunu incelemiş ve laboratuvar sonuçları Ta implante edilmiş dişlilerin konvansiyonel dişlilere göre çok daha iyi performansa sahip olduklarını ve çoğu durumlarda sürünme aşınmasında önemli azalmaların ortaya çıktığını göstermiştir. Ti ve C ile çifte implantasyona tabi tutulan şaft ve tahrik dişlilerinin alan sonuçları gaz türbinlerinin kompresör kısımlarında çok etkili olduğunu ispatlamıştır [10].

“Spire” tarafından geliştirilen ve “IONDEP” adı verilen işlemde iyon ışını saçılımı (sputtering) ve iyon implantasyonu beraberce kullanılmaktadır. Bu yöntem yataklarda ve benzeri uygulamalarda kullanılan tribolojik malzemeler (Tribomaterials) üzerinde yapışkan ve yoğun katı yağlayıcı tabakaların oluşturulması için elverişlidir. Ag, Au ve Pb gibi yumuşak elementler yatak parçaları üzerinde implante edilmiş ve çökeltmiştir. IONDEP ile işlenmiş yataklar yüksek hız, büyük yük ve yüksek sıcaklık şartlarında vakum uygulamalarında çalıştırılmıştır. Sonuçta yataklardaki sesin ve aşınmış partiküllerin önemli ölçüde azaldığı görülmüştür. Bu bakımdan IONDEP yönteminden vakum ve uzay uygulamalarında parçacıklardan arınmış parçaların işlenmesinde önemli katkılar yapacağı beklenmektedir [10].

Tablo 2.2. İyon implantasyon işleminin başarılı yatak ve dişli uygulamaları [10]

Parça	Son Kullanım	Malzeme	İyon Türü	Sonuç
Turbo Pompa Yatakları	Uzay Mekiği Ana Motoru	440C Paslanmaz Çelik	Ti + C Cr + C	Geliştirilmiş Aşınma Direnci
Alet Yatakları	Denizcilik (Jiroskop) Kılavuz Sistemi	52100 Çelik 440C Paslanmaz Çelik	Ti + C	Gelişmiş Fretaj Direnci
Ana Şaft Yatakları	Jet Motoru	M-50 Çeliği M-50 NIL Çeliği	Cr Ta	Gelişmiş Korozyon Direnci
Ana Şaft Yatakları	Jet Motoru	M-50 Çeliği M-50 NIL Çeliği	Ta	Gelişmiş Yuvarlan- ma Direnci Yorulma Ömrü
Alet Yatakları	X-Işını Tüpü	M-50 Çeliği	Pb Ag	Katı Yağlama
Alet Yatakları	Vakum Ortamı	52100 Çelik 440C Paslanmaz Çelik	Ag, Pb Sn	Katı Yağlama, Azalan Sürtünme
Dişliler	Helikopter Transmisyonu	9310 Çelik	Ta	Azalan Sürünme Aşınması
Dişliler	Jet Motor Kompresörleri	9310 Çelik	Ta	Azalan Sürünme Aşınması
Minyatür Hassas Dişliler	Uzay Ortamı	303 Paslanmaz Çelik	Ag Pb Sn	Katı Yağlama Azalan Sürtünme
Karşıt Hareketli Pistonlar	Soğutma Sistemi Kompresörleri	M-2 Takım Çeliği	Ti +C	Aşırı Azalmış Aşınma

2.7.2. Biyomedikal uygulamalar

Ortopedik alandaki Ti esaslı total(bütün) eklem yenilemelerinde iyon implantasyonunun aşınmayı etkili bir şekilde azalttığı gösterilmiştir. Süper aşınma direncinin nedenleri arasında [11];

- i) Ti alaşımının (Ti-6Al-4V) artan sertliği ve
- ii) İki fazlı alaşımın homojenleşmesine ve Ti parçaların yüzeyinde nitrür, oksit ve karbür oluşumuna bağlı olarak meydana gelen düşük sürtünme katsayısı gösterebilir [11].

İdeal biyo-uyumları nedeniyle yeni nesil ortopedik implantlar (Ti-6Al-4V) alaşımından üretilir. Alışılmış (Co-Cr-Mo) alaşımı ile karşılaştırıldığında (Ti-6Al-4V) alaşımı süper bir korozyon ve yorulma direnci gösterir. Ayrıca kemikle daha iyi bir uyum sağlayan düşük elastik modülüne sahiptir. Total eklem yenilemelerinde Ti parçası yüksek molekül ağırlıklı (UHMWPE) polietilen yüzeylere karşı mafsalsal hareketi yapar. (Ti-6Al-4V) alaşımının aşınma direncindeki gelişmeler ortopedik çevreler için oldukça enteresan bir durumdur. Bu alaşım içine N ve C implante edilmesinin alaşımın mikro sertliğinde önemli artışlar sağladığı gösterilmiştir. 1-2 gr yük altında yapılan ölçmelerde, sertliğin üç katına çıkarılabileceği gösterilmiştir. MIT (USA) 'da yapılan çalışmalar (Ti-6Al-4V) içine yapılmış N₂ implantasyonunun bu malzemenin iki fazlı mikro yapısını (α ve β mikro levhalarını) değiştirip, malzemenin standart yağlama solüsyonlarına karşı dayanıklı hale geldiğini göstermiştir. 100 kV'da (Ti-6Al-4V) alaşımına yapılan N₂ implantasyonunun sürtünme katsayısını 0.48'den 0.15'e düşürdüğü belirlenmiştir [11].

Ti alaşımındaki yüksek sertlik ve düşük sürtünme katsayısının; alaşımın ve mafsalsal olarak çalıştığı (UHMWPE) yüzeyinin aşınma hızlarında, azalmada etkili olduğuna inanılır. Villiams ve Buchanan çalışmalarında Ti-Polietilen çiftinin korozif aşınmasında 1000 katı bir azalmanın meydana geldiğini göstermiştir [11].

Titanyum-UHMWPE sisteminin aşınmasındaki önemli azalma, ortopedik imalatçıların IONGUARD işleminin, ürünlerinin muamele edilmesinde öncelikli bir

yeri olduğuna ikna etmiştir (1000 serisi Ti bazlı ortopedik ürünlerin işleme için kullanılır). Bu uygulama, çoktan, pazarlanabilir düzeyde bir olgunluğa ermiştir. Büyük miktarlarda Ti esaslı ortopedik dizler, kalçalar ve az sayıda bilek, omuz, el ve ayak parmakları günümüzde iyon implantasyonu işlemiyle muamele edilmektedirler [11].

2.7.3. Aşırı hassas takımlarda uygulama

İyon implantasyonu endüstriyel takımların işlenmesinde çok kullanılan bir yöntemdir. Endüstriyel takımlardaki bu uygulamaya en başarılı örnekler; yumuşak dokuların, sentetik fiber, kağıt ve plastik malzemelerin delinmesi, kesilmesi ve şekillendirilmesinde kullanılan alet ve takımlardır. Bu takımlar, hafif ölçülerde yapışma veya sürtünme aşınmalarına maruz kalır ve bazı durumlarda korozyon olayı aşınma işlemini hızlandırır. Bu guruba dahil takımlara örnekler: Yüksek kalite kağıdın delinmesi, polimer tabakalarının delinmesinde kullanılan yüksek hız çeliği kalıpları; cerrahi işlemlerde kullanılan 400 serisi paslanmaz çelikten kesme bıçakları, cerrahi kesme bıçakları çevre dokulara en az hasar vererek, çok keskin kesikler meydana getirdiğine inanıldığından ayrı bir öneme haizdir. Plastik ve kağıtların baskı kesimi için kullanılan merdaneli veya döner kesiciler, iyon implantasyonunun bir diğer başarılı uygulama koludur. Para kesiminde kullanılan kesme bıçakları ve şerit bıçaklar, US. hükümeti için iyon implantasyonuna tabi tutulmuştur. Bu uygulamalarda en yaygın işlem N_2 iyon implantasyonudur. Çift kademeli Ti ve C implantasyonu alternatif bir yöntem olarak bu aletler üzerinde başarıyla uygulanmıştır [11].

Diğer önemli bir uygulama örneği de demir dışı çubukların sürekli şekillendirilmesinde kullanılan sıcak haddeleme merdaneleridir. Merdaneler takım çeliklerinden yapılmıştır ve çok ciddi yapışma (adhesiv) aşınmasına tabi tutulmuşlardır. Ti ve C ile implantasyon bu merdanelerin ömrünü 6 kat mertebelerinde tutarlı bir şekilde artırmıştır. Merdane uygulamalarının ve yumuşak metallerin benzer konstrüksiyonunun çok yakında pazarlanabilecek bir olgunluğa erişeceğine inanılmaktadır. Çok yakın geçmişte kompakt disklerin şekillendirilmesinde kullanılan kalıp levhalarının titanyumla implante edildiğini

görüyoruz. Ayna parlaklığındaki yüzeye sahip bu levhaların yüzey kalitesi implantasyonla değişmemiştir. Birkaç başka, yüzey kaplama işlemi bu tür uygulamalar için uygundur. İmplantasyonun kalıp sıyrılmasını kolaylaştırdığı ve kalıpların ömür performansını artırdığına inanılır. Mühendislik plastikleri ve termoset plastiklerde çeşitli diğer kalıplar başarılı bir şekilde iyon implantasyonuna tabi tutulmuşlardır. Özellikle Ni kaplı fiber optik birleştirme kalıpları, N₂ iyon implantasyonu sonucunda sertlik ve aşınma dirençlerinde belirgin artışlar göstermiştir [11].

Sıcak haddelenmiş çelik ve ostenitik paslanmaz çelikleri şekillendirme ve delmede kullanılan yüksek hız çelik zımbaları ve kalıpları N₂ iyon ışını ile implante edildiklerinde, ömürlerinde 10-12 kat bir artış göstermişlerdir. Aynı iyon implantasyonuna tabi tutulmuş benzer kalıplar martenzitik ve soğuk haddelenmiş çeliklerin işlenmesinde kullanıldığında ömürde bir artış göstermemiştir. Bu özel durum kalıpların kullanılacağı şartların belirlenmesinin önemine işaret ediyor ve literatürde iyon implante edilmiş aletlerin performansı ile ilgili olarak ortaya çıkan çelişkileri açıklamaya yardım ediyor [11].

BÖLÜM 3. PVD - FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME - İLE YÜZEY KAPLAMA

3.1. Genel Bakış

Malzeme yüzeylerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin değiştirilmesine imkan sağlayan kaplama teknikleri, kaplama malzemesinin bulunduğu fiziksel hale göre, Tablo 3.1’de görüldüğü gibi gaz halinden, çözültiden, sıvı veya yarı sıvı halden yapılan kaplamalar olarak ana başlıklara ayrılırken bunlarda kendi aralarında çeşitli alt gruplara ayrılmaktadırlar [12].

İleri teknoloji malzemeleri ile tanışan tüketici firmalar, üretici firmalardan sürekli olarak daha üstün performanslı ürün talebinde bulunmaktadır. Bazı durumlarda dekoratif ve üstün özellikli ürünlerin elde edilebilirliği, yüzey kaplama işlemleri ile malzeme yüzeylerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin değiştirilmesi yoluyla mümkün olmaktadır. Endüstriyel uygulamalarda yüzey kaplama teknolojileri: Optik amaçlı, elektrik-elektronik sanayiinde kullanım amaçlı, dekoratif amaçlı, korozyondan korunma amaçlı, tribolojik amaçlı olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır [12].

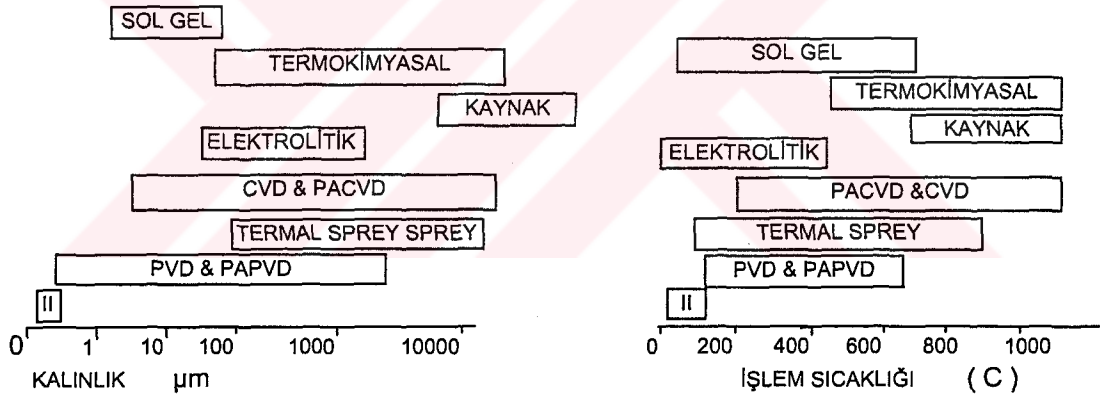
Gaz halinden yapılan kaplama tekniklerinden olan kimyasal buhar biriktirme (CVD) ve fiziksel buhar biriktirme (PVD) teknikleri endüstriyel uygulamalarda geniş kullanım alanlarına sahiptirler. Özellikle PVD yönteminin diğerlerine nispeten daha düşük işlem sıcaklıklarında yapılabilmesi ve geniş kaplama kalınlık aralıklarında kaplamaların elde edilebilmesi, PVD yöntemine daha geniş kullanım alanları sunmaktadır.

Çeşitli kaplama yöntemlerinin uygulama alanlarını belirleyen iki parametreden bahsedilebilir. Bu parametreler kaplama işleminin yapıldığı sıcaklık ve kaplama

işlemi sonrası elde edilebilecek kaplama kalınlık aralığıdır [12]. Şekil 3.1’de çeşitli kaplama yöntemleri için işlem sıcaklıkları ve elde edilebilecek kaplama kalınlıkları ayrıntılı olarak verilmektedir.

Tablo 3.1. Kaplanacak malzemenin bulunduğu fiziksel hale göre kaplama yöntemleri [12]

KAPLANACAK MALZEMENİN BULUNDUĞU FİZİKSEL HALE GÖRE KAPLAMA YÖNTEMLERİ					
GAZ HALİNDEN YAPILAN KAPLAMALAR		ÇÖZELTİDEN YAPILAN KAPLAMALAR		SIVI VEYA YARI SIVI HALDEN YAPILAN KAPLAMALAR	
CVD	PVD	ELEKTROKİMYASAL		LAZER	KAYNAK
PLAZMA DESTEKLİ ÇEŞİTLERİ		KİMYASAL	SOL-GEL	TERMAL SPREY	
		KİMYASAL REDÜKSİYON	AKIMSIZ KAPLAMA	PLAZMA DESTEKLİ ÇEŞİTLERİ	



Şekil 3.1. Çeşitli kaplama yöntemlerinin kalınlık ve kaplama sıcaklık aralıkları [12]

3.2. PVD Teknolojisi

Faraday’ın 1850 yılında metalleri vakum altında buharlaştırarak ürettiği kaplamalar, PVD yönteminin ilk uygulaması olarak kabul edilebilir [13]. 1888 yılında Kundt bu yöntem ile üretilmiş ince filimlerin yansıtma özellikleri üzerine bir takım çalışmalar yapmıştır. Bunu takip eden yıllarda, ince metal film tabakaların kinetiği, gazların difüzyonu ve gaz-metal reaksiyonları üzerine bir takım akademik çalışmalar yapılmıştır[13]. II. Dünya Savaşı yıllarında vakum teknolojisinde elde edilen

gelişmeler neticesinde PVD tekniđi, endüstriyel uygulamalarda kullanılmaya başlanmıştır.

PVD tekniđi, vakum altında bulundurulan malzemelerin buharlaştırılarak veya sıçratılarak atomların yüzeyden kopartılması ve kaplanacak olan alt malzeme yüzeyine (atomsal veya iyonik olarak) biriktirilmesi esasına dayanır.

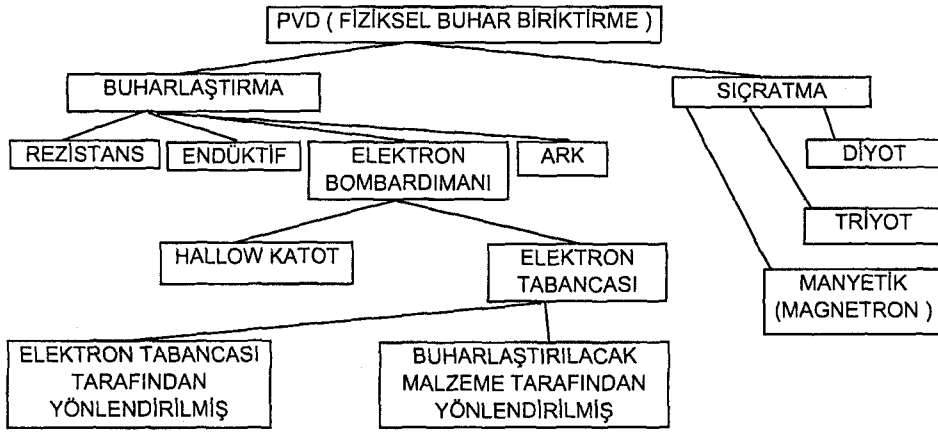
Bu yöntem, gaz fazın elde edilış prensibine göre iki grup altında incelenebilir. PVD yöntemi için gerekli olan gaz fazı, buharlaştırma ve sıçratma ile elde edilebilir [14].

Her iki yöntem aracılıđı ile elde edilen gaz fazının, ortama verilen diđer bir reaktif gaz ile reaksiyona geçirilmesi durumunda, yukarıda sayılan yöntemler reaktif buharlaştırma veya sıçratma olarak anılır [13].

Elde edilen gaz atomları, kaplanacak olan malzemeye uygulanan 0.2-5 kV'luk yüksek negatif potansiyelin varlıđı ile oluşun şerare etkisine maruz kalarak iyonize olurlar. Elde edilen bu iyonların alt malzeme üzerine biriktirilmesi neticesinde oluşun kaplamaya iyon kaplama adı verilir [13].

3.2.1. Buharlaştırma ile yapılan PVD kaplama

Buharlaştırma yöntemi ile yapılan PVD kaplamalar için gerekli olan buhar fazı, Şekil 3.2'de verildiđi gibi rezistanslı, elektron bombardımanlı ve katodik arklı buharlaştırma yöntemleri ile elde edilir [12,13].



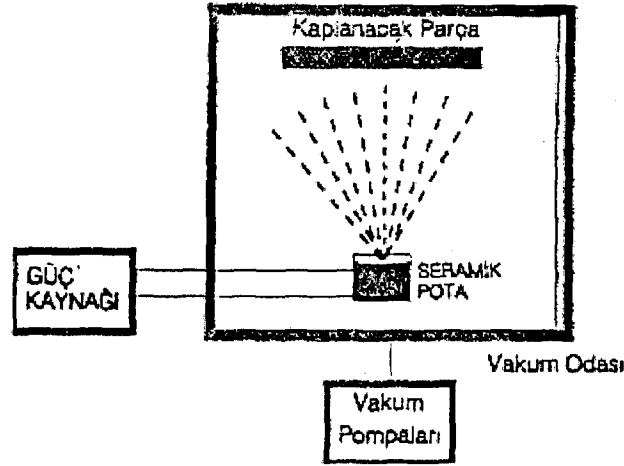
Şekil 3.2. Buharın oluşturulma şekline göre PVD yöntemleri [12]

Buharlaştırma yöntemlerinde buhar fazı, 10^{-5} – 10^{-6} Torr seviyelerinde vakum yapılmış, vakum odaları içerisinde üretilir. Vakuma alma, üretilen buhar fazı atomlarının, kaplanacak olan malzeme yüzeylerine ulaşması sırasında diğer atomlar veya moleküller ile çarpışarak enerjilerini kaybetmemeleri ve yüzeyde istenilmeyen bileşiklerin oluşmasını engellemek amacıyla uygulanır [13].

3.2.1.1. Rezistans ve indüksiyon buharlaştırma

Rezistanslı ve indüktif buharlaştırma sistemli PVD kaplamalarda, buhar fazının elde edileceği kaplama malzemesi yüksek sıcaklıklara dayanıklı refrakter potalar içerisinde yerleştirilir. Rezistanslı sistemde ısıtma, pota veya potalar etrafına sarılmış rezistans telleri ile sağlanır [12].

İndüksiyon ile yapılan ısıtılarda ise buharlaştırma, pota etrafına su soğutmalı olarak sarılmış bakır tellere uygulanan r.f. akımı sonucunda üretilen ısı neticesinde meydana getirilir [12]. Buharlaştırmanın rezistanslı ısıtıcılar aracılığı ile sağlandığı PVD sisteminin şematik yapısı Şekil 3.3’de verilmiştir [13].



Şekil 3.3. Buharlaştırmanın rezistanslı ısıtıcı ile yapıldığı PVD sistemi [12]

Bu yöntem ile biriktirilen film kalınlığı, Şekil 3.3'den fark edileceği gibi, gaz fazın elde edildiği potanın merkezinden yanlara doğru azalmaktadır. Bu problemin giderilmesi için numune tutucular, vakum odası içerisinde kompleks olarak hareket ettirilirler [13]. Bu yöntemler ile buhar fazının elde edildiği sistemler daha çok düşük ergime sıcaklıklı malzemeler için kullanılır[12].

3.2.1.2. Elektron bombardımanı ile buharlaştırma

Bir elektron kaynağı vasıtası ile sağlanan elektronların, buhar fazın elde edileceği malzeme üzerine yönlendirilmesi neticesinde ısıtma işlemi gerçekleştirilir. Elektronların odaklanmasının rahat olarak yapılabilmesi, yüksek güç yoğunluğunun elde edilmesini sağlayarak yüksek ergime sıcaklığına sahip malzemelerin dahi buhar fazına geçirilmelerini mümkün kılar [12].

Elektron bombardımanı ile buharlaşmanın sağlandığı PVD sistemleri için gerekli elektronlar:

- Elektron tabancası
- Oyuk katot

yöntemleri ile üretilirler [12].

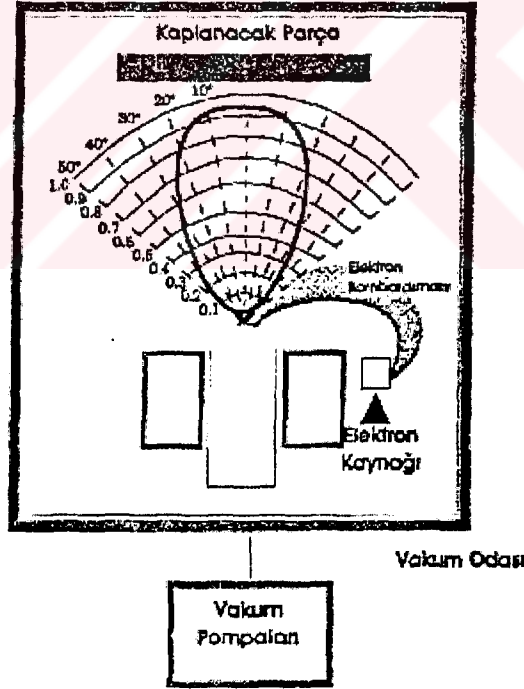
Elektron tabancası ile elektronların üretildiği elektron bombardımanlı PVD sisteminin şematik yapısı Şekil 3.4'de verilmiştir. Elektron tabancası ile elektronların

üretimi, bir flamanın akım geçirilmesi neticesinde, flamanın ısınarak elektron yayması esasına dayanmaktadır. Üretilen elektronlar oluşturulan manyetik alan yardımıyla hızlandırılarak yönlendirilirler. Elektronların yönlendirilmesinin kolaylığı ile yüzey taranarak buharlaştırma yapılabilir. Bu sayede farklı kalınlıkta kaplama oluşumu engellenmiş olur [50].

Oyuk katot kullanımı ile elektron üretimi ise oyuk bir silindir içerisinde inert gazların kullanımı ile oluşturulan plazma sayesinde gerçekleştirilir [12].

3.2.1.3. Katodik ark yöntemi

Katodik ark ile buhar fazının elde edildiği PVD sistemi, diğer PVD teknikleri içerisinde oldukça yaygın olarak kullanılır. Bu teknik ile aşınmaya dirençli, sert kaplamalar üretilebilmektedir [15].

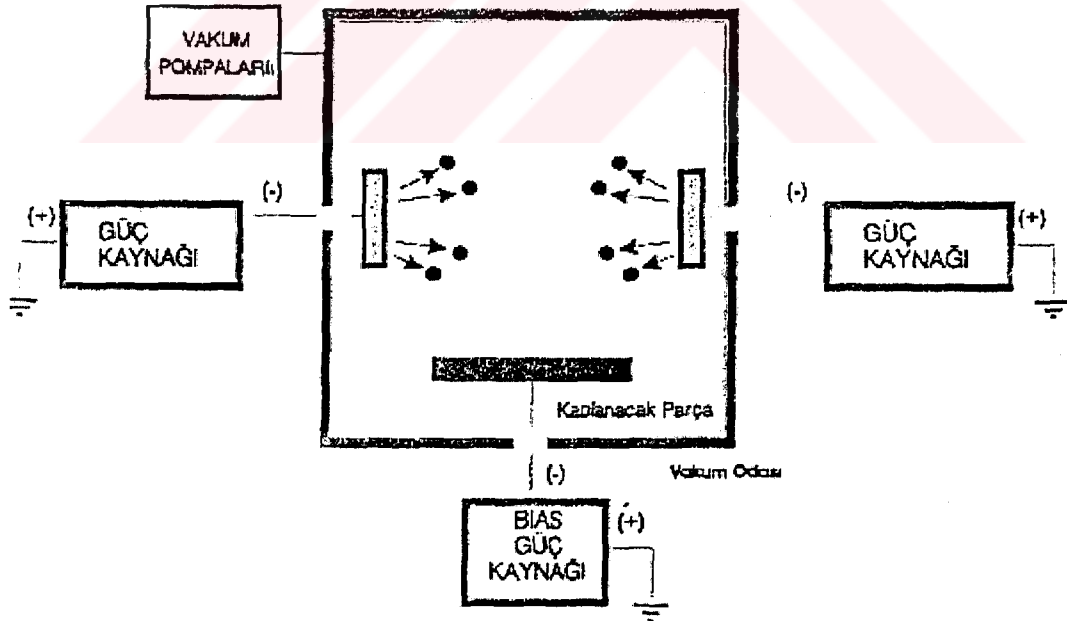


Şekil 3.4. Buharlaştırmanın elektron tabancası ile yapıldığı PVD sistemi [12, 13]

Katodik arklı PVD tekniğinde, buhar fazının elde edileceği malzeme vakum odasına katot olarak asılırken, kaplanacak olan malzemeler anot olarak asılırlar. Katodik ark ile kaplamanın yapıldığı PVD tekniğinin şematik yapısı Şekil 3.5’de verilmiştir.

Katodik ark ile buhar fazının elde edildiği PVD sistemlerinin düşük alt malzeme sıcaklıkları, düşük katot tüketimi, yüksek birikme ve iyonizasyon hızlarında uygulanabilmesi bu sistemin kullanım alanlarını genişletmektedir [14, 15, 16]. Katodik arklı sistemin en büyük dezavantajı, katot yüzeyinde oluşan arkın etkisi ile 0.1-100 μm boyutlarındaki makro partiküllerin kütleli olarak kopması neticesinde, kaplama yüzeylerinde droplet olarak anılan hataların oluşmasıdır [14, 15, 16].

Sisteme uygulanan düşük voltajın (20-30 V) ve yüksek akımın (100-200 A) etkisi ile katot yüzeylerinde ark meydana gelir. Katot yüzeyinde arkın meydana geldiği noktalarda, sıcaklığın çok yüksek değerlere ulaşması, bu noktalarda ergimeleri ve buharlaşmaları meydana getirir. Bu sayede elde edilen buhar fazı, katot önünde yüksek elektron yoğunluğunun olduğu bölgede çarpışmalara maruz kalarak, hızlı bir şekilde iyonize olur ve oluşan iyonlar, üniform olmayan potansiyel dağılımı ve plazma genişmesi nedeniyle bu bölgeden hızlı bir şekilde taşınırlar [15].



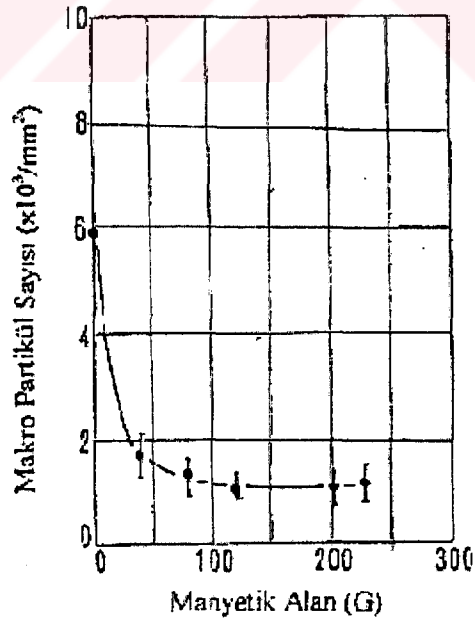
Şekil 3.5. Katodik ark PVD sistemi [12]

Katodik ark yöntemi ile yapılan kaplamaların yüzeylerinde, droplet oluşumunu azaltmak için katotların arkasına kuvvetli mıknatıslar yerleştirilmektedir [14].

Katotların arkalarına yerleştirilen mıknatısların dropletlerin azalmasına olan etkisi, aşağıdaki şekilde açıklanabilir:

Mıknatısların oluşturdukları manyetik alan, iyon gibi yüklü partiküllerin üzerinde etkili olurken, yüksüz olan makro partiküller üzerinde etkisi yoktur. Bu farklılık ile manyetik alan sistemde iyonlar ile makro partiküller arasında filtre görevi görür. Manyetik alanın iyonlar üzerindeki etkisi, iyonların hızlarını artırır ve bununla orantılı olarak film biriktirme hızları da artarak, kaplama süresi kısalmıştır [16]. Sonuç olarak kısalan kaplama süresi ile film yüzeyine düşen makro partikül sayısı da azalacaktır.

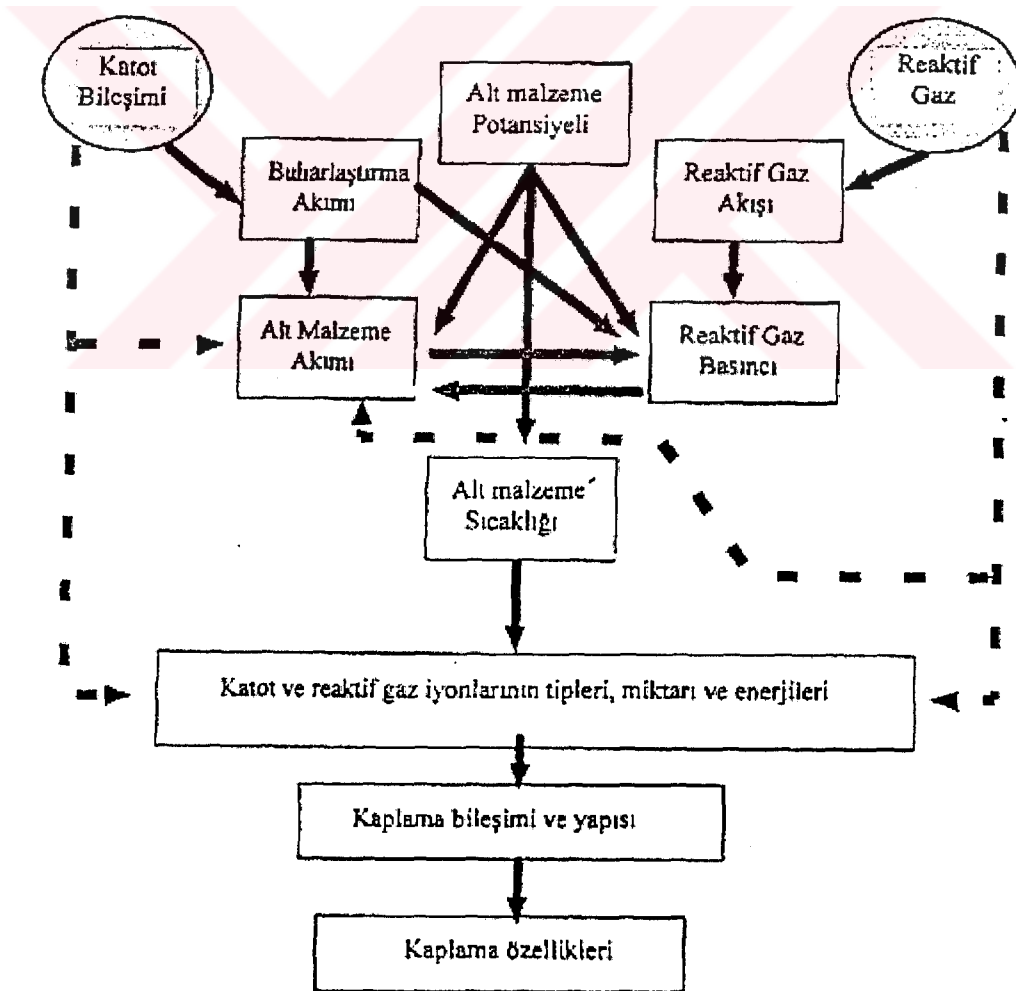
Sistem içindeki makro partiküller, nötral bir buhar kaynağı şeklinde düşünülebilir. Plazma içerisinde bulunan makro partiküllerden, bu partiküllere çarpan elektronlar vasıtasıyla da buharlaşma meydana gelebilmektedir. Oluşturulan manyetik alan, plazma içerisindeki elektron yoğunluğunu artırarak makro partiküllerin buharlaşmasını artırmaktadır [16].



Şekil 3.6. Ark PVD tekniğinde katotların arkasına yerleştirilen mıknatısların kuvvetiyle droplet sayısındaki değişim [16]

Katodik ark PVD sistemine yerleştirilen mıknatısların oluşturduğu farklı şiddetteki manyetik alanlar neticesinde kaplama yüzeyindeki droplet sayılarında meydana gelen değişim Şekil 3.6'da verilmiştir. Şekil 3.6'dan da anlaşılacağı gibi, yaklaşık 150 G civarındaki manyetik alanda droplet sayısı minimuma inmektedir.

Ark PVD tekniği ile üretilen kaplamaların özelliklerini etkileyen proses parametreleri, Şekil 3.7'de diyagramsal olarak verilmiştir. Şekil 3.7'den görülebileceği gibi buharlaştırma akımı, alt malzemeye uygulanan potansiyel ve sisteme giren reaktif gaz akışı, ark PVD tekniği ile üretilen kaplamaların kalitesini birincil olarak etkileyen parametrelerdir [17]. Sistemde sayılan birincil parametreleri yakından ilgilendiren ikincil proses parametreleri ise alt malzeme akımı, alt malzeme sıcaklığı ve reaktif gaz basıncı şeklinde sıralanabilir [17].



Şekil 3.7. Ark PVD' de alt malzeme üzerine film birikmesinde etkili olan parametreler [17]

Sayılan bu proses parametrelerine ek olarak, ikincil proses parametreleri ile katot ve reaktif gaz bileşimi gibi maddesel parametreler arasında, kaplama kalitesini etkileyen kompleks etkileşimlerden de söz edilebilir [15].

Alt malzeme üzerinde film birikmesinde etkili olan parametreler ise katot ve reaktif gaz iyonlarının tipleri, miktarları ve enerjileri şeklinde sıralanabilir [17].

Katodik ark buharlaştırmalı PVD sisteminde vakuma alma işleminden sonraki proses akışı;

1. Alt malzemenin ısıtılması,
 2. Alt malzeme yüzeyinin iyonların kullanımı ile temizlenmesi,
 3. Film biriktirme,
 4. Soğutma
- şeklinde sıralanabilir[14, 17].

Ark PVD tekniğinde alt malzeme, radyasyon, alt malzeme tutucularından ısı iletimi ve sistemde bulunan hızlandırılmış partiküller aracılığı ile ısıtılmaktadır [17].

Alt malzeme yüzeyine yeterli enerjideki iyonların (10-15 eV) çarpması neticesinde, alt malzeme yüzeyinden atomların kopartılması sağlanarak yüzey temizlenmesi yapılmış olur [17].

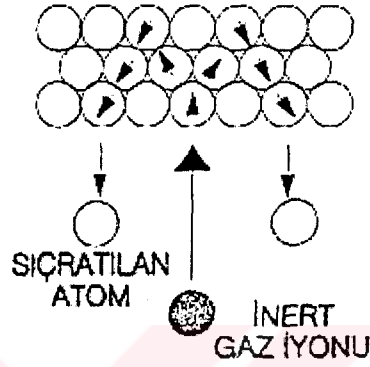
3.2.2. Sıçratma ile yapılan PVD kaplama teknikleri

Sıçratma tekniğinde, buhar fazının elde edileceği hedef malzeme, Şekil 3.8'de görüldüğü gibi pozitif gaz iyonları ile bombardımana tutularak, hedef malzeme yüzeyinden atom veya atom grupları kopartılır [12, 13]. Hedef malzeme yüzeyinden kopartılan atom veya atom grupları, oluşan plazma içerisinde buhar fazına geçerler [13]. Buhar fazının alt malzeme yüzeyi üzerinde biriktirilmesi neticesinde, sıçratma ile buhar fazının elde edildiği PVD kaplama elde edilmiş olur.

Sıçratma işleminde, ortamdaki diğer malzemeler ile reaksiyona girmeyecek inert gaz iyonları kullanılmaktadır. Sıçratma işlemi için en yaygın olarak pozitif yüklü argon

gazı iyonları kullanılır [13]. İyon kaynağı olarak iyon tabancası ve plazma kullanılmaktadır.

Sıçratma ile bileşikler dahil her türlü malzeme buharlaştırılabilmektedir. Bu açıdan sıçratma yönteminin kullanım alanı geniştir. Bu yöntemin diğer bir avantajı da kaplama yüzeyini bozan droplet oluşma olasılığının daha az olmasıdır [50].



Şekil 3.8. Sıçratma mekanizması [12]

Sıçratma ile gerçekleştirilen PVD teknikleri kendi arasında Şekil 3.3’de görüldüğü üzere kullanılan sıçratma tekniğine göre diyot, triyot ve manyetik olmak üzere üçe ayrılmaktadır [12].

BÖLÜM 4. KAPLAMA KARAKTERİSTİKLERİ

Sert seramik film kaplamaların karakterizasyonları, kaplama proses parametrelerinde yapılan deęişiklere ve alt malzemenin kaplama öncesi özelliklerine baęlı olarak, kaplamaların göstermiş oldukları yüzeysel, metalurjik, mekanik ve performans özelliklerinin deęişimini belirlemek amacı ile yapılır. Dikkatli olarak yapılan kaplama karakterizasyon çalışmaları ile kullanım alanında maksimum performans elde edildięi ve optimum alt malzeme ve kaplama proses parametreleri belirlenebilir.

İnce film kaplamalara uygulanan ilk karakterizasyon, kaplama kalınlığının belirlenmesine yönelik çalışmalardır. Tribolojik ortamlarda çalışan malzemelerin aşınma davranışlarını yakından ilgilendiren yüzey pürüzlülüęünün belirlenmesi amacı ile yapılan çalışmalar, kaplama karakterizasyonu açısından yararlıdır. Mikroyapı, kristallografik özellik ve iç gerilme kaplamaların genel metalurjik özelliklerini oluşturur. Kaplamaların başlıca mekanik özellikleri akma dayanımı, elastisite modülü, poisson oranı, sertlik ve alt malzemeye olan yapışma kuvveti olarak sıralansa da, bunlardan özellikle kaplamanın sertlięi, elastisite modülü ve alt malzemeye olan yapışması en önemli mekanik özellikleri teşkil eder. Dekoratif amaçlı olarak kullanılan kaplamalarda, renk karakterizasyonunun yapılması büyük önem taşır [50].

Kaplamanın sürtünme ve aşınma davranışlarının belirlenmesi amacına yönelik olarak laboratuvar aşınma test cihazlarından da faydalanılmaktadır.

4.1. Kaplama Kalınlığının Ölçümü

Kaplama kalınlığı şüphesiz en sık olarak ölçülen kaplama karakteristięidir. Kalınlık boyutsal toleranslara ek olarak, kaplamaların mekanik, aşınma, korozyon vs. özelliklerini etkilemesi açısından oldukça önemlidir [18].

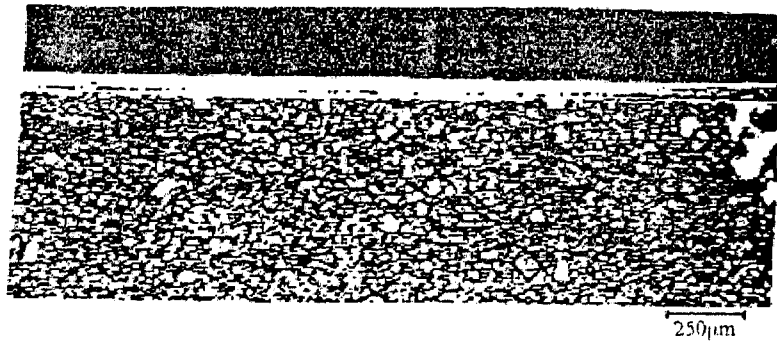
Kaplama kalınlıklarının belirlenmesi, Tablo 4.1'de görülen tekniklerle deęişik prensiplere dayalı olarak yapılabilmektedir. Optik, mekanik, elektrik, manyetik, elektromanyetik, radyasyon ve kombine teknikler kullanılarak kaplama kalınlıkları belirlenebilmektedir [18]. Tablo 4.1'de görülen kolummetrik ve kesitsel teknikler hariç, dięerleri, tahribatsız olarak kaplama kalınlıklarının belirlenebildiđi tekniklerdir [18].

Tablo 4.1. Kaplama kalınlıklarının belirlenmesinde kullanılan teknikler [18]

Optik	Mekanik	Elektrik	Manyetik	Radyasyon	Kombine
Optik Girişim	Batıcı Uç	Kapasitans	Çekici Kuvvet	X Işınları	Mikrodenge
Elipsometre		Direnç	Elektromanyetik	Absorbsiyon	Kolummetrik
Absorbsiyon bant şiddeti		İyonizasyon	İndüktif Dönüş-türücü	Yayınım	Kesitsel
		Eddy akımı		Betageri Saçınma	

Hasarsız olarak kaplama kalınlıklarının belirlenebildiđi sistemler bir çok avantaja sahiptir. Ancak teknik ve ekonomik nedenlerden dolayı uygulamada yaygın olarak kullanılamamaktadır.

Tahribatlı olarak kaplama kalınlıkları, metalografik olarak hazırlanan kesitlerden veya küresel olarak aşındırılmış izlerden yararlanarak belirlenebilir [19]. Metalografik olarak hazırlanmış bir kaplama ve alt malzeme kesiti Şekil 4.1'de verilmiştir. Şekil 4.1'de görülen metalografik kesitin, optik mikroskop altında 250-1000 büyütmelerde incelenmesiyle kaplama kalınlığı belirlenmiş olur [19].

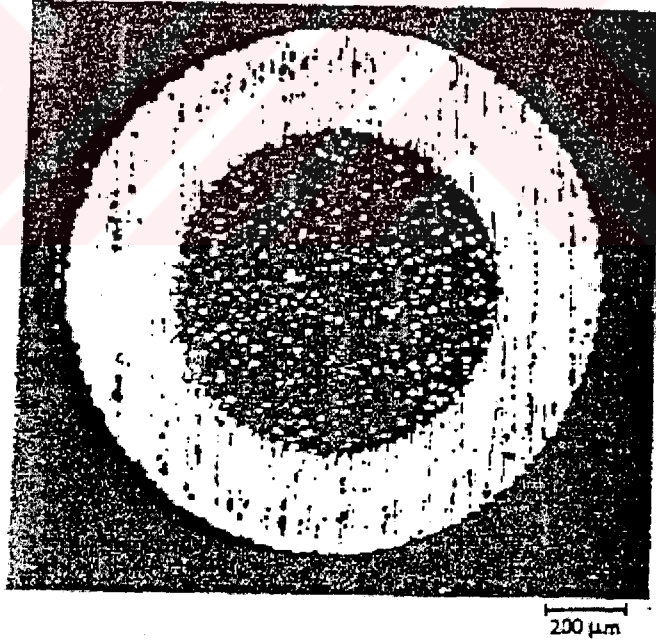


Şekil 4.1. Kaplama kalınlığının belirlenmesi için hazırlanmış bir metalografik kesit [19]

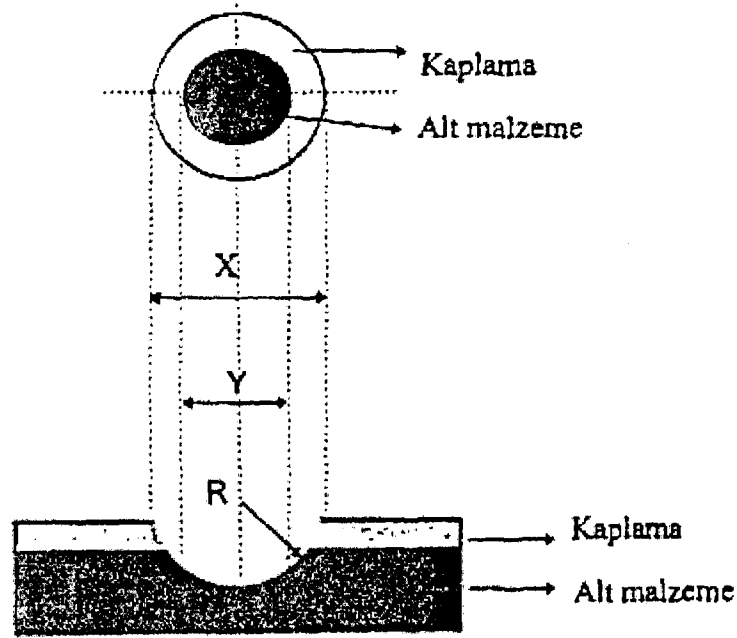
Diğer yöntemde ise kaplama yüzeyinde, bir düzener sayesinde çapı bilinen bir bilya döndürülür. Kaplama yüzeyi ile dönen bilya arasına, elmas pasta sürülerek abrazyon meydana getirilir. Bu işlem sonucunda elde edilen aşınma izinin, optik mikroskopla incelenmesi sonucunda Şekil 4.2’de görülen şekle benzer kesit yapıları belirlenebilir. Şekil 4.2 üzerinde açık renkte olan kesit, kaplamadır. Merkezdeki siyah renkteki alan ise alt malzemedir.

Şekil 4.2’de verilen kesitlerden kaplama kalınlığı, 4.1 eşitliğinin kullanılması ile hızlı bir şekilde belirlenebilir. Eşitlik 4.1’de görülen değişkenler X, Y ve R şekil üzerinde görüldüğü gibi, X dış çapın, Y iç çapın ölçüsü ve R döndürülen bilyanın yarıçapıdır (Şekil 4.3).

$$t_c = \frac{X.Y}{2R} \quad (4.1)$$



Şekil 4.2. Kaplamanın bilya ile aşındırılması sonucunda kaplama yüzeyinde oluşturulan izin görünüşü



Şekil 4.3. Kaplama kalınlığının ölçümünde kullanılan parametreler [19]

4.2. Yüzey Pürüzlülüğü

Yüzey dokusu, yüzeyin üç boyutlu topoğrafyasının oluştuğu nominal yüzeyden rastgele veya tekrarlı olarak meydana gelen sapmalar şeklinde tanımlanabilir [18, 20].

Yüzey dokusu;

- Pürüzlülüğü (mikro pürüzlülük),
- Dalgalanmayı (makro pürüzlülük),
- Yüzey paternini,
- Yüzey hatalarını

içerir [18].

Şekil 4.4'de tek yönde yüzey paternine sahip bir yüzeyin, yüzey dokusu görülmektedir. Mikropürüzlülük, moleküler boyutlardaki girinti ve çıkıntılarının malzeme yüzeyinde ufak dalga boylarında oluşturdukları dalgalanmalar şeklinde görülürken, makro pürüzlülük daha büyük boyutlardaki girinti ve çıkıntılarının büyük dalga boylarında oluşturdukları dalgalanmalar şeklinde görülür [18]. Yüzey paterni

ise üretim sistemine baęlı olarak oluřan, yüzey yapısı řeklinde açıklanabilir. Yüzey hataları ise üretim sırasında oluřan ve yüzey topoęrafyasında kesintilere sebebiyet veren hatalardır [18].

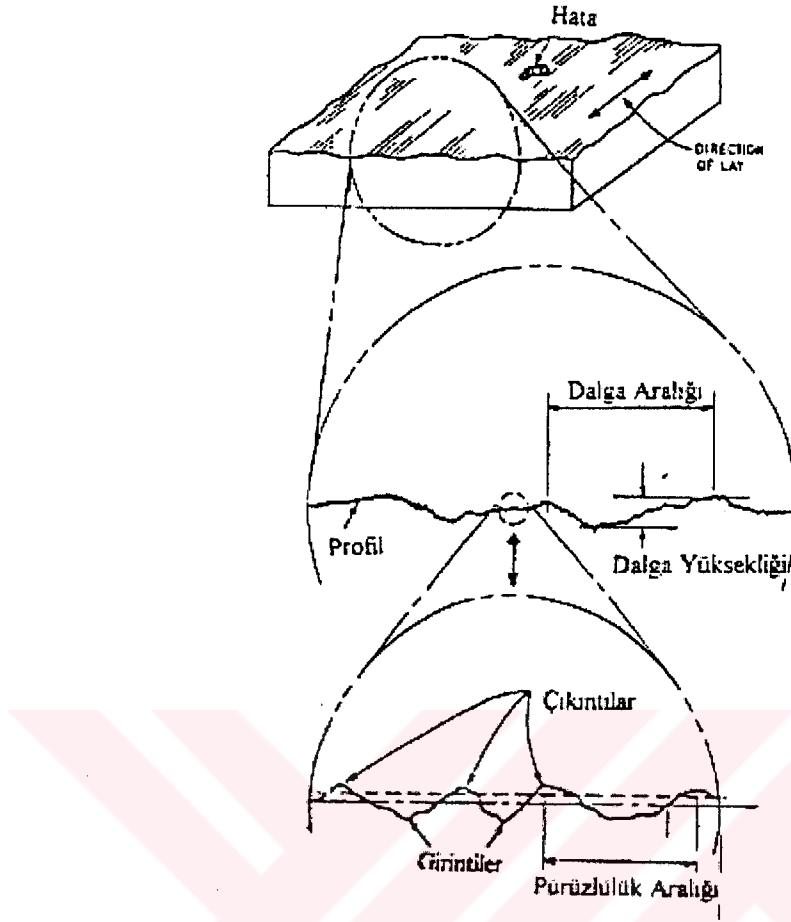
Malzemelerin içerdikleri yüzey pürüzlülüklerinin belirlenmesi amacıyla birtakım cihazlar geliştirilmiştir. Bu amaçla geliştirilen cihazlar;

- Mekanik profilometreler,
- Optik profilometreler,
- Atomik kuvvet mikroskobu,
- Taramalı elektron mikroskobu

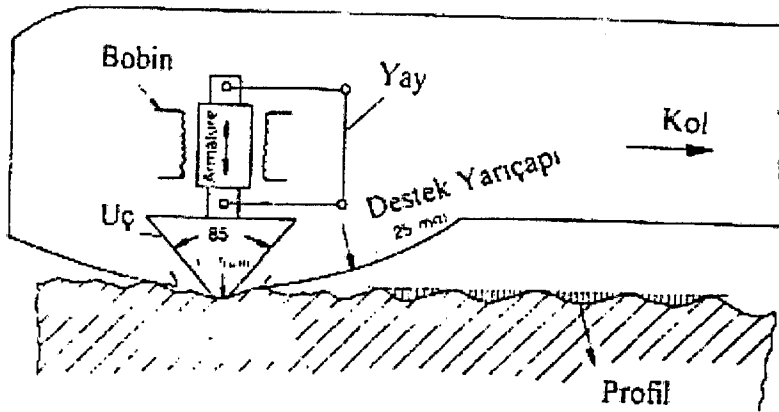
řeklinde sıralanabilir.

Sayılan bu cihazlardan mekanik profilometre ve atomik kuvvet mikroskobu, temaslı olarak yüzey pürüzlülüęünü belirlerken optik ve taramalı elektron mikroskobu ile temassız olarak yüzey pürüzlülükleri belirlenebilir [18]. Yumuřak ve yüzeyleri hassas olarak işlenmiş malzemelerin yüzey incelemelerinde, temassız olarak ölçüm yapabilen cihazlar kullanılır. Mekanik ve optik profilometreler, yüzey arařtırmalarında yaygın olarak kullanılmaktadır.

Mekanik profilometreler, elmas sivri bir ucun malzeme yüzeyinde gezdirilmesi sırasında sivri ucun, malzeme yüzeyindeki girinti ve çıkıntılardan geçerek malzemenin yüzey profilinin çıkarılması prensibine dayalı olarak çalışır. Şekil 4.5’de mekanik bir profilometrenin yapısı ve kullanılan elmas ucun özellikleri şematik olarak verilmiştir. Şekil üzerinde görüldüęü gibi kullanılan elmas uç, 85°’lik açığa ve 5 μ m eğrilik yarıçapına sahiptir [21]. Elmas uç, belirli bir eğrilik yarıçapındaki bir destek ile desteklenmiştir. Tutucu kol sürücü ünitesine baęlıdır.



Şekil 4.4. Tek yönde yüzey paternine sahip bir yüzeyin görünüşü [18]

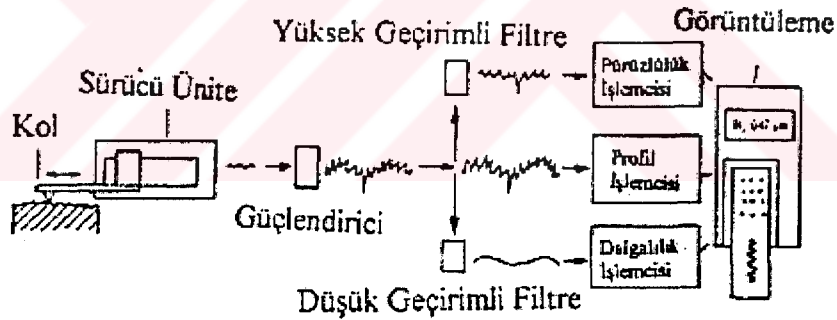


Şekil 4.5. Mekanik bir profilometrenin yapısı [21]

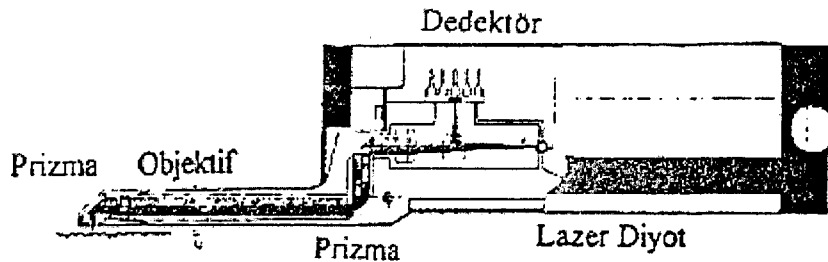
Sivri elmas ucun malzeme yüzeyinde gezdirilmesi sırasında çıkıntı ve girintilerden geçerken dikey eksen boyunca hareket eder. Meydana gelen dikey yer değişimleri elektro-mekanik dönüştürücüler ile elektrik sinyallerine dönüştürülürler. Üretilen

elektrik sinyalleri, Şekil 4.6'da görüldüğü gibi güçlendiricilerden geçirilir. Güçlendiricilerden geçirilen elektrik sinyalleri, pürüzlülük ve dalgalılık sonuçlarının elde edilmesi için üç farklı işlemciden geçirilir. Pürüzlülük işlemcisine gönderilen sinyaller yüksek geçirimli filtreden geçirilirken, dalgalılık belirleme işlemcisine uğrayan elektrik sinyalleri düşük geçirimli filtreden geçirilir [21]. Sonuçta elde edilen bütün değerler kayıt edici tarafından saklanır.

Optik profilometrelerin esası, bir lazer diyot tarafından üretilen ultra kırmızı ışığın optik sistemden geçirilerek malzeme yüzeylerine $2 \mu\text{m}$ çapındaki bir alana dinamik olarak odaklanması esasına dayanır (Şekil 4.7) [21]. Malzeme yüzeyine çarparak yansıyan ışık, aynı yolu izleyerek geri dönerken dedektörlere yönlendirilir [21]. Dedektörler tarafından algılanan ışık, odak edildiği nokta ile malzeme yüzeyinde ölçülen nokta arasındaki mesafeye uygun olarak elektrik sinyallerine dönüştürülür [21]. Bu şekilde elde edilen elektrik sinyalleri, mekanik profilometrelerdekine benzer bir düzenek ile yorumlanabilir hale getirilir.



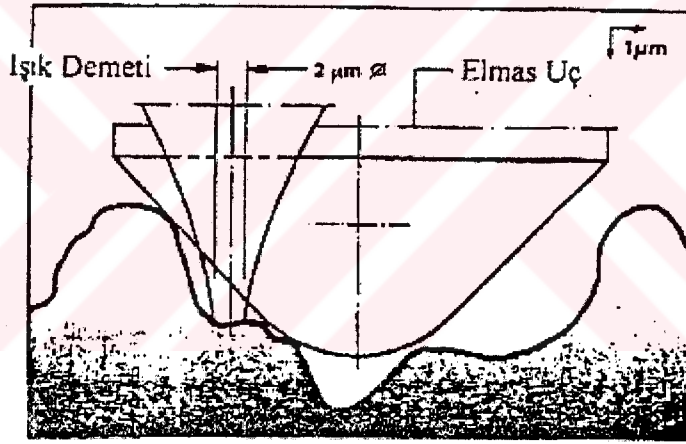
Şekil 4.6. Mekanik profilometrenin çalışma prensibi [21]



Şekil 4.7. Optik profilometrenin çalışma prensibi [21]

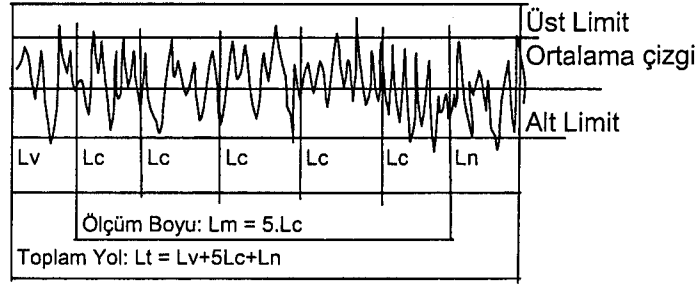
Optik profilometreler Şekil 4.8’de görüldüğü gibi mekanik profilometrelere nazaran daha küçük odak çapına sahip olduğu için yüzey pürüzlülüklerini daha hassas olarak belirlerler [21].

Mekanik ve optik profilometrenin malzeme yüzeyindeki ilerleme yolu (l_t), Şekil 4.9’da görüldüğü gibi yedi eşit parçaya bölünür. Başlangıçta, l_v ile gösterilen mesafe başlangıç yolu olarak adlandırılırken, l_n ifadesi ile sonda gösterilen yol ise bitiş yolu olarak adlandırılır. Bu iki yola işlemin başlangıç ve bitiş noktalarındaki mekanik ve elektriksel olarak meydana gelen sıçramaları elimine etmek amacıyla gereksinim duyulmuştur. Profilometre tarafından hesaba katılan ölçüm uzunluğu l_m , her biri l_c kadar olan beş eşit parçaya bölünmüştür. Bu şekilde her bölgeden alınan değerlerin ortalaması alınarak istatistiksel değerler elde edilir.



Şekil 4.8. Mekanik profilometrelerde kullanılan elmas uç ile optik profilometrelerde kullanılan lazer demetinin boyutlarının karşılaştırılması [21]

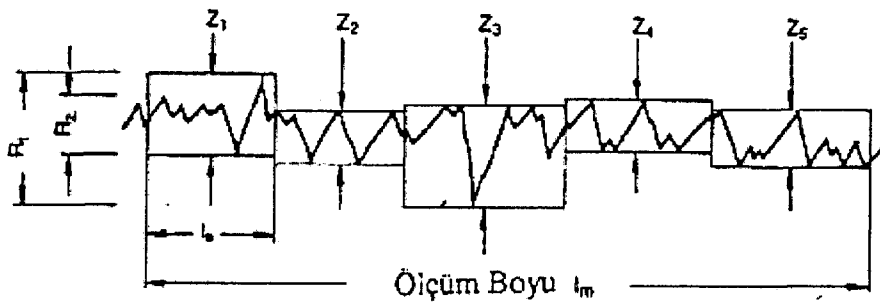
Şekil 4.9’da görüldüğü gibi elde edilen bir yüzey profilinin, altındaki ve üstündeki alanların eşit olacağı şekilde çizilen çizgi, ortalama çizgi olarak adlandırılır [21].



Şekil 4.9. Profilometre yolunun istatistik amaçlı olarak çeşitli birimlere bölünmesi [21]

Elde edilen bir yüzey profili üzerindeki, maksimum çıkıntı ile girinti arasında kalan (l_m boyunca) dikey mesafe, maksimum pürüzlülük derinliği olarak adlandırılır ve R_t parametresi ile gösterilir (Şekil 4.10) [21]. Maksimum pürüzlülük derinliği olarak tanımlanan diğer bir parametrede R_{max} 'dır. Ancak R_{max} , aynı l_c üzerinde ki maksimum çıkıntı ile girinti arasındaki mesafedir. Bu ifadeye göre Şekil 4.10'da R_{max} , Z_3 ile gösterilen bölümde bulunmaktadır. Elde edilen profil üzerindeki ortalama girinti çıkıntı yüksekliği, R_z parametresi ile gösterilir ve 4.2 eşitliğinde görüldüğü üzere maksimum girinti ve çıkıntı yüksekliklerinin toplamının ortalamasına eşittir.

$$R_z = \frac{Z_1 + Z_2 + Z_3 + Z_4 + Z_5}{5} \quad (4.2)$$



Şekil 4.10. Yüzey pürüzlülüğü ile ilgili çeşitli parametrelerin şekilsel olarak gösterimi [21]

Aritmetik ortalama ve standart sapma pürüzlülük değerleri (R_a , R_q), malzemelerin içerdikleri yüzey pürüzlülüğünün belirtilmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Aritmetik ortalamaya göre pürüzlülük değeri, pürüzlülük profilinden elde edilen ölçüm sonuçlarının ortalama çizgiden sapma miktarlarının, $y(x)$, toplamının

ortalaması alınarak belirlenir ve 4.3 eşitliğinde matematiksel ifadesi verilmiştir [18, 21]. Standart sapma pürüzlülük değeri ise profilometreden elde edilen ölçümlerin, ortalama çizgiden olan farklarının, $y(x)$, karelerinin toplamının karekökü alınarak belirlenir (Eşitlik 4.4) [18, 21].

$$Ra = \frac{1}{l_c} \int_0^l |y(x)| dx \quad (4.3)$$

$$Ra = \left(\frac{1}{l_c} \int_0^l |y^2(x)| dx \right)^{1/2} \quad (4.4)$$

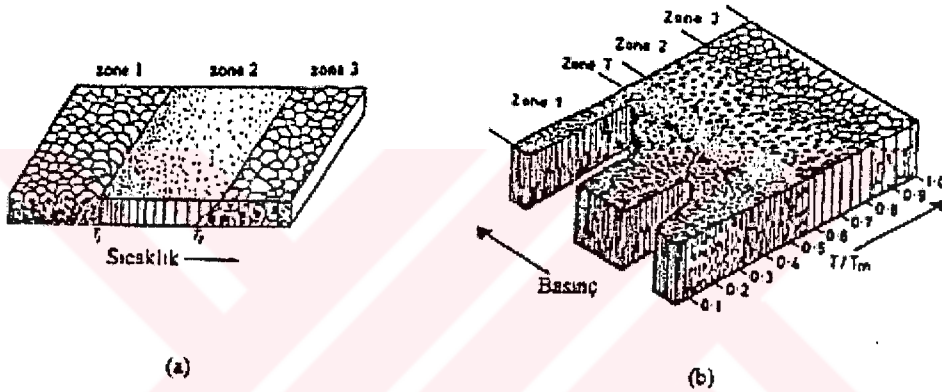
4.3. Mikroyapı ve Kristallografi

PVD kaplamalar, çeşitli yöntemler ile elde edilen buhar fazının ve iyonların polikristalin alt malzeme yüzeyine tek kristal olarak birikmeleri neticesinde üretilirler. PVD kaplamaların gelişmesi, alt malzeme yüzeyinde tek tabakalı bir filmin sürekli olarak birikmesi ve büyümesi şeklinde gerçekleşmez. PVD tekniğinde kaplama filminin oluşumu, önce alt malzeme yüzeyinde üç boyutlu çekirdeklerin oluşması ve sonra oluşan çekirdeklerin yanal ve dikey (kalınlık) yönlerde büyümesi şeklinde gelişir [13]. Farklı bölgelerde çekirdekleşerek üç boyutlu olarak büyüyen çekirdeklerin, karşılaşmaları neticesinde alt malzeme yüzeyinde bir film tabakasının oluşumu gerçekleşir [13].

Genel olarak PVD kaplamaların morfolojik yapıları, kaplama sırasında kullanılan proses parametrelerine ve filmin büyüme mekanizmasına bağlı olarak değişir. Kaplama yapı modelleri üzerine ilk çalışmalar, Movchan ve Demchisin tarafından yapılmış olup, bu araştırmacılar buharlaştırma teknikleri ile üretilen kaplamaların, sıcaklığa bağlı olarak morfolojik değişimleri üzerine çalışmışlardır [13]. Bu kişiler yapmış oldukları çalışmalar sonucunda, Şekil 4.11a'da görüldüğü gibi benzer sıcaklığın fonksiyonu olarak, üç ayrı zon belirlemişlerdir [13]. Thornton ve Messier buharlaştırma tekniklerine ek olarak sıçratma ve iyon kaplama tekniklerini de içeren, yapı zon modelini geliştirmişlerdir [13, 14]. Şekil 4.11b'de görüldüğü gibi alt

malzeme sıcaklığının ergime sıcaklığına oranının (T/T_m) ve sistemdeki gaz basıncının kaplama yapısı üzerine olan etkisi görülmektedir.

Düşük sıcaklıklarda ($T/T_m < 0.3$) kaplama, alt malzeme üzerindeki sınırlı sayıdaki çekirdekler üzerinde konik kolonsal yapılarda büyür [13]. Düşük sıcaklık nedeniyle atom hareketlerinin az olması, üst kısma doğru daralan, konik şekilde büyümeye neden olmaktadır [13, 14]. Zon 1 yapısı olarak adlandırılan bu yapı, konik yapılar arasında oluşan ve genişlikleri birkaç yüz angstrom olan boşlukları içermesi nedeniyle yoğun bir yapıya sahip değildir.



Şekil 4.11. Kaplama yapı zon modelleri a) Movchan ve Demchisin yapı zon modeli b) Thornton ve Messier yapı zon modeli [13, 14]

Alt malzeme sıcaklığı artırıldığı ($0.3 < T/T_m < 0.45$) zaman atomlar, yüzey yayınımları ile taşınarak, paralel kenarlı kolonsal yapılar oluşur ve bu yapı Zon 2 yapısı olarak adlandırılır [13, 14]. Bu sıcaklık aralığında elde edilen kaplamaların topoğrafik özellikleri de üstündür.

Sıcaklığın yüksek ($T/T_m > 0.45$) olduğu çalışma şartlarında, kütleli yayının etkin olarak meydana gelmesi neticesinde Zon 3 yapısı olarak anılan eş eksenli taneler oluşur [13, 14].

Thornton ve Messier tarafından elde edilen yapı modelinde Zon 1 ile Zon 2 arasında, Zon T olarak adlandırılan bir geçiş yapısı oluşur. Zon T fiber şeklindeki tanelerden meydana gelir ve en yoğun yapıdır. Zon T yapısının yüzey özellikleri çok iyidir.

Yukarıda verilen sıcaklık ve sıcaklık aralıkları metaller içindir. Bu sıcaklıklar oksitler için aşağıda verilmiştir.

Zon 1	$T/T_m < 0.26$
Zon 2	$0.26 < T/T_m < 0.45$
Zon 3	$T/T_m > 0.45$

4.4. İç Gerilme

CVD ve PVD teknikleri ile üretilen ince filmler, bünyelerinde bir takım iç gerilmeler bulundurlar. Film bünyesinde bulunan iç gerilmelerin türü ve seviyesi, film özelliklerini önemli derecede etkiler. Kaplamalarda gerilmeler;

1. Kaplama ile alt malzeme arasındaki ısıl genleşme farklılığı,
2. Kaplamanın çekirdeklenip hatalı bir şekilde gelişmesi nedenlerine bağlı olarak meydana gelirler [13, 14, 22].

Farklı ısıl genleşmeler nedeniyle meydana gelen iç gerilmeler, detaylı olarak araştırılmıştır ve hatta düşük sıcaklıklarda yapılan PVD kaplamalardaki için dahi gerilmeler kolay olarak hesaplanabilmektedir. Ancak kaplamanın büyümesi sırasında meydana gelen iç gerilmeler hala tam olarak anlaşılammıştır.

Meydana gelen iç gerilmeler basma ve çekme gerilmeleri şeklinde etkin olurlar ve çekme gerilmeleri, basma gerilmelerine nazaran çok daha zararlıdır. Kaplama ile alt malzeme arasında meydana gelen gerilmeler, kaplamanın alt malzemeye olan yapışma kuvvetini aştığı zaman kaplamada hasar oluşturur [18].

İnce film bünyesindeki iç gerilmeleri ölçmek için kullanılan teknikler, gerilmelerin varlığı nedeniyle meydana gelen fiziksel değişikliklerin belirlenmesini gerektirir [18]. İç gerilmelerin belirlenmesinde kullanılan teknikler, deformasyon ve X ışınları teknikleri şeklinde sıralanabilir.

4.4.1. Deformasyon metodu

Kaplama filmi, alt malzeme yüzeyine gerilmeli olarak birikirse alt malzeme ölçülebilir derecelerde eğilir. Çekme gerilmeleri, alt malzemeyi konkav olarak eğme çabası gösterirken, basma gerilmeleri, alt malzemeyi konveks olarak eğme çabası içerisindedir.

İnce disk şeklindeki numune üzerine yapılan kaplamadaki gerilmeler, disk merkezinde δ kadar eğilme sapması meydana getirirler. Meydana gelen bu eğilme sapması δ , profilometreler veya optik yöntemler ile belirlenebilir. Numunede meydana gelen eğilme sapmasının bu yöntemlerle belirlenmesi ile iç gerilmeler (σ), 4.5 eşitliği ile belirlenebilir.

$$\sigma = \frac{\delta \cdot E_s \cdot t_s^2}{r \cdot 3 \cdot (1 - \gamma_s) \cdot t_c} \quad (4.5)$$

r : Disk yarıçapı

E_s : Alt malzemenin elastisite modülü

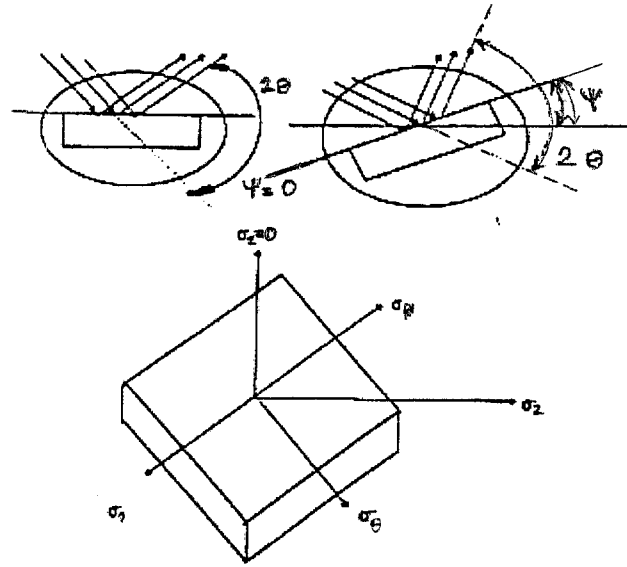
γ_s : Alt malzemenin poisson oranı

t_s : Alt malzeme kalınlığı

t_c : Kaplama kalınlığı

4.4.2. X ışınları metodu

X ışınları difraksiyonu ile gerilme analizinin yapılışında kullanılan parametreler, Şekil 4.12'de verilmiştir. Şekil 4.12a'da numunelerin X ışınları ile çeşitli düzlem ailelerinin taranması ve açılarının değişimi şematik olarak gösterilmiştir. Şekil 4.12b'de ise gerilme eşitliklerinde kullanılan, gerilmeler ve açılar şematik olarak gösterilmiştir. Kaplama düzlemindeki gerilmenin iki boyutlu (σ_1, σ_2), olduğu kabul edilerek, sisteme etkiyen üçüncü gerilmenin (σ_3) sıfır olduğu farz edilmiştir.



Şekil 4.12. X ışınları ile gerilme hesabında kullanılan a) Açısal değişkenler b) Sistemdeki gerilmeler [18]

Şekil 4.12b'de (θ , Ψ) yönündeki deformasyon, 4.6 eşitliği ile hesaplanır. 4.6 eşitliğinde bulunan d_0 ve a_0 gerilmesiz haldeki kafes boşluğunu ve latis parametrelerini ifade ederken d_ψ ve a_ψ gerilme içeren yapıdaki kafes boşluğunu ve latis parametrelerini ifade eder.

$$\varepsilon_{\theta,\varphi} = \frac{d_\psi - d_0}{d_0} = \frac{a_\psi - a_0}{a_0} \quad (4.6)$$

4.6 eşitliği elastisite teorisine göre, 4.7 eşitliği şeklinde yazılabilir. 4.7 eşitliğindeki γ poisson oranını, E elastisite modülünü, σ_θ ile σ_1 ve σ_2 gerilmelerine bağlı olarak, $\sigma_\theta = \sigma_1 \cdot \cos^2\theta + \sigma_2 \cdot \sin^2\theta$ şiddetinde sisteme etkiyen gerilmeyi ifade eder [22].

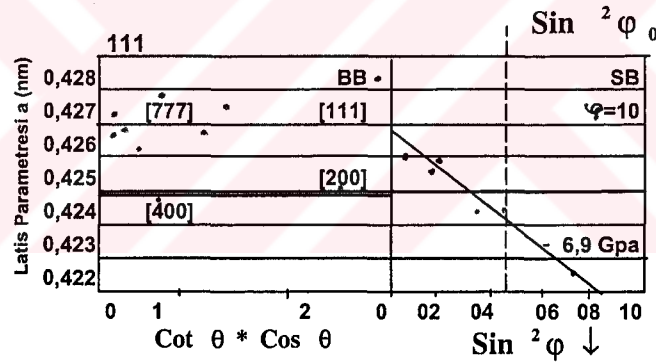
$$\varepsilon_{\theta,\varphi} = \left(\frac{1+\gamma}{E} \sigma_\theta \cdot \sin\psi \right) - \left(\frac{\gamma}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \right) \quad (4.7)$$

4.6 ve 4.7 denklemlerinin birbirlerine olan eşitliklerinden yararlanarak, sabit θ açısında $\varepsilon_{\theta,\varphi}$ 'nin $\sin^2\psi$ 'nin fonksiyonu olarak çizilen grafik, lineer bir doğru olarak

elde edilir. Bu doğrunun eğimi (m), 4.8 eşitliğinde verildiği gibi gerilme (σ_θ), elastik sabitlere (E, γ) ve gerilmesiz haldeki kafes parametresi (a_0) ile ilişkilidir [22].

$$m = \frac{a_0 \cdot (1 - \gamma)}{E} \sigma_\theta \quad (4.8)$$

X ışınları difraksiyonu, farklı $\sin^2 \psi$ değerlerindeki latis parametrelerini ve boşluklarını belirlemek için kullanılır. Bu noktada iki farklı X ışınları difraksiyon metodundan söz edilebilir. Bunlardan birincisi numune yüzeyine paralel olmayan düzlemlerden meydana gelen difraksiyonlardan yararlanılarak yapılan analizdir ve Seeman – Bohlin (SB) metodu olarak anılır [23]. Bragg – Brentano (BB) metodu olarak anılan ikinci metotta ise numune yüzeyine paralel olan düzlemlerden ($\psi=0$) olan yansımalar kullanılarak yapılır [23].



Şekil 4.13. BB ve SB metotlarıyla yapılan X ışınları analizinin sonuçları [23]

PVD tekniği ile üretilmiş TiN kaplamaya SB ve BB tekniklerini kullanarak yapılan X ışınları analiz sonuçları, Şekil 4.13'de verilmiştir. BB metoduyla yapılan analiz sonuçları, şekilden görüldüğü gibi geniş bir aralıkta rast gele dağılmaktadır. SB metodunu kullanarak elde edilen latis parametreleri ise bir doğrunun geçirilebileceği şekilde düzenli olarak dağılmıştır. Bu dağılma istatistiksel olarak uydurulan doğrunun eğiminden yararlanarak sistemde, 6.9 GPa değerinde bir basma gerilmesinin var olduğu bulunmuştur [23]. Yatayda kesikli çizgilere karşılık gelen kafes parametresi, gerilmesiz durumdaki kafes parametresini gösterir.

4.5. Sertlik ve Elastisite Modülü

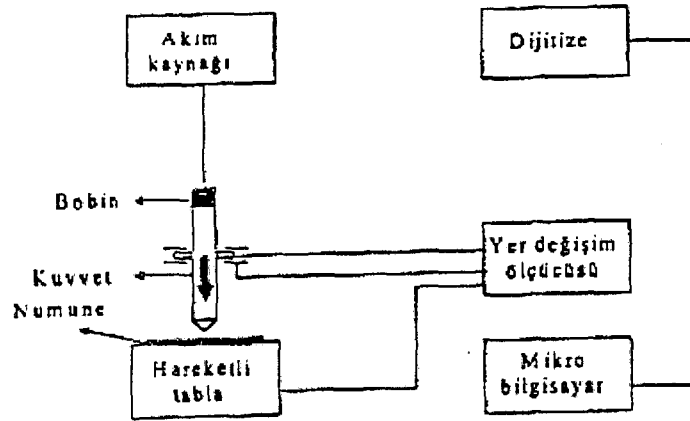
İnce filmlerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla yapılan en genel çalışmalar, filmin sahip olduğu sertlik ve elastisite modülünü belirlemeye yönelik çalışmalar oluşturur. Bilindiği üzere sertlik, bir malzemenin plastik deformasyona karşı göstermiş olduğu direnç şeklinde tanımlanır. İnce filmlerin sertliklerinin belirlenmesinde, alt malzeme etkisinden kaçınmak amacıyla çok düşük yükler kullanma zorunluluğu vardır. Kaplama sertliğinin alt malzeme etkisinden kaçınılarak belirlenmesi için batıcı ucun, kaplama kalınlığının % 10'undan derine girmeyeceği yüklerin uygulanmasını gerektirir. Bu amaçla mikro ve ultra mikro sertlik cihazları kullanılmaktadır.

Mikrosertlik cihazlarında bilinen Vickers ve Knoop uçları kullanılır ve 1-25 gr'a kadar düşük yükler kullanılabilir [12, 14, 18]. Vickers veya Knoop uçla yük altında oluşturulan izin köşesinin mikroskop altında belirlenmesiyle, Vickers sertliği (HV) 4.9 eşitliği ile Knoop sertliği (HK) ise 4.10 eşitliği ile belirlenebilir [18]. Bu eşitliklerde görülen W kullanılan yükü (kg), d Vickers izinin diyagonalini ve l ise Knoop izinin büyük köşegeninin uzunluğunu (mm) ifade etmektedir.

$$HV = \frac{1.8544W}{d^2} \quad (4.9)$$

$$HK = \frac{14.299W}{l^2} \quad (4.10)$$

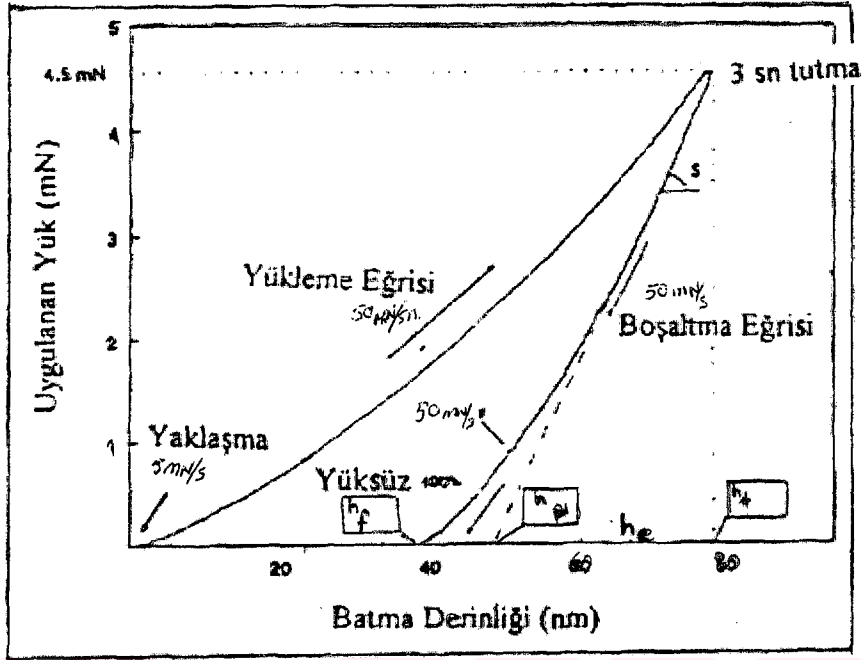
İnce film kaplamaların sertliklerinin belirlenmesinde, en yaygın olarak kullanılan cihaz nanoindentasyon test cihazlarıdır. Bu cihazlarda 5-100 mg gibi çok düşük yükler kullanılarak, alt malzeme etkisinden kaçınılmış, gerçek, kaplama sertlik değerleri belirlenebilmiştir [12, 18]. Nanoindentasyon cihazlarında 65.3° açılı ve uç yarıçapı 0.1 µm'den az olan Berkovich batıcı ucu kullanılmaktadır [18]. Nanoindentasyon test cihazının şematik olarak yapısı, Şekil 4.14'de verilmiştir.



Şekil 4.14. Nanoindentasyon sertlik cihazının yapısı [16]

Şekil 4.14'den görüldüğü gibi batıcı uca yükün uygulanması ve kaldırılması, oluşturulan manyetik alanın itme ve çekme kuvvetinden yararlanarak gerçekleştirilir. Batıcı ucun, yükün uygulanması veya kaldırılması sırasında yapmış olduğu dikey yer değişimi, 0.2-0.3 nm hassasiyetindeki yer değişimlerini tespit edebilen kapasitanslar tarafından belirlenir [18]. Sistemde kullanılan kuvvet çözümleyicisi, 50 μg 'lık kuvvetleri ayırabilmektedir [18]. Manyetik alan etkisi ile oluşturulan kuvvetin şiddeti ve kapasitanslar tarafından belirlenen yer değişim sinyalleri, sayısal dönüştürücülerden geçirilerek anlamlandırılır. Numune X ve Y yönlerinde hareket edebilen bir tabla üzerinde bulundurulur. Sistemin bütün kontrolü bilgisayarlarca basit olarak yapılabilmektedir.

Nanoindentasyon cihazı, numune yüzeyine yükün uygulanması ve kaldırılması sırasındaki yük ile iz derinliği arasındaki ilişkiyi grafiksel olarak verir. Şekil 4.15'da sertlik ölçümü sırasında meydana gelen yük ile iz derinliğinin değişimi verilmiştir. Şekil 4.15 üzerinde, sertlik ölçümü sırasında meydana gelen toplam batma derinliği h_t , plastik batma derinliği h_p , ve elastik batma derinliği h_e olarak gösterilmiştir. Sadece plastik deformasyonun meydana getirdiği iz derinliği, geri dönüş eğrisinin üst kısmına uygun olarak çizilen doğruyla da belirlenebilir (h_p) [14]. Bu açıklamalardan sonra, meydana gelen elastik deformasyon, (h_t-h_f) veya (h_t-h_p) ifadeleriyle belirlenebilir ve her iki yolla bulunan sonuçlar birbirine yakın değerleri verir.



Şekil 4.15. Nanoindentasyon sertlik cihazı ile elde edilen yükleme boşaltma eğrisi üzerindeki deformasyon bölgeleri [14, 19, 22, 24]

Nanoindentasyon deneyi sırasında kullanılan batıcı uç ile kaplama arasındaki sistemin elastisite modülü, 4.11 eşitliği ile belirlenebilir.

$$E = \frac{(\pi)^{1/2} S}{2 A} \quad (4.11)$$

4.11 eşitliğinde görülen S, uç ile kaplama arasındaki temasın rijitliğidir ve boşaltma eğrisinin üst kısmına uydurulan doğrunun eğimidir ($S = (dF / dh)$) [14]. Eşitlikte görülen A ise batıcı uç ile kaplamanın temas alanıdır ve 4.12 eşitliği ile hesaplanabilir [14]. 4.12 eşitliğindeki k, batıcı ucun körlenmesini tanımlayan bir sabittir ve Berkovich batıcı ucu için 24.56 olarak belirlenmiştir [14].

$$A = k.(h_p)^2 \quad (4.12)$$

4.12 eşitliğindeki h_p , plastik deformasyon miktarıdır ve 4.13 eşitliğiyle belirlenebilir. 4.13 eşitliğindeki W , uygulanan maksimum yük c , 0.75 değerinde bir sabittir [14, 24].

$$h_p = h_1 - c \frac{W}{S} \quad (4.13)$$

Yukarıda yazılan eşitliklerden yararlanarak, batıcı uç ile kaplama arasındaki sistemin elastisite modülü belirlenebilir. Temas elastisite modülü (E) ile batıcı ucun ve kaplamanın elastik sabitleri arasındaki matematiksel ilişki, 4.14 eşitliğinde verilmiştir. 4.14 eşitliğinde görülen γ ve E sırasıyla poisson oranını ve elastisite modülünü ifade ederken, i ve c indisleri sırasıyla batıcı ucu ve kaplamayı ifade eder.

$$\frac{1}{E} = \frac{1 - \gamma_c^2}{E_c} + \frac{1 - \gamma_i^2}{E_i} \quad (4.14)$$

4.14 eşitliğinden E_c 'nin çözülmesi ile kaplamanın elastisite modülü belirlenmiş olur. Batıcı uç olarak kullanılan elmas için elastik sabitler, $E_i = 1100$ MPa $\gamma_i = 0.24$ olarak alınır [14].

Genel olarak bir malzemenin sertliği, uygulanan yükün oluşan iz alanına oranıyla belirlenir. Bu tanıma göre kaplamanın sertliği, 4.15 eşitliğiyle belirlenebilir [24].

$$H = \frac{W}{A} = \frac{W}{k \cdot h_p^2} \quad (4.15)$$

4.6. Yapışma

İki yüzeyin Van der Waals kuvvetleri ve/veya yüzeyleri birbirine bağlayan diğer kuvvetlerce bir arada bulundurulması, yapışma olarak adlandırılır [18]. Kaplamanın alt malzemeye olan yapışması, en önemli kaplama karakteristiğidir. Kaplamaların alt malzemeye olan yapışma kuvvetlerinin belirlenmesi amacıyla bir çok yöntem

geliştirilmiştir. Bu yöntemler Tablo 4.2’de görüldüğü gibi çekirdeklenme metotları, mekanik metotlar ve kombine metotlar şeklinde sıralanabilir [18].

Tablo 4.2. Kaplamaların alt malzemeye yapışmalarının belirlenmesinde kullanılan teknikler [18]

Çekirdeklenme Metodu	Mekanik metotlar		Kombine metotlar
	Normal Kuvvet Uygulama	Yanal Kuvvet Uygulama	
Çekirdeklenme Hız Ölçümü	Çekme Testi	Soyma Yöntemi	Abrasyon Yöntemi
Ada Yoğunluk Ölçümü	Moment Yöntemi	Kayma Yöntemi	Isıl Yöntem
Kritik Yoğuşma Ölçümü	Ultrasantrifüj Yöntemi	Blister Yöntemi	X ışınları Yöntemi
Zaman Ölçümü	Ultrasonik Yöntem	Eğme Yöntemi	Kapasitans Yöntemi
	Şok Lazer Yöntemi	İndentasyon Yöntemi	
		Çizme Yöntemi	

Kaplamanın alt malzeme yüzeyinde çekirdeklenme ve başlangıç büyüme isteği, alt malzeme yüzeylerine yapışma enerjilerinin belirlenmesine olanak verir [18]. Çekirdeklenme metoduyla kaplamaların alt malzemeye olan yapışmalarının belirlenmesi, oldukça karmaşık olduğundan kullanımı sınırlıdır. Mekanik yöntemler yapışma kuvvetlerinin belirlenmesinde en yaygın olarak kullanılan yöntemlerdir. Mekanik yöntemler, kaplamanın alt malzeme yüzeyinden normal veya yanal kuvvetlerin etkisiyle kaldırılmasına göre ikiye ayrılır. Tablo 4.2’de görülen yapışma kuvvetinin belirlenmesi için kullanılan tekniklerin çoğu, yapışma kuvvetlerinin 100 MPa’dan küçük olduğu kaplama alt malzeme sistemleri için kullanılır [18]. Ancak biriktirme teknikleri ile elde edilen kaplamalar, alt malzeme yüzeylerine 100 MPa’ı aşan kuvvetlerle bağlıdır. Ultrasonik ve ultrasantrifüj teknikleri, yüksek bağ kuvveti gösteren kalıp kaplamalar (25 μm ’den büyük) için kullanılabilir. Ancak bu tekniklerin özel donanımlar gerektirmesi kullanımlarını sınırlandırır. Şok lazer ve elektron demetlerinin kullanımında ultrasonik ve ultrasantrifüj tekniklerine benzer şekilde özel donanımları gerektirmeleri ve pahalı olmaları nedeniyle yaygın olarak kullanılmazlar. Eğme, indentasyon ve çizme yöntemleri, yüksek yapışma kuvvetleriyle alt malzemeye bağlanan ince ve kalın kaplamalar için yaygın olarak kullanılmaktadır [18]. Bunların içerisinde indentasyon ve çizme testi en yaygın olarak kullanılan tekniklerdir. Kaplamaların alt malzemeye olan yapışmalarının

belirlenmesinde indentasyon ve çizme testlerine ek olarak Rc testi de kullanılmaktadır.

4.6.1. Indentasyon yöntemi ile yapışma kuvvetinin belirlenmesi

İndentasyon yöntemi ile kaplamaların alt malzemeye olan yapışma kuvvetlerinin belirlenmesi, uygulanan farklı sabit kuvvetler altında bir batıcı ucun kaplama yüzeyinde ötelenmesi esasına dayanır [18]. Düşük yüklerde, kaplama alt malzemeyle beraber deformasyona uğrarken, yeterince büyük yükler altında, kaplama ile alt malzeme ara yüzeyinde çatlaklar oluşur [18]. Artan yükler ile doğru orantılı olarak oluşan çatlakların boyları da artar. Kaplamada çatlamanın gözlemlendiği en küçük yük, kritik yük (L_c) olarak adlandırılır ve kaplamanın alt malzemeye olan yapışma kuvvetini gösterir [18].

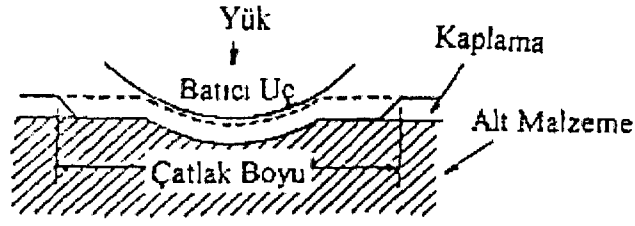
İndentasyon testinde batıcı uç olarak, Rockwell sertlik cihazında kullanılan Brale elmas batıcı ucu veya Vickers piramit batıcı ucu kullanılır [18].

İndentasyon tekniğiyle belirlenen kritik yük, kaplamanın alt malzemeye olan yapışmasına ek olarak kaplama sertliğinin ve kaplamanın kırılma tokluğunun fonksiyonu olarak değişir [18]. Batıcı uca uygulanan yük neticesinde kaplamadaki çatlak oluşumu, Şekil 4.16'da şematik olarak gösterilmiştir. Kaplama yüzeyine uygulanan normal yük (W) ile oluşan çatlak boyu (c) arasındaki ilişki 4.16 eşitliğinde verilmiştir.

$$c = \alpha \cdot \left(1 - \frac{L_c}{W}\right) \cdot W^{1/4} \quad (4.16)$$

4.16 eşitliğinde görülen α , kaplama kalınlığına t_c , sertliğine H , kaplama alt malzeme ara yüzeyinin kırılma tokluğuna ve nümerik bir sabite (α_1) bağlı olarak 4.17 eşitliği ile belirlenebilir.

$$\alpha = \left(\frac{\alpha_1 \cdot t_c^{3/2} \cdot H^{1/2}}{(K_{lc})_{arayüzey}} \right)^{1/2} \quad (4.17)$$

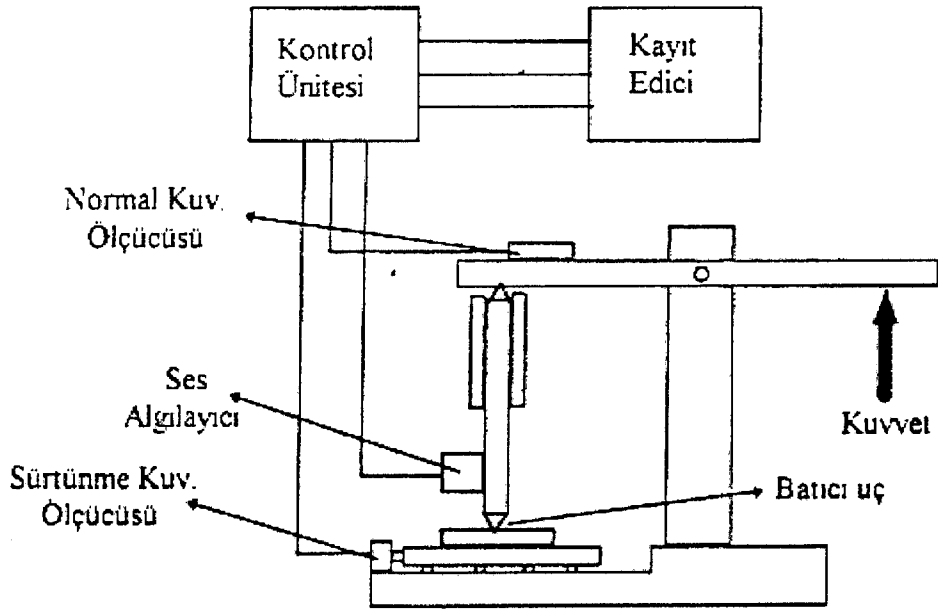


Şekil 4.16. İndentasyon yönteminde çatlak oluşumunun şematik olarak gösterimi [18]

4.6.2. Çizme testi

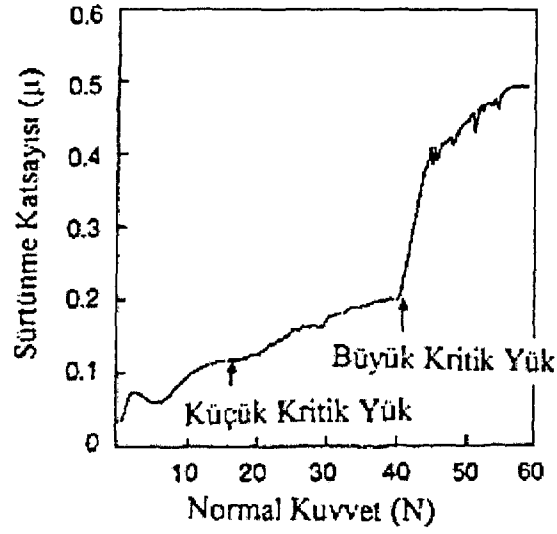
Kaplamanın alt malzemeye olan yapışma kuvvetinin belirlenmesinde en yaygın olarak çizme test cihazları kullanılır. Çizme test cihazı, yapışma kuvvetine ek olarak kaplamanın çizme sertliği, abrazif aşınma direnci ve deformasyon mekanizması hakkında da yararlı bilgiler verir [25].

Çizme testi indentasyon testine benzer şekilde uygulanır. Aradaki fark, çizme testine uygulanan yükün sürekli olarak artırılmasıdır. Çizme testinde kullanılan batıcı uç, uç yarıçapı 0.2 mm olan 120°'lik uç açılı elmasdan yapılır [18]. Şekil 4.17'de çizme test cihazının yapısı şematik olarak verilmiştir. Çizme testi sırasında batıcı uca uygulanan normal kuvvet W , yük ölçerlerle belirlenir. Batıcı ucun numune yüzeyinde ilerlemesi sırasında oluşan yanal kuvvet F_f , yine yanal yönde konulan yük ölçer'lerle belirlenir. Batıcı uç kolu üzerine monte edilen akustik emisyon algılayıcısı, sistemde sürtünme ve kaplama kırılmasıyla üretilen sesleri algılamak amacıyla kullanılır. Akustik emisyon çizgilerinden yararlanarak kritik yükler belirlenebilir. Normal ve yanal kuvvetlerin belirlenmesinde kullanılan yük ölçer'lerden ve akustik emisyon algılayıcısından elde edilen bilgiler, bilgisayar kontrol ünitesinden geçirilerek kayıt edilirler.



Şekil 4.17. Çizme test cihazının şematik yapısı [12]

Çizme testi sırasındaki herhangi bir noktadaki W 'ye karşılık gelen F_f kuvvetinden yararlanarak, çizme testi yolu boyunca sürtünme katsayısının değişimi belirlenir. Şekil 4.18'de bir çizme işlemi boyunca artan W 'ye karşılık gelen, sürtünme katsayısındaki değişim grafiksel olarak verilmiştir. Şekil 4.18'den görüldüğü gibi sistemde iki farklı kritik yükten (L_c) bahsedilebilir. Testin başlangıcındaki bölge düşük sürtünme katsayısından daha yüksek sürtünme katsayısına geçiş sırasındaki W , ilk kritik yük olarak adlandırılır ve L_{c1} ile gösterilir [26]. İkinci olarak, kaplamanın kalkarak batıcı ucun alt malzemenin üzerinde ilerlediği noktaya karşılık gelen normal kuvvet, ikinci kritik yük (L_{c2}) olarak adlandırılır [26]. L_{c1} ve L_{c2} kritik yüklerinin belirlenmesinde, akustik emisyon çizgilerinin değişiminden faydalanılır. L_{c1} noktasındaki sürtünme katsayısındaki artış, kaplama içerisindeki kohezif hasarlardan dolayı meydana gelir [16].



Şekil 4.18. Çizme testi sırasında normal kuvvete karşılık sürtünme katsayısının değişimi [12]

Çizme testi sonucunda belirlenen kritik yüklerin değerleri, kaplamanın alt malzemeye olan yapışma kuvvetlerine ek olarak kullanılan test geometrisine ve parametrelerine, kaplamanın kalınlığına, sertliğine, yüzey pürüzlülüğüne ve alt malzeme sertliğine bağlı olarak değişiklik gösterir [26].

Çizme test sonuçlarından yararlanarak matematiksel olarak L_c , 4.18 eşitliği ile belirlenebilir.

$$L_c = \frac{A}{\gamma_c \cdot \mu} \left(\frac{2 \cdot E_c \cdot W_{1,2}}{t_c} \right) \quad (4.18)$$

4.18 eşitliğindeki;

A : Çizilen kesit alanı,

γ_c : Kaplamanın poisson oranı,

μ : Sürtünme katsayısı,

E_c : Kaplamanın elastisite modülü,

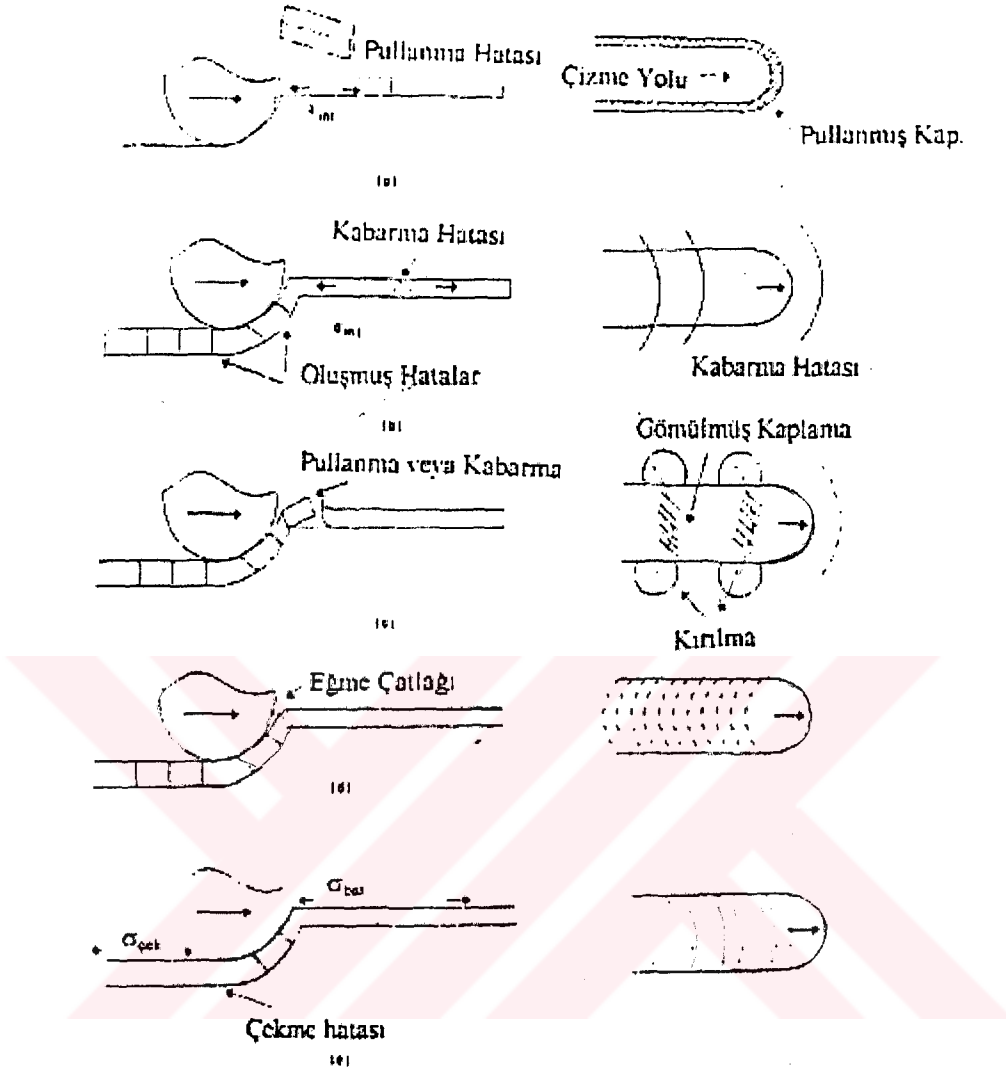
$W_{1,2}$: Adhezyonun yaptığı iş,

t_c : Kaplamanın kalınlığıdır.

4.18 eşitliğindeki adhezyonun yaptığı iş, 4.19 eşitliği ile belirlenebilir. 4.19 eşitliğindeki γ_1 ve γ_2 sırasıyla kaplamanın ve alt malzemenin yüzey enerjilerini gösterirken $\gamma_{1,2}$, ara yüzeyin spesifik serbest enerjisidir [12, 25].

$$W_{1,2} = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{1,2} \quad (4.19)$$

Burnett ve Rickerby yapmış oldukları çalışmalar neticesinde, çizme testi sırasında oluşan çeşitli hasar mekanizmalarını sınıflandırmışlardır [22]. Bu kişiler tarafından karakterize edilen hasar çeşitlerinin görünüşleri, Şekil 4.19'da şematik olarak verilmiştir. Şekil 4.19a ve b'de görülen pullanma ve kabarma hasarları, hareket eden batıcı uç önünde oluşan basma gerilmeleri neticesinde meydana gelir [22]. Pullanma hasarı, kaplamanın tamamen kalkmasıyla sonuçlanırken kabarma hasarı, batıcı ucun önünde belirli mesafelerde kaplamanın kalkmasıyla sonuçlanır [22]. Şekil 4.19c'de görülen kaplama hasarı ise pullanmaya benzer fakat pullanma nedeniyle kopan parçalardan çok daha ufak boyutlarda kaplama kalkması neticesinde oluşur [22]. Şekil 4.19d'de görülen düzlemsel hasar ise eğme nedeni ile batıcı ucun önünde, çizme izi içerisinde yarım dairesel çatlaklar oluşur [22]. Şekil 4.19e'de çatlaklar düzlemsel çatlakların tersine, batıcı ucun arkasında oluşan çekme gerilmeleri neticesinde meydana gelir [22].



Şekil 4.19. Çizme testi sırasında meydana gelen çeşitli hasar mekanizmaları [22]

4.6.3. Rockwell C testi

Rockwell C (Rc) testi, kaplamanın alt malzemeye olan yapışma kuvvetinin derecesini belirlemek amacıyla yapılan en basit deney sistemidir. Rc testi, normal Rockwell sertlik ölçme cihazlarında yapılmaktadır. Kaplı malzeme Rc test cihazına yerleştirildikten sonra, kaplama üzerine normal Rc sertlik ölçümlerinde kullanılan batıcı uca 150 kg'lık yükün uygulanması ile kaplamanın alt malzemeye yapışma kuvvetinin derecesinin belirlenmesinde kullanılan Rc testi yapılmış olur.

Rc testi uygulanmış kaplı malzeme yüzeyinde oluşturulan Rc izi daha sonra, mikroskop altında incelenir. Mikroskop altında yapılan incelemeler neticesinde, kaplama yüzeyinde çatlakların oluşup oluşmadığı veya kaplamanın alt malzeme yüzeyinden kalktığı bölgenin varlığı araştırılır.

4.7. Kaplamanın Renk Özellikleri

Dekoratif amaçlı olarak kullanılan kaplamaların renk karakterizasyonları yaygın olarak yapılmaktadır. Bu konu üzerinde yapılan araştırmalar kaplamaların yansıtma ve renk özelliklerinin, kullanılan prosesin tipine ve proses parametrelerine bağlı olarak değiştiğini göstermiştir [22].

Kaplamaların renk karakterizasyonları kullanılan renk ölçme cihazları ile kaplama parlaklığının (L^*), kırmızılığının (a^*) ve sarılığının (b^*) belirlenmesi ile gerçekleştirilir [14, 22].

4.8. Tribolojik Deney Sistemleri

Tribolojik ortamda görev yapacak olan, yüzeyleri sert seramik filmler ile kaplanmış malzemelerin performanslarının belirlenmesi amacıyla, kendi kullanım alanlarında yapılan performans deneylerinin hem pahalı olması hem de çok zaman gerektirmesinden dolayı, yüzeyleri kaplanmış malzemelerin Laboratuvar şartlarında sürtünme ve aşınma davranışlarının belirlenmesi için birtakım laboratuvar deney cihazları geliştirilmiştir. Bu deney cihazlarının kullanımı ile laboratuvar şartlarında, kısa bir zamanda, malzemelerin sürtünme ve aşınma davranışları belirlenebilir [12, 14, 18, 22].

Sürtünme ve aşınma deney sistemlerinin tasarlanmasında dikkat edilmesi gereken üç konu vardır. Bunlar;

1. Simulasyon,
 2. Hızlandırma,
 3. Numune hazırlama
- şeklinde sıralanabilir [18].

Yapılacak olan iyi bir simulasyon, malzemelerin gerçek çalışma ortamlarındaki şartların laboratuvar imkanlarına mümkün olduğunca taşınarak, gerçek ortam şartlarına yakın ortamlarda deneylerin yapılmasını mümkün kılar [18]. Başarılı bir simulasyon, gerçek sistemin fonksiyonları ile deney sisteminin fonksiyonları arasında benzerlik olmasını gerektirir [18]. Bu şekilde bir simulasyonun yapılabilmesi için laboratuvar şartlarında, karşılıklı bir tribolojik sistem oluşturan malzemelerin ve deney şartlarının mümkün olduğunca eşdeğer olması gerekir. Bilhassa karşılaşan malzemelerin temas şeklini belirleyen deney geometrisinin seçimi, dikkatli bir şekilde yapılmalıdır [18, 27].

Laboratuvar deney sistemlerinde gerçek uygulama alanlarında uzun süreler gerektiren performans çalışmaları, sisteme etkiyen yükün, hızın, sıcaklığın vb. parametrelerin artırılarak daha kısa sürelerde yapılmasını mümkün kılar [18]. Hızlandırma deneylerinden sonra, gerçek ortamlar ile simüle edilmiş ortam arasında, ampirik bir hızlandırma faktörü belirlenebilir [18]. Sonuç olarak performans çalışmaları daha kısa süreler içerisinde ekonomik olarak yapılabilir. Hızlandırılmış deney sistemlerinde, deney sisteminde yapılan değişikliklerin, simüle edilen sistemde etkin olan aşınma mekanizmasını değiştirmemesine dikkat edilmelidir [18].

Laboratuvar deneylerinin uygulanması neticesinde elde edilen sonuçların birbirlerine benzemesi açısından numune hazırlaması, oldukça önemli bir rol oynar. Karşılaştırılacak her iki malzeme için numune geometrisi, yüzey pürüzlülüğü, malzeme iç yapısı, homojenliği ve sertliği sıkı bir şekilde kontrol edilmelidir [18]. Benzer şekilde deneyin yapıldığı ortam ve ortam elemanları da kontrol edilmelidir. Örneğin abrazif aşınma deneylerinde kullanılan abrazif elemanların partikül boyutları, sıkı bir şekilde kontrol edilmelidir.

Yukarıda anlatılan sistemlere göre geliştirilen laboratuvar deney sistemleri;

1. Kayma sürtünmesi ve aşınma deneyleri,
2. Abrazif aşınma deneyleri,
3. Yuvarlanma temaslı yorulma deneyleri,
4. Korozyon deneyleri

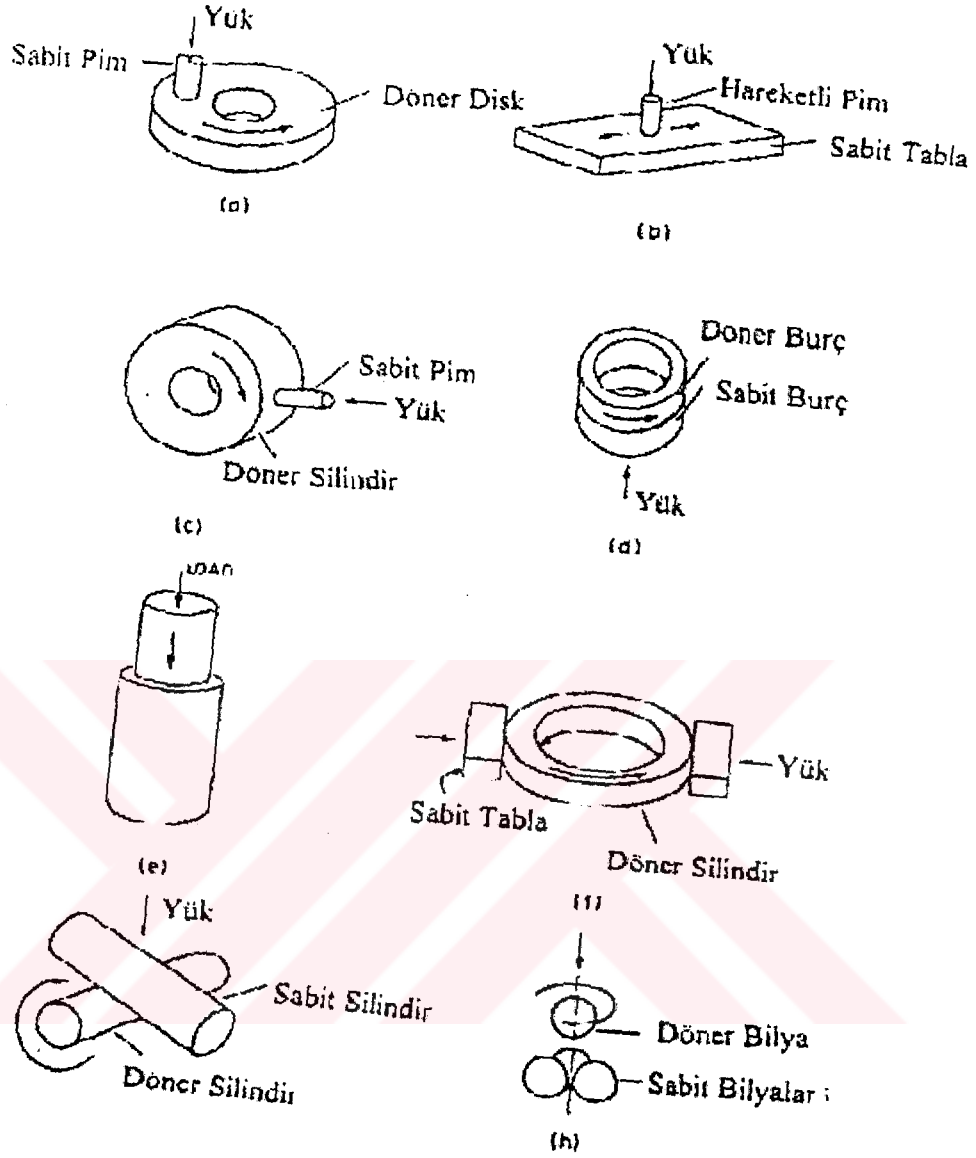
olarak sıralanabilir [12, 18, 24]. Bu test sisteminden özellikle kayma sürtünmesi ve aşınma deneyleri ile abrazif aşınma deneyleri yaygın olarak kullanılmaktadır.

4.8.1. Kayma sürtünmesi ve aşınması deney düzenekleri

Kayma sürtünmesi ve aşınma deney cihazları, malzemelerin birbirleri üzerinde kontrollü ortamlarda (yük, hız, sıcaklık, nem vs.) kaydırılması sırasında, malzemelerin sürtünme ve aşınma davranışlarını belirlemek amacıyla geliştirilmişlerdir. Şekil 4.20'de farklı temas geometrilerinde meydana getirilen kayma hareketiyle, malzemelerin sürtünme ve aşınma davranışlarını incelemek için geliştirilmiş deney sistemleri şematik olarak gösterilmiştir [18].

Disk üzerinde pim, tabla üzerinde pim ve silindir üzerinde pim deney sistemlerindeki temas şekli, disk veya tablanın karşısında pim veya bilya kullanılmasına göre sırasıyla düzlemsel ve noktasal olarak değişir. Alın altına burç ve boru içinde pim test geometrilerinde, sadece düzlemsel temas söz konusudur. Çapraz silindir geometrisinde eliptik bir temas meydana gelirken, dört bilya sisteminde sadece noktasal temaslar oluşur.

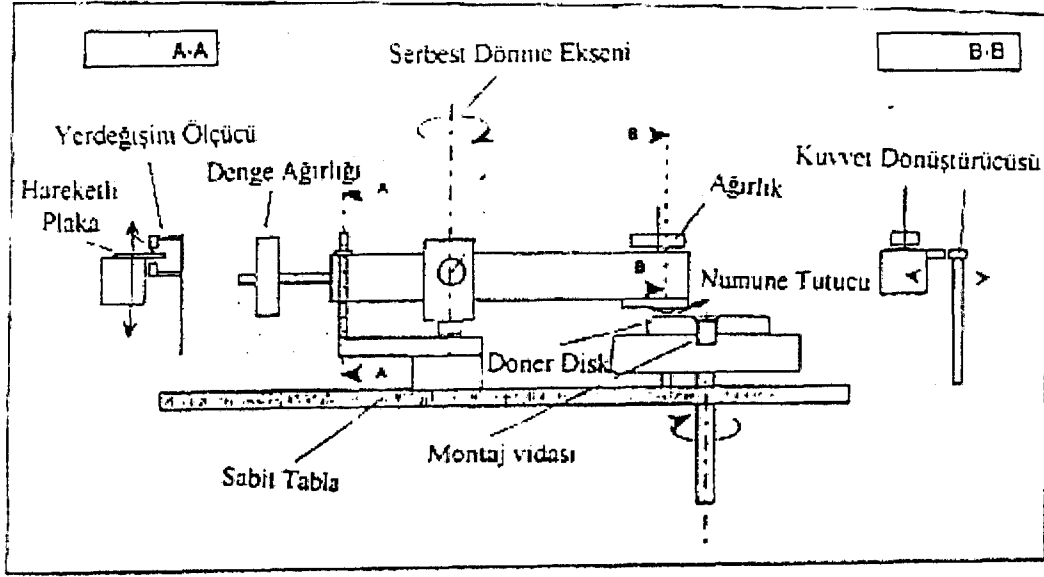
Bu test geometrileri içerisinde disk üzerinde bilya /pim sistemi, en yaygın olarak kullanılanıdır.



Şekil 4.20. Farklı temas geometrilerine sahip çeşitli sürtünme ve aşınma deney sistemleri [18]

4.8.1.1. Disk üzerinde bilya / pim deney cihazı ve deneyi

Şekil 4.21'de disk üzerinde bilya / pim cihazının şematik yapısı ayrıntılı olarak verilmiştir. Dönen bir disk üzerinde normal olarak etkiyen bir kuvvet altında kaydırılan bilya / pim ara yüzeyinde, teğetsel bir kuvvet (sürtünme kuvveti) oluşur. Oluşan teğetsel kuvvet, B-B kesiti boyunca yerleştirilen kuvvet ölçücü ve kuvvet dönüştürücüleri vasıtasıyla belirlenir. Bilya veya pim tutucu kolun dikey eksen boyunca yapmış olduğu yer değişimi A-A kesitine yerleştirilen kapasitanslarla belirlenir [14].



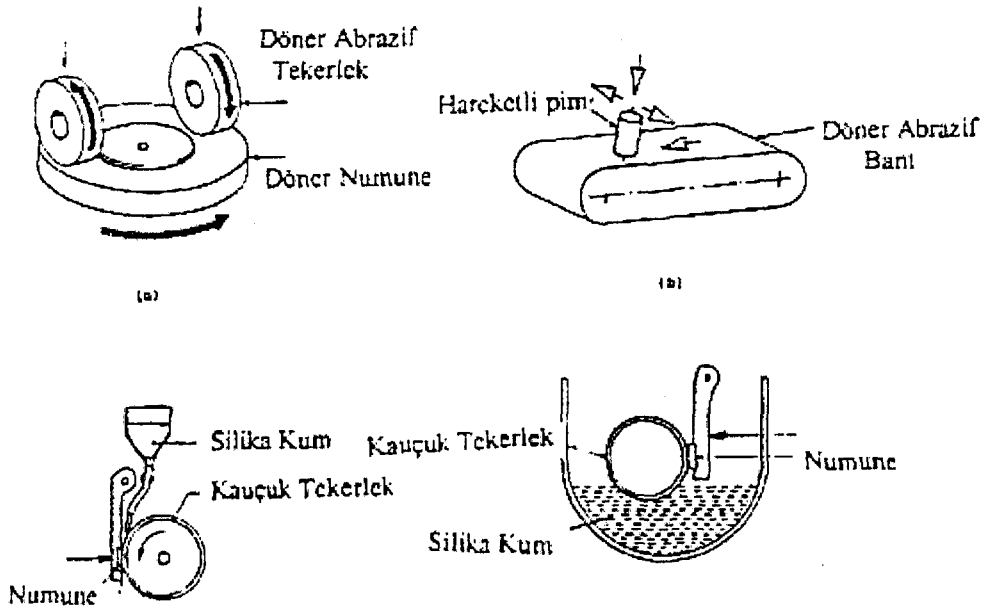
Şekil 4.21. Disk üzerinde bilya / pim deney cihazının şematik olarak yapısı [14]

Deney cihazının yönetimi, uygun olarak hazırlanan bilgisayar programları ile yapılmaktadır. Bu sayede hem cihazın kullanımı basitleştirilir hem de deney sırasındaki değişimler (sürtünme kuvveti ve katsayısı, dikey yer değişimi vs.) otomatik olarak kayıt edilmektedir [14].

Disk üzerinde pim deney cihazları, kontrollü ortamlarda deney yapabilmek için düzeneklerine sahiptirler. Örneğin koruyucu sistemler kullanarak, istenilen ortam şartları sağlanabilir. Ek bir sistem ile sistem ısıtılarak malzemelerin yüksek sıcaklıklardaki sürtünme ve aşınma davranışları belirlenebilir [14].

4.8.1.2. Abrazif aşınma deney sistemleri

Malzemelerin abrazif ortamlardaki aşınma davranışlarını incelemek amacıyla geliştirilmiş cihazlardır. Şekil 4.22'de çeşitli abrazif aşınma deney sistemleri verilmiştir. Bu deney sistemlerinde malzemeler, abrazif elemanlarla belirli kuvvetler altında etkileşime geçirilirler ve bu etkileşim neticesinde malzeme yüzeylerinde aşınma meydana gelir [50].



Şekil 4.22. Abrazif aşınma deney sistemleri [18]

Şekil 4.22a'daki abrasif aşındırıcılı tekerlek karşısında disk sisteminde, birbirlerine ters yönde dönen aşındırıcılı tekerlek ile disk arasında oluşan temas neticesinde diskin aşınma davranışı incelenir. Şekil 4.22b'de ise bant şeklinde hazırlanmış abrasif eleman karşısında belirli yükler altında abrasif bantla temasa geçirilen pimin aşınma davranışı incelenebilir ve abrasif bant üzerinde pim sistemi olarak adlandırılır. Şekil 4.22c ve d'de ise malzemelerin sırasıyla yaş ve kuru silika kumu karşısındaki aşınmalarını gözlemlemek amacıyla geliştirilmiş düzeneklerdir [50].

Abrazif aşınma deney sisteminde kullanılan aşındırıcı partiküllerin sertlikleri ve boyutları, kontrol altında tutulması gereken en önemli parametrelerdir.

BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. Numunelerin Hazırlanması

Deneysel çalışmalarda 316 L kalite Paslanmaz çelik kullanılmıştır. Bu çeliğe ait özellikler Tablo 5.1’de verilmiştir. Öncelikle numuneler 40 mm çapında ve 7 mm kalınlığında silindirik diskler halinde kesilmiş daha sonrada, Jean Wirtz PHOENIX 4000 markalı otomatik parlatma cihazında, kaba ve ince zımpara ile numunenin bir yüzeyi zımparalanmış, akabinde 0.1 μm ’lik elmas hamuru ile parlatması yapılmıştır.

Parlatılmış diskler üzerinde İyon implantasyonu ve PVD (Fiziksel Buhar Biriktirme) yüzey modifikasyon işlemleri yapılmıştır. Bir kısım numuneye ise karşılaştırabilmek amacıyla hiçbir işlem uygulanmamıştır.

İyon implantasyonu uygulaması IS 800C cihazında, 10^{-6} Torr vakum, 2.10^{17} elektron doz, 50 keV hızlandırma voltajı, şartlarında :

- 316 L Paslanmaz Çelik üzerine TiN
- 316 L Paslanmaz Çelik üzerine Zr
- 316 L Paslanmaz Çelik üzerine N_2

şeklinde yapılmıştır.

PVD (Fiziksel Buhar Biriktirme) işlemi; CC 800/9 cihazında, 450 C^0 kaplama sıcaklığında, 10^{-5} Torr vakum şartlarında, 316 L Paslanmaz Çelik üzerine TiN ve Tinalox kaplaması uygulanmıştır. Bundan sonra tribolojik testlere geçilmiştir.

Tablo 5.1. 316 L Ostenitik paslanmaz çeliğe ait fiziksel ve kimyasal özellikler

KOMPOZİSYON (%)	C : 0.03 max. Mn : 2 max. Si : 1 max. P : 0.04 max. S : 0.03 max. Cr : 16 – 18 Ni : 10- 14 Mo : 2 – 3
FİZİKSEL ÖZELLİKLER Özgül Ağırlık (g/cm ³) Ergime Noktası (°C) Isı İletkenliği (100 °C) (kcal / h.cm.°C) Genleşme Katsayısı (0-100°C) (°C ⁻¹) Isınma Isısı (0-100°C) (kcal / kg °C) Özdirenç (20°C) (μΩ-cm)	8.03 1370 – 1400 14.0 16.2 x 10 ⁻⁶ 0.12 74
ISIL İŞLEM Tavlama Sıcaklığı (°C) Gerilim Alma Sıcaklığı (°C)	1010 – 1120 200 – 400
İŞLENME ÖZELLİKLERİ Dövme Sıcaklığı (°C) İşlenebilmesi	1205 Orta,Sert
KAYNAK ÖZELLİĞİ	Çok İyi
KOROZYON MUKAVEMETİ	Standart paslanmaz çeliklerin en iyisi. Asitlere deniz suyuna dayanıklı. Kaynaktan ileri gelen moleküller arası korozyon yok
KULLANIM YERLERİ	Ağır korozyon koşullarının bulunduğu ve yüksek sıcaklıkta gerilim altında çalışan parçalarda. Vücut içinde kalça protezi olarak.

5.2. Sürtünme Deneyi

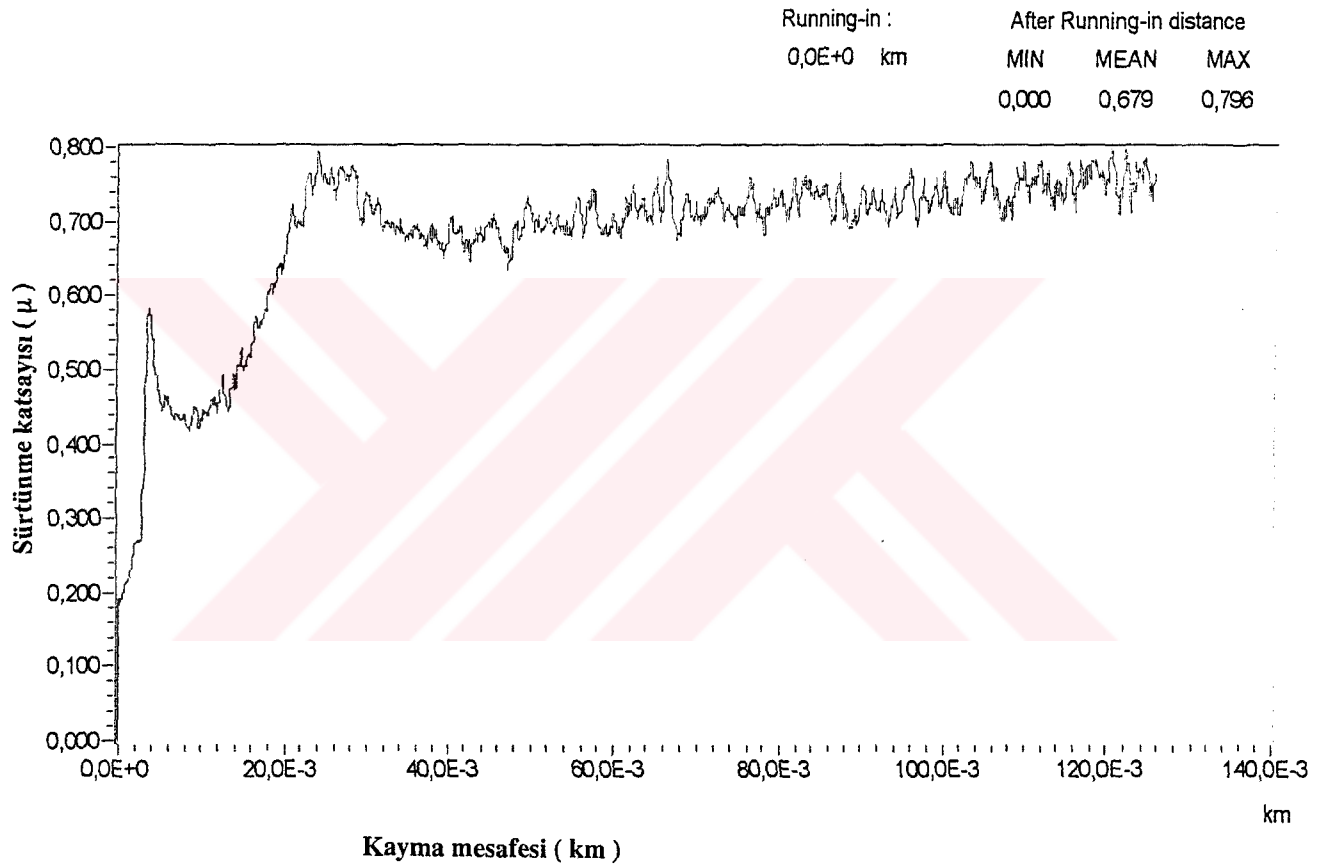
Deney Tribotester, S/N: 07-128 CSEM marka cihazda, sürtünme katsayısını tespit etmek ve sürtünmeyi incelemek için, yapılmıştır. Deneyde Al₂O₃ (Alumina) bilya ile hazırlanmış olduğumuz deney örnekleri, birer birer sürtünme deneyine tabi tutulmuştur. Sonuçlar sırasıyla Şekil 5.1, 5.2, 5.3, 5.4, 5.5, 5.6'da verilmiştir.

5.3. Aşınma Deneyi

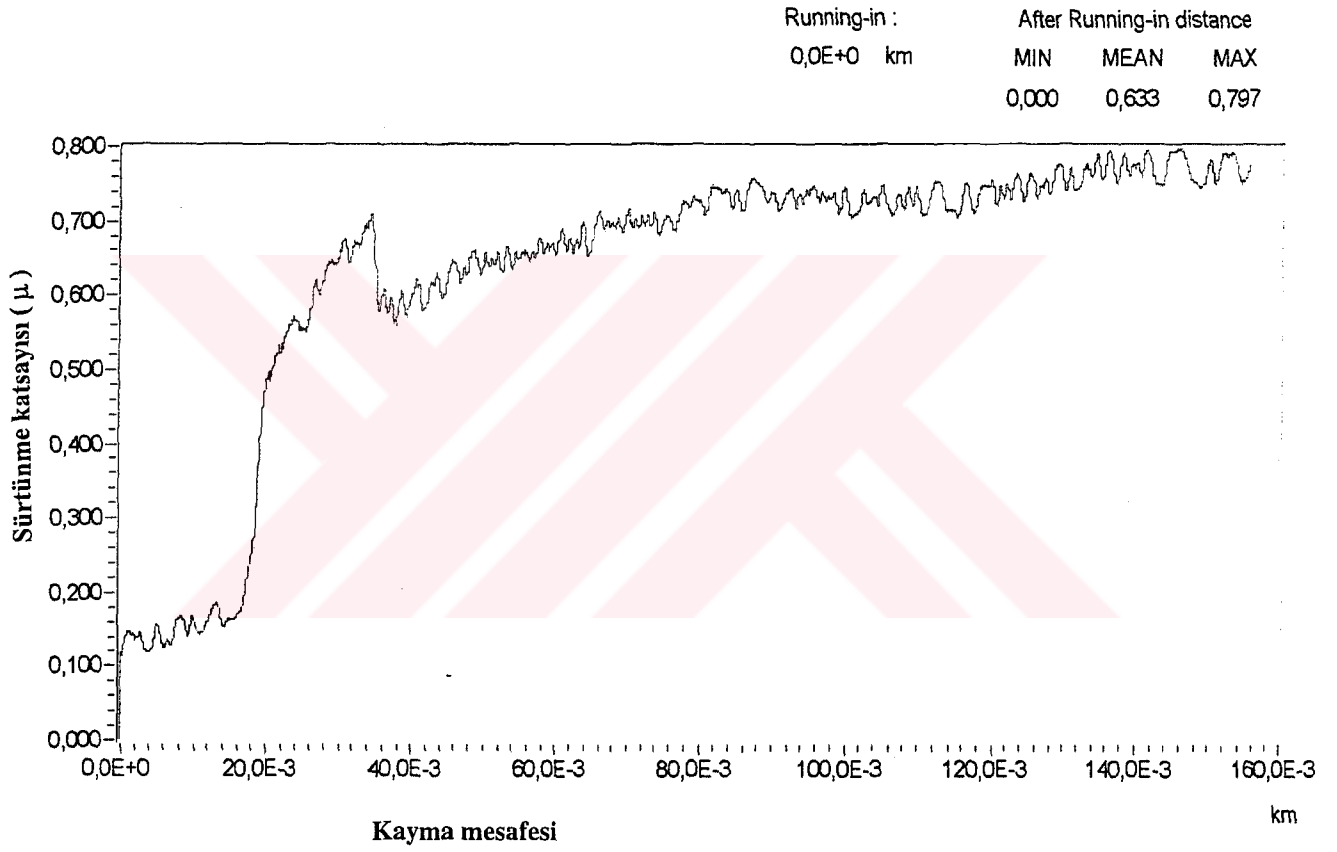
Bu deney hazırlanmış olan örneklerin aşınma miktarlarını (volümetrik olarak) tespit etmek amacıyla, Tribotester S/N: 07-128 CSEM marka cihazda, yapılmıştır.

Aşınma izlerinin, Mitutaya marka profilometrede taranmasından, aşınma profilleri çıkarılmış ve bunların yardımıyla da volümetrik aşınma miktarları tespit edilmiştir. Disk üzerine Al_2O_3 (Alumina) bilya, 1 N yük, 10 cm/s çevresel hız ve 6 mm çapta 4250 dönme, şartlarında gerçekleştirilen aşınma sonuçları Tablo 5.2'de toplu olarak verilmiştir.

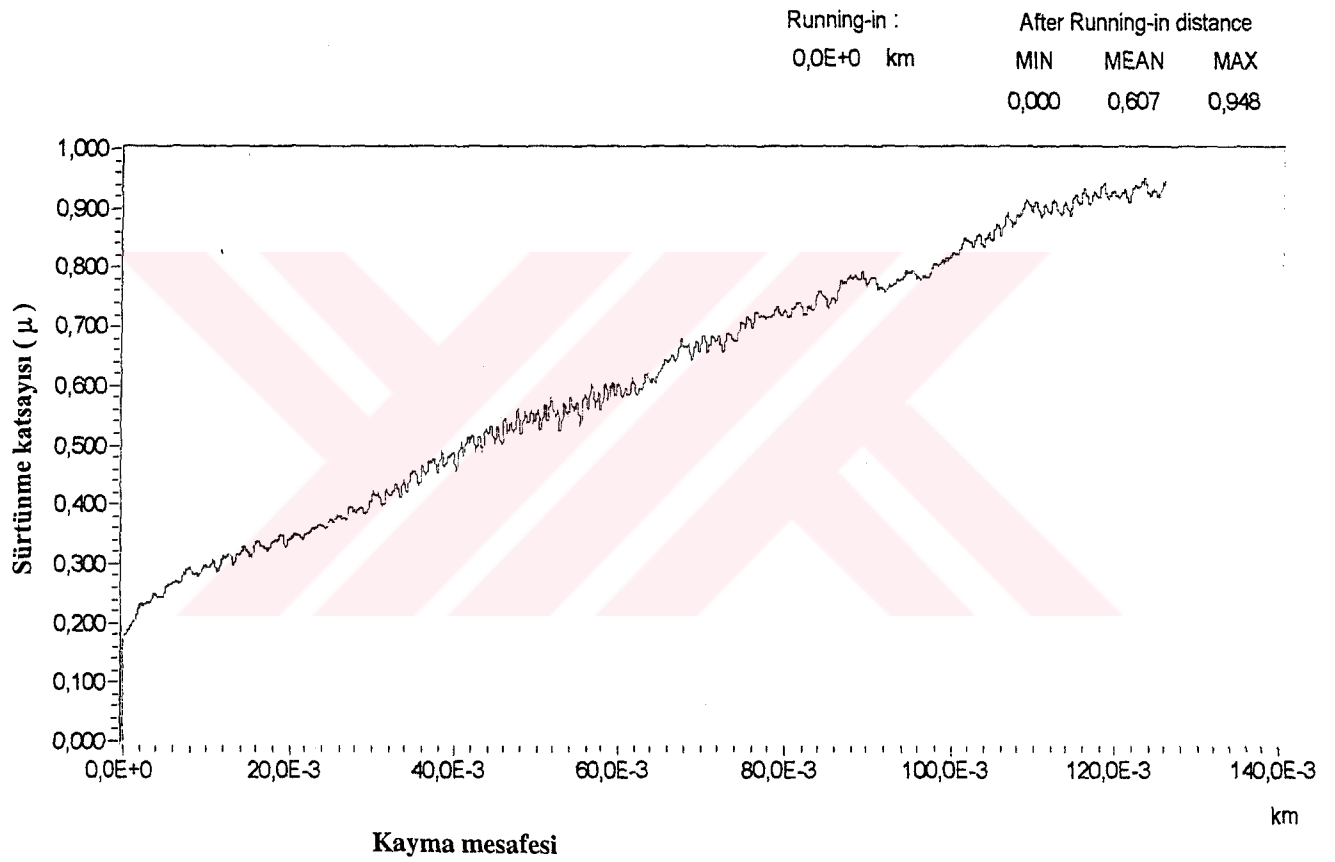
316 L Paslanmaz Çelik üzeri TiN PVD kaplamaya ait aşınma izi Resim 5.1'de, Tinalox PVD kaplamaya ait aşınma izi Resim 5.2'de, N_2 implantasyonu yapılmış örneğe ait aşınma izi Resim 5.3'de, Zr implantasyonu yapılmış numunenin aşınma izi Resim 5.4'de, TiN implante edilmiş örneğin aşınma izi Resim 5.5'de, hiçbir kaplama işlemi görmemiş numuneye ait aşınma izi Resim 5.6'da, PVD Tinalox kaplı disk ile alumina (Al_2O_3) top aşınmasındaki kürenin aşınma izi Resim 5.7'de verilmiştir



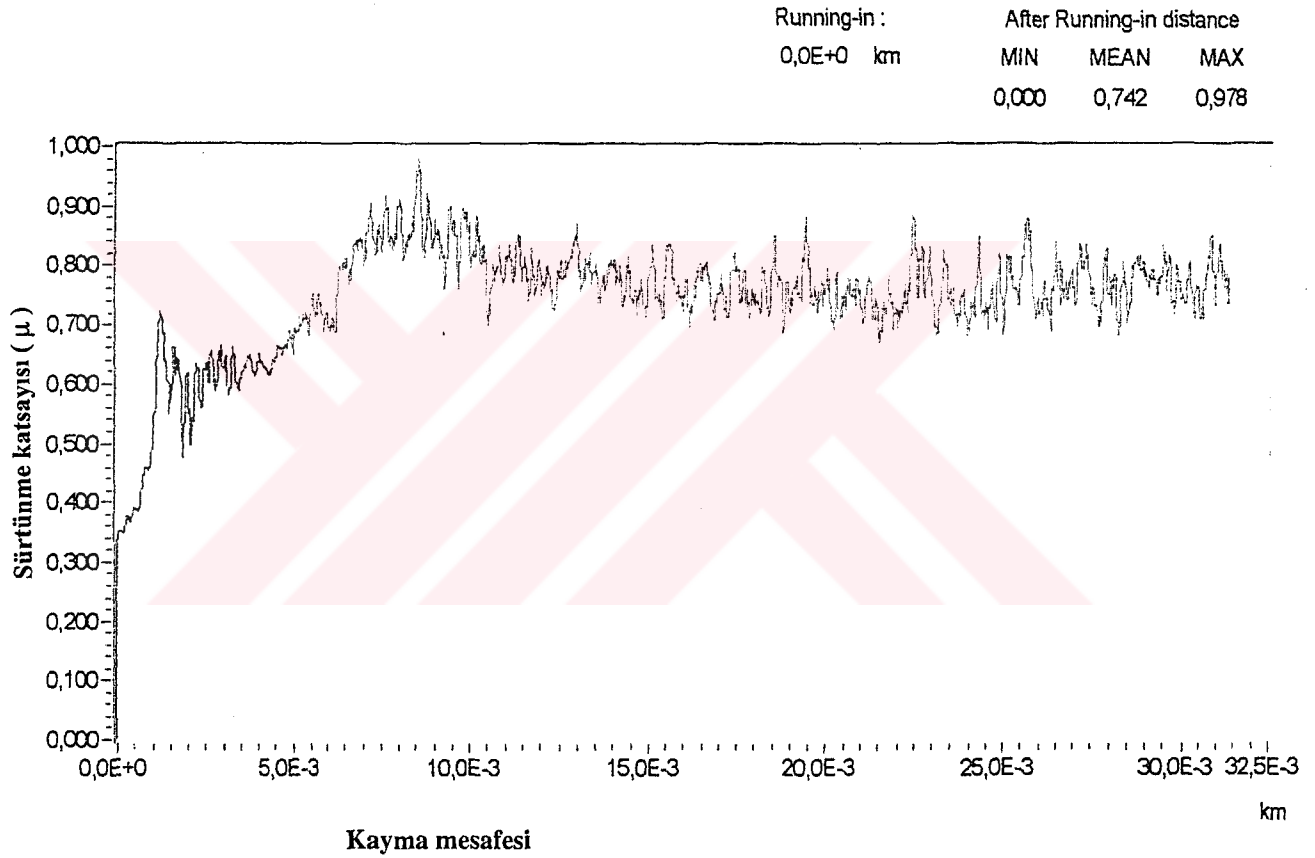
Şekil 5.1. 1 N yük, 10 cm/s hız ve 4 mm radyusta alınan 316 L Paslanmaz çeliğin sürtünme deney sonucu



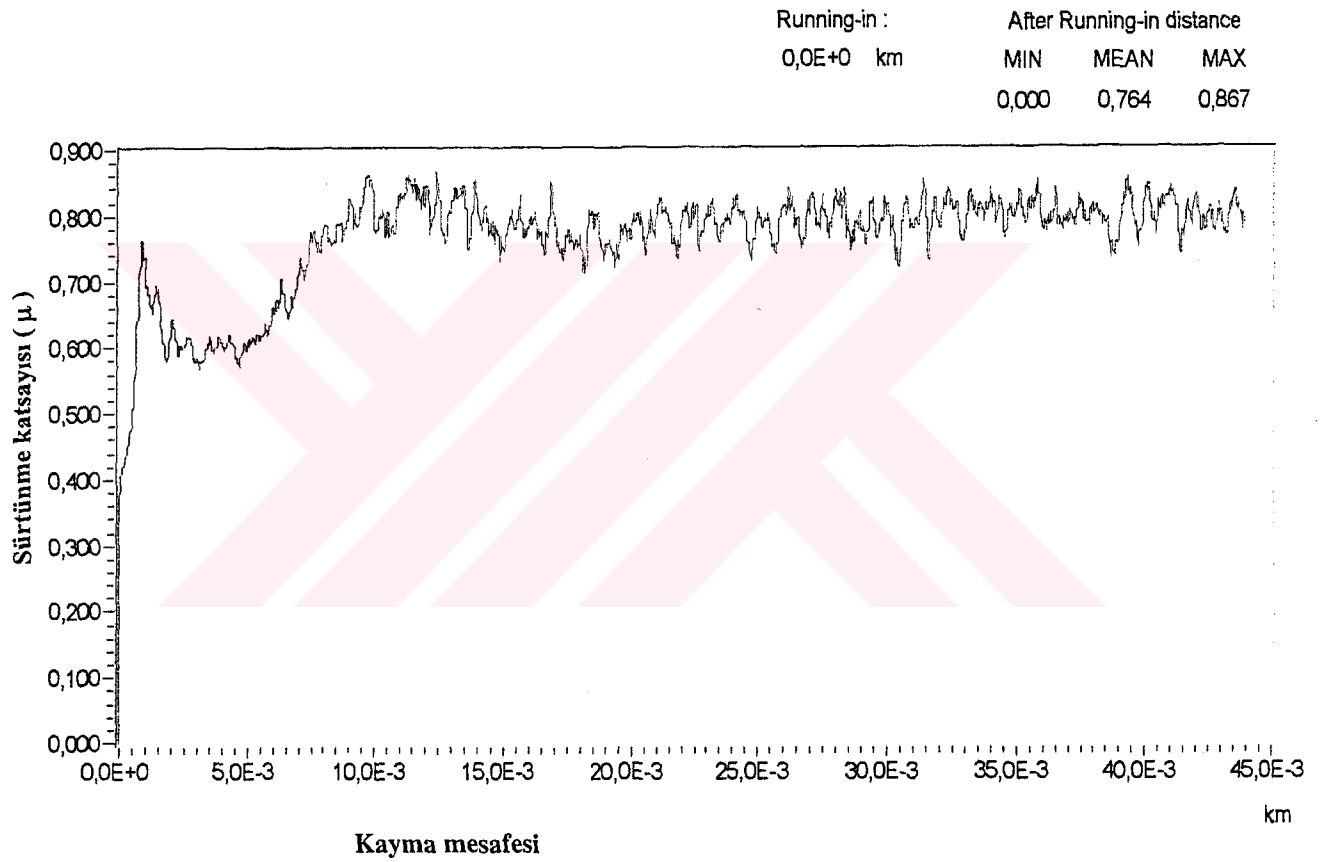
Şekil 5.2. 1 N yük, 10 cm/s hız ve 6 mm radyusta alınan, yüzeyi 2.10^{17} dozda N_2 ile implante edilmiş 316 L paslanmaz çeliğin sürtünme deney sonucu



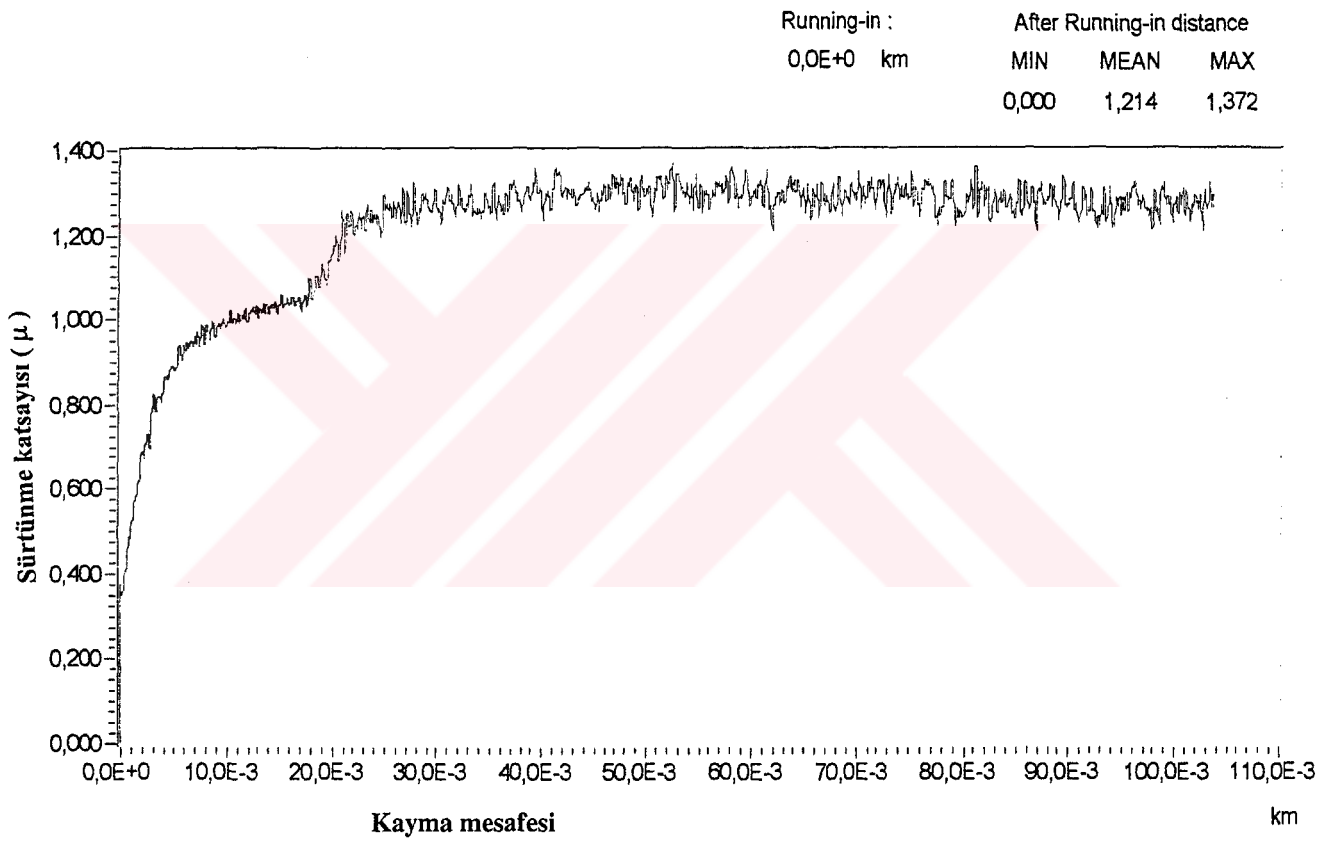
Şekil 5.3. 1 N yük, 10 cm/s hız ve 4 mm radyusta, yüzeyi PVD yöntemiyle TiN kaplanmış 316 L paslanmaz çeliğin sürtünme deney sonucu



Şekil 5.4. 1 N yük, 2 cm/s hız ve 5 mm radyusta alınan, yüzeyi $2 \cdot 10^{17}$ dozda TiN ile implante edilmiş 316 L paslanmaz çeliğin sürtünme sonucu



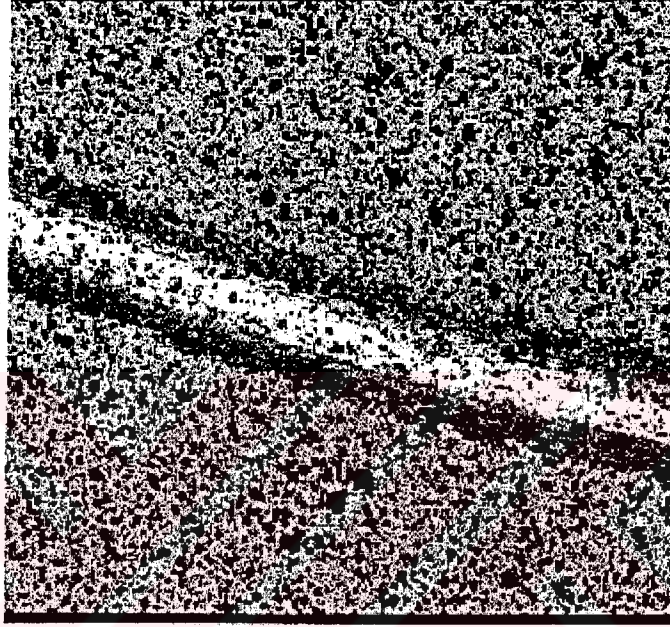
Şekil 5.5. 1 N yük, 2 cm/s hız ve 7 mm radyusta alınan, yüzeyi $2 \cdot 10^{17}$ dozda Zr ile implante edilmiş 316 L paslanmaz çeliğin sürtünme sonucu



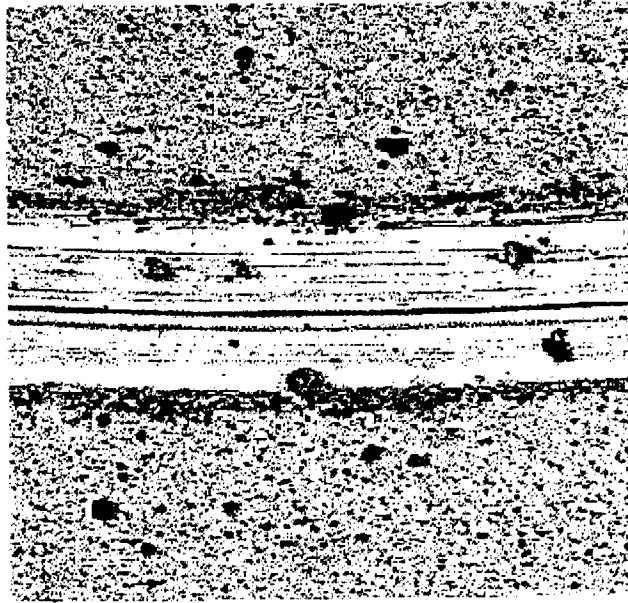
Şekil 5.6. 1 N yük, 10 cm/s hız ve 4 mm radyusta alınan, yüzeyi PVD yöntemiyle Tinalox kaplanmış 316 L paslanmaz çeliğin sürtünme deney sonucu

Tablo 5.2. Disk üzerine alumina bilya, 1N yük, 10 cm/sn çevresel hız ve 6 mm çap üzerinde 4250 dönme şartlarında gerçekleştirilen, aşınma deneyinin toplu sonuçları

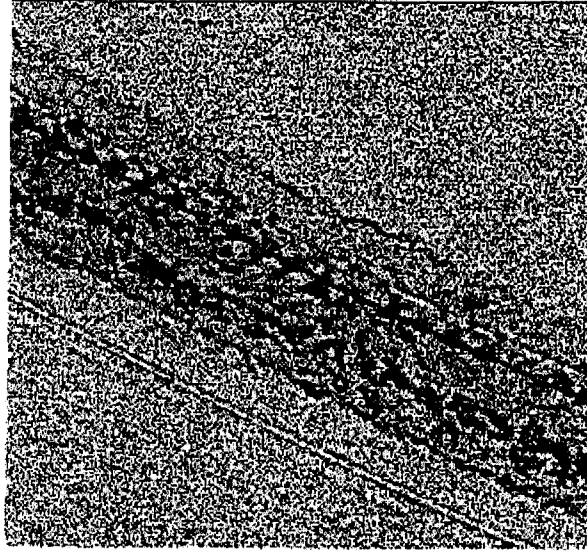
Aşınma Miktarı	316 L SS Kaplamasız	316 L SS N ₂ İmplantas.	316 L SS TiN İmp.	316 L SS Zr İmp.	316 L SS Tinalox PVD	316 L SS TiN PVD
cm ³	5.3 10 ⁻⁵	6.64 10 ⁻⁶	5.1 10 ⁻⁶	6.5 10 ⁻⁶	3.21.10 ⁻⁶	5.63 10 ⁻⁶



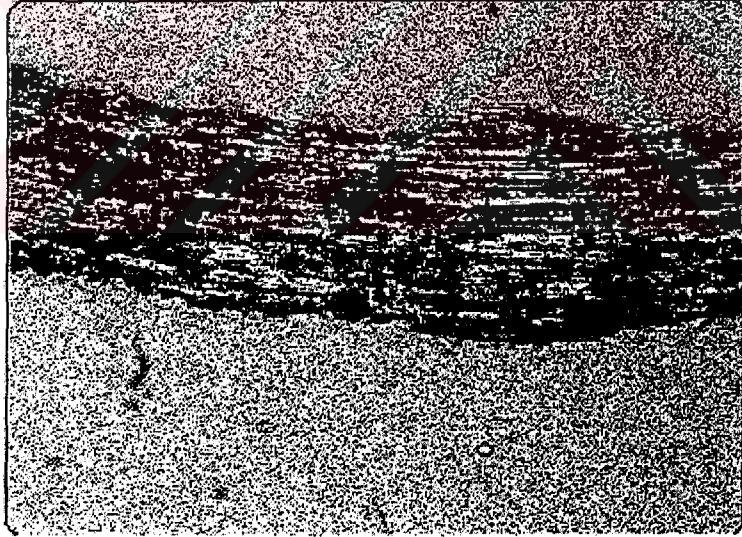
Resim 5.1. 316 L paslanmaz çelik üzeri TiN PVD kaplamanın aşınma izi (5x)



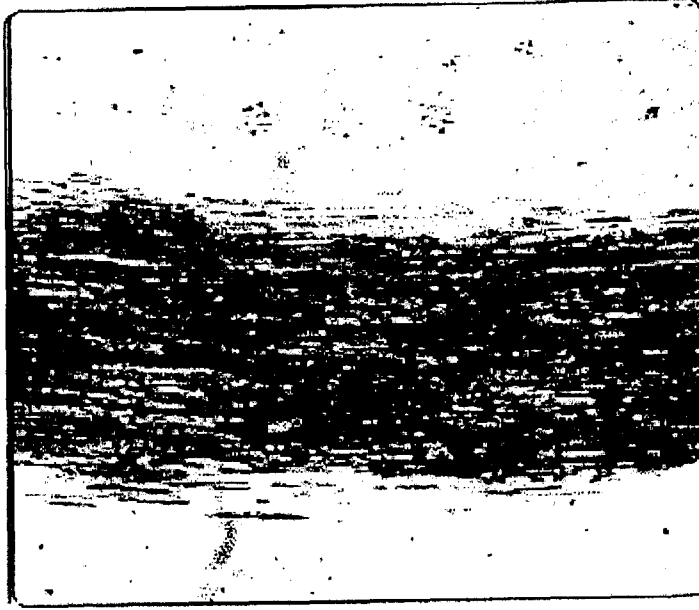
Resim 5.2. 316 L paslanmaz çelik üzeri Tinalox PVD kaplamanın aşınma izi (5x)



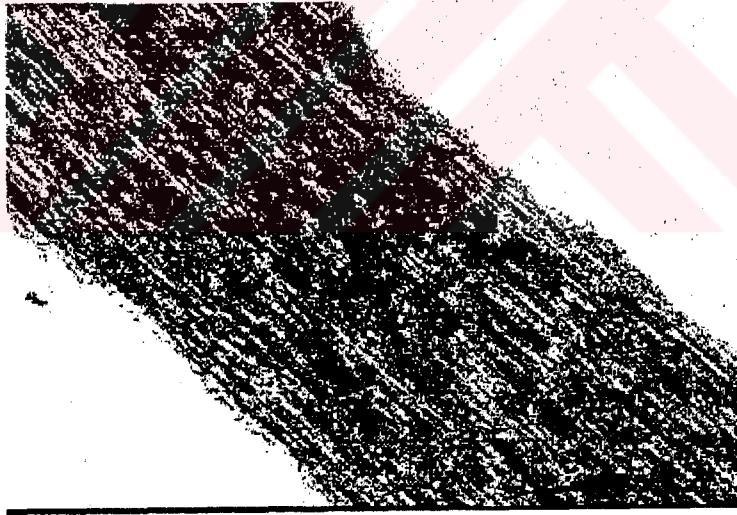
Resim 5.3. 316 L paslanmaz çelik üzerine N₂ implantasyonu yapılmış örneğin aşınma izi (5x)



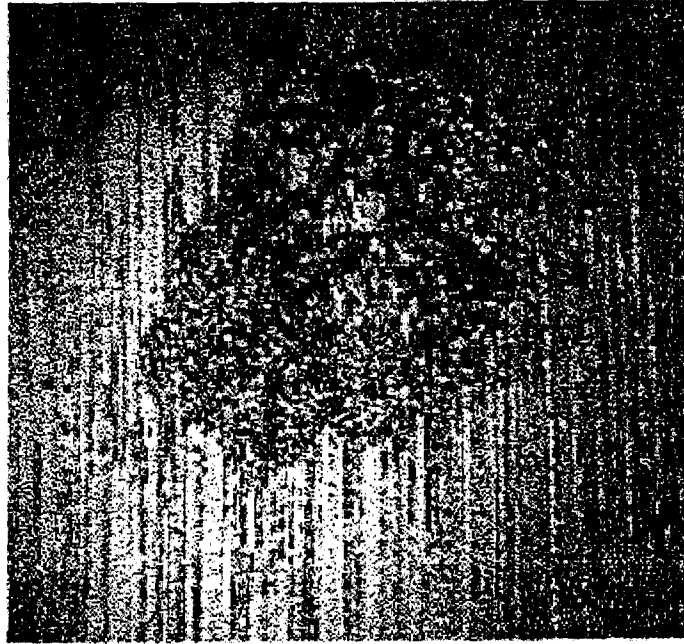
Resim 5.4. 316 L paslanmaz çelik üzerine Zr implantasyonu yapılmış örneğin aşınma izi (5x)



Resim 5.5. 316 L paslanmaz çelik üzerine TiN implantasyonu yapılmış örneğin aşınma izi (5x)



Resim 5.6. 316 L paslanmaz çeliğe ait aşınma izi (5x)



Resim 5.7. PVD Tinalox kaplı diskin alumina top (Al_2O_3) ile aşındırılmasında, topta oluşan aşınma izi (5x)

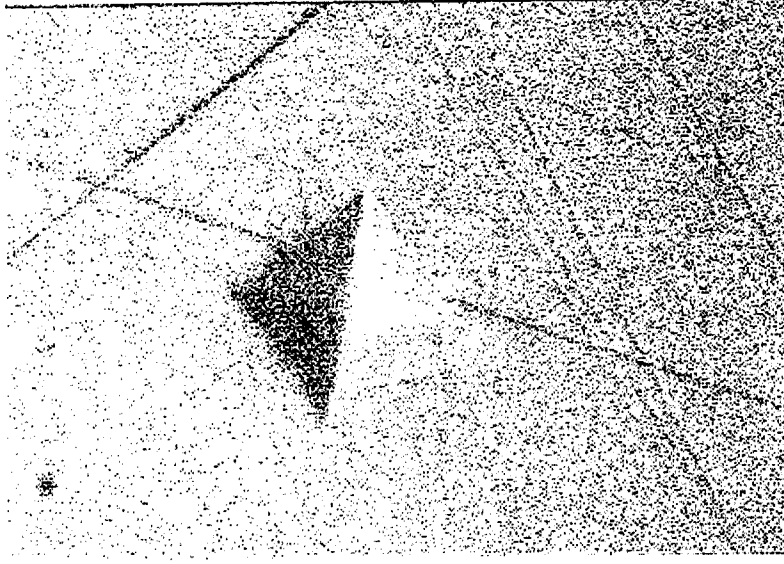
5.4. Nanoindentasyon Sertlik Deneyi

Her bir örneğin yüzeylerindeki sertliği belirlemek amacıyla yapılan deneyde CSEM Nano-Hardness Tester S/N: 4-113 markalı cihaz kullanılmıştır. Elde edilen sertlik değerleri Tablo 5.3'de verilmiştir.

Tablo 5.3. Nanoindentasyon sertlik deney sonuçları

Sertlik Bilgileri	316 L SS Kaplamasız	316 L SS N_2 İmplant.	316 L SS TiN İmp.	316 L SS Zr İmp.	316 L SS Tinalox PVD	316 L SS TiN PVD
Hv (Vickers Sertliği)	326	1960	2447	1546	3753	2543

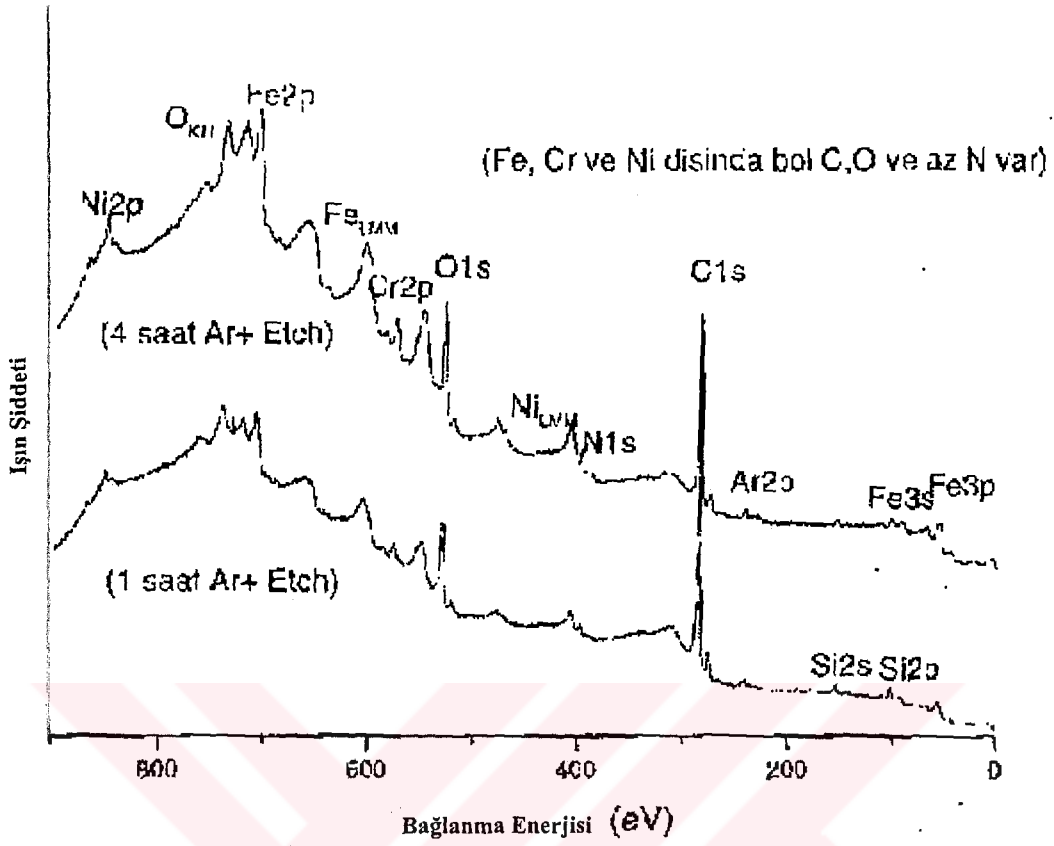
N_2 implantasyonu yapılmış malzeme yüzeyinde sertlik ölçümü esnasında oluşan Hv piramit izi Resim 5.8'de görülmektedir.



Resim 5.8. N₂ implantasyonu yapılmış numune yüzeyinde, sertlik ölçümünde oluşan vikers piramit izi
(5x)

5.5. X Işını Difraksiyon Testi

Deneyde PW 3710 X cihazı kullanılmıştır. Deney sonucunda elde edilen elementer analiz grafiği Şekil 5.7'de görülmektedir.



Şekil 5.7. Azot implante edilmiş numunenin X ışını difraksiyon test sonucu

BÖLÜM 6.DENEY SONUÇLARI

Bu çalışmaların neticesinde aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

1. Sürtünme deneyleri sonucunda:

a) 316 L paslanmaz çelik üzerine yapılan iyon implantasyonunda;

- i) Azotla yapılan implantasyonda, sürtünme katsayısı 0.80'den 0.12'ye düşmüş, yani; yaklaşık olarak, sürtünme katsayısında 1/7 oranında bir azalma elde edilmiştir.
- ii) Zirkonyum ile yapılan implantasyonda sürtünme katsayısı 0.80'den 0.38'e düşmüş. Yaklaşık 1/2 oranında azalma elde edilmiştir.
- iii) TiN ile yapılan implantasyonda sürtünme katsayısı 0.80'den 0.26'ya inmiş, yani; yaklaşık 1/3 oranında düşüş temin edilmiştir.

b) 316 L paslanmaz çelik üzerine yapılan PVD ile kaplamada:

- i) TiN ile yapılan PVD kaplamada, sürtünme katsayısı 0.80'den 0.24'e inmiş, yani; 2/7 oranında azalma elde edilmiştir.
- ii) Tinalox ile yapılan PVD kaplamada sürtünme katsayısı 0.80'den 0.28'e inmiştir. Sürtünmedeki düşüş 1/3 olmuştur.

2. Aşınma deneyleri sonucunda:

a) İmplantasyon işlemine tabi tutulmuş numunelerde;

- i) Azot implante edilmiş 316 L paslanmaz çelikte, herhangi bir işlem görmemiş olan numuneye nazaran aşınma miktarı 1/8 oranında azalmıştır.
- ii) Zirkonyum implante edilmiş örnekte aşınma değeri ana malzemeye göre 1/8 oranında daha azdır.
- iii) TiN implantasyonuna tabi tutulmuş örnekte ise bu oran 1/10 olarak gerçekleşmiştir.

b) 316 L paslanmaz çelik üzerine yapılan PVD kaplamalarda ise:

- i) TiN PVD kaplamada aşınma miktarı işlem görmemiş olana nispeten 1/10 daha az olmuştur.
- ii) Tinalox PVD kaplamada daha yüksek sertlik değerlerine ulaşıldığından dolayı aşınmadaki azalma 1/17 olmuştur.

3. Nanoindentasyon sertlik deneyinde:

- a) Yüzeyi implantasyona tabi tutulmuş örneklerde;
 - i) Azot implante edilmiş numunede sertlik ana malzemeye göre 6 kat artmıştır.
 - ii) TiN implante edilmiş örnekte, sertlik değerindeki artış miktarı 7.5 kat olmuştur.
 - iii) Zirkonyum ile implantasyona tabi tutulmuş numunede ise bu artış yaklaşık 5 kat olarak gerçekleşmiştir.

b) Malzeme yüzeyi PVD kaplama yöntemiyle modifiye edilen örneklerde;

- i) TiN PVD kaplaması uygulanmış 316 L paslanmaz çelikte oluşan sertlik artışı işlem görmemiş aynı çeliğin 7.8 katıdır.
- ii) Tinalox PVD kaplama yapılmış örnekte ise bu değer 11.5 kata kadar ulaşmıştır.

Yukarıda elde edilen sonuçlardan da anlaşılacağı üzere, malzeme yüzeyinin modifikasyonu, malzemenin morfolojisini etkilemekte, yüzeyde sert bir kaplama filmi oluşturmakta ve dolayısıyla malzemenin tribolojik özelliklerinde iyileştirme sağlamaktadır.

4. X ışını difraksiyon testi modifiye olmuş malzemenin yüzeyindeki elementer dağılımı görmek amacıyla yapılmıştır. Azot implante edilmiş 316 L kalite paslanmaz çelik yüzeyinde ana malzemenin bileşenleri olan demir, krom ve niklele sırasıyla rastlanmış ve bunun devamında da azot, karbon ve oksijen gözlemlenmiştir.

BÖLÜM 7. SONUÇLARIN İRDELENMESİ

7.1. Sürtünme Sonuçlarının İrdelenmesi

Sürtünme deneyi grafiklerinden de anlaşılacağı üzere, sabit bilyanın dönen disk üzerine ilk temasının sağlanmasından sonra, sürtünme noktasal olarak sabit yük altında başlatılmaktadır.

Şekil 5.1'de görülen paslanmaz çeliğe ait sürtünme deneyi grafiğinde 20 m'lik sürtünme boyunca, çelik yüzeyinde oluşan oksit filmi yırtılmış ve bu esnada sürtünme katsayısı düşük seviyede seyretmiştir. Ana malzeme ile bilyanın tam anlamıyla teması sağlandıktan sonra, sürtünme katsayısı 0.68 olduğu gözlemlenmiştir.

Paslanmaz çelik üzerine yapılan Azot implantasyonu sonrası sürtünme katsayısı 0.63 olarak belirlenmiştir. Şekil 5.2'den anlaşılacağı üzere; sürtünme katsayısı, 20 m'lik sürtünme mesafesi boyunca 0.14 seviyesinde kalmış, hemen akabinde keskin bir yükseliş göstermiştir. Bu yükselmenin temel nedeni; yüzeydeki nitrür filminin aşınmanın etkisiyle yırtılarak ana malzemeye geçişin başlamasıdır.

Şekil 5.3'de görülen, TiN PVD kaplanmış yüzeydeki sürtünme (ortalama $\mu=0,61$) grafiğinin sürekli artışının nedeni olarak; aşınma esnasında malzeme yüzeyine sıvanan ve adhesif kuvvetlerin artmasına sebebiyet veren ve zamanla aşınma izi boyunca yığılmalar oluşturan, numune ve bilyadaki partikül kopmaları gösterilebilir.

Şekil 5.4'de TiN implante edilmiş numune yüzeyinde, sürtünme katsayısındaki değişim görülmektedir. Yine sürtünme, TiN filmi yırtılıncaya ve bilya yüzeyindeki aşınma nedeniyle, noktasal temastan yavaş yavaş yüzeysel temasa geçinceye kadar,

0.60 seviyelerinde kalmış, malzeme yüzeyinden kopan partiküller ve adhesiv yapışma kuvvetlerindeki değişim nedeniyle yükselerek 0.74 seviyesine gelmiştir.

Şekil 5.5’de Zr implante edilmiş numunenin sürtünme grafiğine dikkat edilirse, sürtünme başlangıcında sürtünme katsayı ani bir pik yaparak 0.78’i göstermiş daha sonra 0.60’a düşmüştür. Bunun nedeni ilk hareket esnasında oluşan kayma temasının sağlandığı anda meydana gelen vuruntudur. Zr film yırtıldıktan sonra sürtünme katsayısı 0.76 seviyesinde dengelenmiştir.

Sürtünme katsayısı, kesme ve basınç altındaki temas bölgesinde, malzemenin zayıflayan kısımlarının plastik akışa karşı gösterdiği direnç oranı olarak tanımlanır [41].

İmplantasyon iyonlarının büyük bir kısmı sürtünme katsayısında bir azalma meydana getiriyorlar. Hartley ve diğerleri yaptıkları çalışmalarda; bu azalmanın oluşmasında görülen hakim davranışı, iyon implantasyonu yapılmış bölgelerdeki oksit filmi oluşumunun teşviki ile, kesme dayanımının zayıflaması olarak kabul etmişlerdir [42].

Şekil 5.6’da Tinalox ile yapılan PVD kaplamalarda sürtünme katsayısındaki (film başlangıcı $\mu=0.9$) artış iki mekanizma ile açıklanabilir. Birinci olarak; iyon implantasyonunun kimyasal bir reaksiyon olması nedeniyle adhesiv kuvvetlerde meydana gelen değişim. İkinci olarak; bilya hareketi nedeniyle yüzey deformasyon miktarındaki artış ve buna bağlı olarak gelişen pürüzlülüğün artması gibi yüzey morfolojisindeki değişiklikler sıralanabilir [43].

7.2. Aşınma Sonuçlarının İrdelenmesi

Aşınma deneyleri tüm numuneler için: 6 mm çapta 4250 dönme, 10 cm/s çizgisel hız, 1 N yük ve oda sıcaklığı şartlarında gerçekleştirilmiştir. Disk üzerinde bilya aşınma deneyinde, herhangi bir işlem görmemiş alt malzemedeki volumetrik aşınma miktarı: 53.10^{-6} cm³ olarak, mekanik profilometre yardımıyla, hesaplanmıştır. Resim 5.6’dan da görüldüğü üzere seramik bilya disk üzerinden kazıyarak, yani; abrasiv aşınma yapmıştır.

Azot implantasyonu yapılmış örnekte volumetrik aşınma miktarı $6.64 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3$ olarak tespit edilmiştir. İşlem görmemiş numuneye nazaran % 87 daha az aşınma göstermiştir. Bunun nedeni olarak da, malzeme yüzeyinde implantasyon sonucu oluşan sert nitürler, katı çözelti sertleşmeleri, yüzeyin hemen altında oluşan, kristal boyutundaki tane küçülmeleri, iç gerilmelerin artması ve boşlukların çoğalması [44] gibi nedenler sıralanabilir.

Zr implantasyonu yapılmış örnekteki aşınma miktarı $6.5 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3$ olarak tespit edilmiştir. İşlem görmemiş malzeme ile karşılaştırıldığında % 85 oranında daha az aşınma olduğu belirlenmiştir. Bu azalma, yukarıdaki nedenlere ilave olarak seramik benzeri bir yapının yüzeyde teşekkülü ile açıklanabilir.

Malzemelerin aşınma dirençlerindeki artış iki ana temele dayandırılabilir:

1. Sürtünme yüzeyinin sertliğindeki artış
2. Sürtünen yüzeyler arasındaki adhesiv bağları oluşturan kuvvetlerin azaltılması [31].

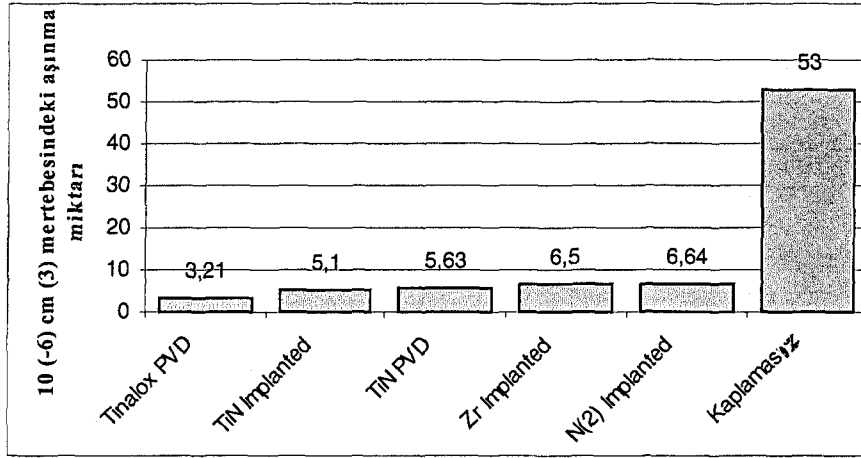
TiN implante edilmiş örnekteki volümetrik aşınma miktarı; $5.1 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3$ ve aşınmadaki azalma, ana malzemeye göre, % 90 olarak bulunmuştur. Yine, malzeme yüzeyinde oluşan sert TiN filmi ve modifiye olmuş yüzeydeki yeni yeni alaşım formasyonu etkileri bu azalmanın temel nedenleri olarak açıklanabilir.

Aşınma direncindeki iyileşmenin nedenleri; implantasyon sırasında birçok sert faz oluşumu, beraberinde gelişen tane küçülmesi, yüksek dislokasyon yoğunluğu ve dislokasyonların birbiri içine girerek kilitlenmeleri şeklinde sıralanabilir [45].

TiN PVD kaplamada aşınma miktarı $5.63 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3$ ve aşınma oranı %90'dır. Aşınmadaki bu azalma yukarıda anlatılan benzer mekanizmalar ile açıklanabilir.

Tinalox PVD kaplamada volümetrik aşınma miktarı $3.21 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3$ ve aşınmadaki azalma oranı % 95 olarak bulunmuştur. Bu denli azalma görülmesi, kaplama ile malzeme yüzeyinde oluşan TiN ve Al_2O_3 vb. amorf seramik yapıların malzeme

yüzeyinde teşekkülü ile açıklanabilir. Sekil 7.1'de grafik üzerinde aşınmanın toplu sonuçları görülmektedir.



Şekil 7.1. 6 mm çapta 4250 dönme, 10 cm/s çizgisel hız, 1 N yük ve oda sıcaklığı şartlarında gerçekleştirilen, 10^{-6} cm³ mertebesindeki toplu aşınma sonuçları.

7.3. Sertlik Sonuçlarının İrdelenmesi

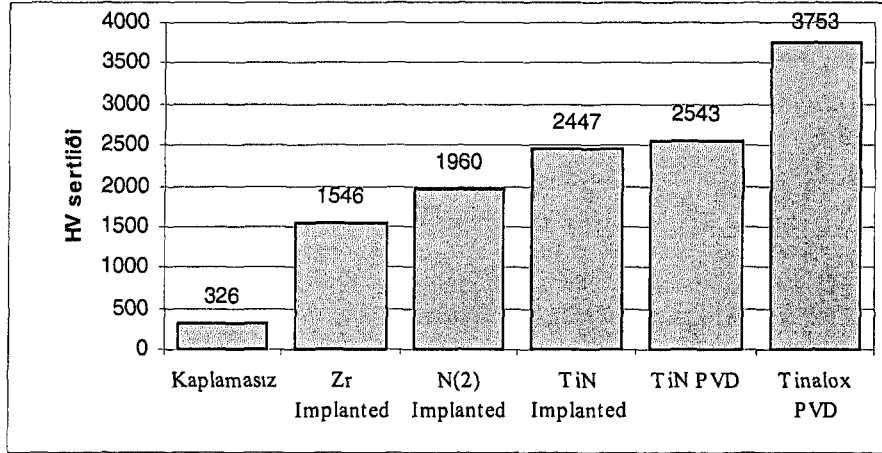
Azot implantasyonu yapılmış numunenin, işlem görmemiş malzemeye göre, sertliğindeki artış oranı; % 83'tür. Sertlikteki artış; arayer sertleşmesi [46] veya gelişigüzel oluşan nitrat sertleşmesi [47] gibi nedenlerle açıklanabilir.

TiN implante edilerek modifiye edilmiş örnekteki sertlik artış oranı % 87 olmuştur. TiN gibi sert faz oluşumu buna bağlı olarak gelişen taneler arası hareketler, tane küçülmesi vb. olaylarla sertlikteki artış nedeni olarak ifade edilebilir [45].

Zr implantasyonu ile elde edilen sertlik artış oranı % 80'dir. Zr'nin yüzeyde oluşturduğu seramik benzeri, sert ZrO filmi ve implantasyon sırasında gelişen dislokasyon hareketleri, tane küçülmeleri ve benzeri [45] olaylar sertlik artışına sebep olarak gösterilebilir.

TiN PVD kaplamada sertlik artışı % 87 olarak belirlenmiştir. Bu artış yukarıda açıklanan nedenlere dayandırılabilir.

Tinalox PVD kaplamadaki artış oranı % 91'dir. TiN ve Al₂O₃ sert filminin yüzeyde oluşumu, seramik benzeri yapıların formasyonu gibi nedenler bu artışı doğurmuştur. Setlik sonuçları grafik olarak Şekil 7.2'de verilmiştir.



Şekil 7.2. HV sertlik dağılımı görülmektedir.

7.4. X Işını Difraksiyon Deneyinin İrdelenmesi

Bu tür deneyler faz oluşumunu, faz değişimini ve kinetik etkilerini belirlemekte kullanılabilir [48].

N implantasyonu edilmiş numune üzerine, bir saat ve dört saat Ar ile yapılan difraksiyon sonucunda; Fe, Cr ve Ni dışında, bol miktarda C, O'ya rastlanmıştır; bunun nedeni olarak da vakum odasına, vakum pompasından sızan pompa yağı gösterilmiştir. Bu nedenle implantasyon sonucunda az miktarda N tespit edilmiştir.

7.5. Sürtünme ve Aşınma İlişkisinin İrdelenmesi

Malzemelerin sürtünme şartlarındaki dayanımı üç grup faktöre bağlıdır [44]:

1. Malzeme özellikleri ile belirlenen iç nedenler
2. Sürtünme tipi (kayma, yuvarlanma) ve işletme şartları (relatif hareket hızı, yük, uygulama türü, sıcaklık) gibi dış nedenler
3. Çalışma ortamı ve yağlayıcılar [44].

Sürtünme sırasında temas yüzeyindeki adhesiv kuvvetler ve yüzeyde oluşan alaşım formasyonları sürtünme katsayısını düşürmekte bu da direk olarak aşınma miktarını azaltmaktadır. Örneğin; N implantasyonu nitratları oluşturmakta, nitratlarda adhesiv kuvvetleri azaltarak sertliği artırmaktadır [42]. Böylelikle N implantasyonu sebebiyle sertlikteki artış; aşınma testinin başlangıcında, yüzey oksidasyonu eğilimi göstermekte, bu da aşınma hacminin azalmasına neden olmaktadır [42]. Bu değer diğerleri [42,43] ile tam bir uyum içindedir (Şekil 5.2.).

Sürtünme grafiğinden de anlaşılabilceği gibi bu oksit filmi yırtılıncaya kadar 0.14 civarı seyreden sürtünme katsayısı grafiği, bu film yırtıldıktan sonra 0.63 seviyelerine çıkmıştır. Düşük seyreden sürtünme yüksek aşınma direnci göstermiştir. Zr ve TiN implantasyonu durumunda da benzer mekanizmalar gözlemlenmiştir (Şekil 5.4. ve Şekil 5.5).

TiN PVD kaplama yönteminde (ortalama $\mu=0.61$) yine düşük sürtünme katsayısı ve yüksek aşınma direnci ilişkisi kurulmuştur (Şekil 5.3.).

Tinalox PVD kaplamada mekanizma abraziv aşınma eğilimine gittiğinden, sert oksit filminin yırtılmasıyla sürtünme katsayısı 1'in üzerine çıkmıştır. Bu olay, kaplamanın bağ kuvvetlerini artırması, yüzey pürüzlülüğünü yükseltmesi dolayısıyla deformasyona uğrayan miktarı artırarak sürtünme yüzeyini daha geniş bir alana yaymasıdır [43]. Bu nedenlerden dolayı, bu numunede, sürtünme ile aşınma doğru orantılı olmamaktadır (Şekil 5.6.).

7.6. Sertlik ve Aşınma İlişkisinin İrdelenmesi

N implantasyonu yapılan örnekte sertlik oranındaki artışa karşın volümetrik aşınma oranında azalma gözlemlenmiştir [42]. Zr, TiN implantasyonu için de aynı durum söz konusudur. Yapılan çalışma önceki [42] ile uyumludur

TiN ve Tinalox PVD kaplamada artan sertlikle, malzeme yüzeyinden aşındırılan miktarın azaldığı tespit edilmiştir (Şekil 7.1. ve Şekil 7.2.).

BÖLÜM 8. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bir önceki bölümdeki değerlendirmelerden de anlaşılacağı üzere, farklı metal veya metal olmayan elementlerle malzeme yüzeyinin modifikasyonu yapılabilmekte, kullanılan element ve uygulanan modifikasyon yöntemine göre kaplanan metallerin tribolojik özellikleri ve morfolojik yapısı değiştirilebilmektedir.

Örneğin Tinalox PVD kaplama ile çok yüksek sertliklere ulaşılabilmekte kaplanan malzeme yüzeyinde seramik benzeri yapılar teşekkül edebilmektedir. Dolayısıyla yüksek sertlik gerektiren bölgelere bu tür işlemler uygulamak oldukça uygun olur.

Buradan hareketle hangi tür yüzey modifikasyon işleminin hangi kullanım şartlarını yerine getirebileceği sorusu akla gelebilir. Buna ışık tutmak amacıyla Danimarka Teknoloji Enstitüsü Teknoparkında yapılan çalışmalarda şu sonuçlar elde edilmiştir [49].

İyon implantasyonu; 100-300 C° arasında sıcaklıklara müsaade edilebilen; işlenmiş yüzeyin son şeklinin ve parça boyutlarının değişmesinin istenmediği; adhesiv ve orta derece abrazyon aşınmanın görüldüğü; korozyon ortamlarında; daha geniş zımbalarda, ince metal levhalar için olan çekme kalıplarında, plastik kalıplarda, plastik, kağıt, tekstil ve et kesici bıçaklar ile vücut implantlarında, uygulanmaktadır [49].

PVD kaplama; 400-650 C° sıcaklık aralığında yapılabilen; işlenmiş yüzeyin ve parça boyutlarının son şeklini etkileyebilen; Adhesiv ve daha şiddetli abrazyon aşınma ortamına uygun; sınırlı korozyon dayanımı gösteren; kesici takımlar, matkaplar, miller, kesici uçlar, metal ve paslanmaz çelik levhalar, aletler için zımbalar ve kalıplar gibi uygulama alanlarına sahip; bir yöntemdir [49].

Deneyler sonucunda anlaşılmıştır ki, malzeme yüzeyine yapılan işlemler, yüzeyin tribolojik özelliklerini doğrudan etkilemektedir. Ana malzemenin tribolojik özellikleri ne kadar düşük değerlerde olsa da, yüzeye yapılan modifiye işlemleriyle bu değerler oldukça yükseltilebilmektedir. Aşınma direnci yüksek malzeme istenilen yerlerde daha düşük maliyete, istenilen evsafa parçalar elde edilebilir.

Bu çalışmada kuru ortam aşınma deneyi yapılmıştır. Alkol kullanmak suretiyle sıvı ortam aşınması deneyleri de yapılabilir. Böylelikle aşınma esnasında yüzeyden ayrılan küçük partiküller alkol vasıtasıyla yüzeyden uzaklaştırılabilir ve bunların olumsuz etkileri ortadan kaldırılmış olur.

Kaplamanın alaşım formasyonu boyutunu inceleyebilmek için SEM veya EDS çalışması da yapılabilir. Ayrıca RAMAN adı verilen ve kaplamanın film boyutunda karakteristiklerini belirleyen bir çalışma da yapılabilir.

KAYNAKLAR

- [1] ZIEGLER, J.F.; "Ion Implantation Science and Technology", Academic Press, p. 261, 1984.
- [2] IWAKI, M., "Metal Surface Modification by Ion Implantation", Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, Vol. 15, Issue 5, pp. 473-508, 1989.
- [3] YILMAZ, N., "Metal İyonlarla İmplant Edilmiş Yüzeylerin Mikro Yapı Analizleri ve Mekanik Testleri", Yüksek Lisans Tezi, EÜ Fen Bil. Enst., İzmir, 1994.
- [4] BHUSHAN, B., GUPTA, B.K., "Materials Coating and Surface Treatments", Handbook of Tribology, 1991.
- [5] HENRY, S.D., "Friction, Lubrication and Wear Technology", ASM Handbook, ASM International, The Material Society, Vol. 18, pp. 850-858 , USA, 1992.
- [6] HAYDEN, H.W., MOFFAT, W.G., WULFF, J., "Malzemelerin Yapı ve Özellikleri", Çeviren, ONARAN, K., ERMAN, B., Cilt 3, İTÜ İnşaat Fakültesi Matbaası, İstanbul, 1993.
- [7] ONARAN, K., "Malzeme Bilimi", Bilim Teknik Yayınevi, s 29, 1993.
- [8] SARI, N.Y., "Makine Parçalarının Aşınmasına Karşı Modern Yüzey İşlemleri", Makina Magazin, Haziran 1997.
- [9] TREGGIO, J.R., et all, "Ion Beams Replace Chrome Plating", Advanced Materials & Processes 5/95, pp. 29-32, 1995.

- [10] HIRVOVEN, J.K., "Ion Beam Processing for Industrial Applications", Materials Sciences and Engineering A 116, pp. 167-175, 1989.
- [11] HOCHMAN & LEGG, "Developments in Ion Implantation for Industrial Applications", Ion Implantation and Plasma Assisted Process, p. 63, Atlanta, 1988.
- [12] HOLMBERG, K., MATTHEWS, A., "Coating Tribology ", Elsevier, pp. 11-21, 172-189, 351-371, 1994.
- [13] BUNSHAH, R.F., "High Rate Physical Vapor Deposition Processes", AGARD Lecture Series No: 106, Materials Coating Techniques, pp. 21-26, Harford Hause, London, Mart 1980.
- [14] VANCOÏLLE, E., "A Material Oriented Approach to The Wear Testing of Titanium Nitride Based Coatings for Cutting Tools", Katholieke University Press, pp. 5-117, Leuven, 1993.
- [15] VYSKOCIL, J., "Arc Evaporation of Hard Coatings, Process and Film Properties", Surface and Coating Technology, 43/44, pp. 299-311, 1990.
- [16] AKARI, K., TAMAGAKI, H., KUMAKIRI, T., TSUJI, K., "Reduction in Macroparticles During the Deposition of TiN Films Prepared by Arc Ion Plating", Surface and Coating Technology, 43/44, pp. 312-323, 1990.
- [17] KNOTEK, O., LÖFFLER, F., KRAMER, G., "Deposition, Properties and Performance Behaviour of Carbide and Carbonitride PVD Coatings", Surface and Coating Technology, 61, pp. 320-325, 1993.
- [18] BHUSHAN, B., GUPT, B.K., "Handbook of Tribology", Mc Graw-Hill Inc., pp. 151-157, 1991.

- [19] BOVING, H.J., HINTERMAN, H.E., JULIA, C., SCHMUTZ, C., "Coating Thickness, Adhesion, Hardness and Wear Resistance Characterisations", 7 th International Metallurgy and Materials Congress, Ankara, Mayıs 1993.
- [20] QUINN, T.F.J., "Physical Analysis for Tribology", Cambridge University Press, pp. 56-61, 1991.
- [21] SANDER, M., "A Practical Guide to The Assesment of Surface Texture", Feinprüf Perthen GmbH, 1989.
- [22] CHATTERJE, S., SUDARSHAN, T.S., CHANDRASHEKHAR, S., "Modelling and Experimental Studies of Properties of TiN Coatings", Journal of Materials Science, 27, pp. 1989-2006, 1992.
- [23] VALVODA, V., KUZEL, R., CERNY, R., RAFAJA, D., "Stuructural Analysis of TiN Films by Secmann-Bohlin X-Ray Difrraction", Surface and Coating Technology, 1990.
- [24] GISSLER, W., JEHN, H.A., "Advnced Techniques for Surface Engineering", Kluwer Academic Publishers, pp. 276-311, Dordrecht, 1992.
- [25] JACOBSON, S., OLSSON, M., HEDENQVIST, P., VINGSBO, O., "Scratch Testing", Metals Handbook, 10 th Edition, Vol. 18, Friction and Wear, pp. 430-437, 1995.
- [26] HEDENQVIST, P., OLSSON, M., JACOBSON, S., "Failure Mode Analysis of TiN Coated High Speed Steel, In Situ Scratch Adhesion Testing in The Scanning Electron Microscope", Surface and Coating Technology, Vol. 41, pp. 31-49, 1990.
- [27] KÖCKER, G.M., GROSS, T., STANTNER, E., "Influence of Testing Parameters on The Tribological Behaviour of Self-Mated PVD Coatings", Wear, 179, pp. 5-10, 1994.

- [28] Hochman & Legg, "Ion Implantation and Plasma Assisted Process", Ion Beam Process, p.3, Atlanta, 1988.
- [29] G. DEARNALEY, "Surface and Coating Technology", p.10, 1994.
- [30] S.FAYEULLE, *Wear*, 107, pp. 61-70, 1986.
- [31] F.F.KOMAROV, "Ion Beam Modification of Metals", p.188, 1988.
- [32] I.MANNING, "Met. Res. Soc. Symp. Proc., vol. 27, pp. 91-95, 1984.
- [33] G.K.WOLF, W.A.GRANT & R.P.M., Procter, "Surface Modification of Metals by Ion Beams", p.551, Elsevier, New York, 1985.
- [34] *Nucl. Instr. Meth.* 19/20B, 1040, 1987.
- [35] G.S.WAS, L.E.REHN, D.FOLLSTEADT, "Phase Formation and Modification by Beam", *Solid Interactions*, MRS, p.683, Boston, 1992.
- [36] V.V.UGLOV, A.K.KULESHOV, *Vacuum Technique Technology* 2, p.24, 1991.
- [37] J.I.ONATE, F.ALONSO, J.L.VIVIENTE, A.ARIZAGA, *Surface Coating Technology* 65, p.165, 1994.
- [38] T.ZHANG, H.HUANG, C.JI, J.CHEN, G.SUN, H.ZHANG, X.ZHANG, *Surf. Coat. Technol.* 65, p.148, 1994.
- [39] V.V.UGLOV, V.V.KHODASEVICH, T.M.LAPCHUK, D.P.RUSALSKY, I.V.KASKO, "Modification of Tribological Properties Iron Thin Films During Joint Implantation Carbon and Zirconium Ions", *Surf. And Coat. Technol.* 92, pp.190-196.
- [40] A.D.WILSON, A.LEYLAND, A.MATTHEWS, "A Comparative Study of the Influence of Plasma Treatments, PVD Coatings and Ion Implantation on the

Tribological Performance of Ti-6Al-4V”, Surf. And Coat. Technol., 114, pp.70-80, 1999.

[41] F.P.BOWDEN & D.TABER, The Friction and Lubrication of Solids, Part II, Oxford University Press, London, 1964.

[42] M.IWAKI, “Tribological Properties of Ion Implanted Steels”, Material Science and Engineering, 90, pp.263-271, 1987.

[43] B.A.KEHLER, N.P.BAKER, D.H.LEE, C.J.MAGGIARE, M.NASTASI, J.R.TESMER, K.C.WALTER, Y.NAKAMURA ,B.MANFRED ULLRICH, Surf. and Coat. Technol., 114, pp.19-28, 1999.

[44] Z.TOUGHE, Z.HUIXING, et all, “Industrialization of MEVVA Source Ion Implantation”, Surf. and Coat. Technol., 128-129, pp.1-8, 2000.

[45] Z.YI, Z.ZHISONG, F.MAS, T.ZHANG, Y.LI, Surf and Coat. Technol., 128-129, pp.186-191, 2000.

[46] G.DEARNALEY, Nucl. Instrum. Methods, B:50, pp.358-367, 1990.

[47] D.L.WILLIAMSON, O.OZTURK, S.GLICK, R.WEI, P.J.WILBUR, Nucl. Instrum Methods, B:59-60, pp.737-741, 1991.

[48] A.KÖNIGER, W.ZANDER, A.WENZEL, B.STRITZIER, B.RAUSCHENBUCH, Surf. and Coat. Technol., 84, pp.563-566, 1996.

[49] C.A.STRAEDE & N.J.MIKKELSEN, “Implementation of Ion Implantation in the European Industry”, Tribology Center, DTI Industry, Danish Technological Institute, 1998.

[50] D.ALPDORUK, “Kesici Takımlar Üzerine Yapılan TiN Sert Seramik Filminin Kesici Takımların Ömrüne Etkisi”, Y. Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Ens., İst., 1996.

ÖZGEÇMİŞ

Halit DOĞAN, 1970 yılında Yozgat'ta doğdu. İlk ve Orta öğrenimini burada tamamladıktan sonra Lise öğrenimini Gümüşhane Mareşal Çakmak Öğretmen lisesinde yaptı. 1989-1993 yıllarında S.Ü. Mim. Müh. Fak. Mak. Müh. Bölümünde okudu. 1993-1996 yılları arasında D.E.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsünde Yüksek Lisans çalışmasını yaptı. Evli ve bir çocuk babasıdır.

