T.C.
ERCİYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MANYETİK ALANDA SIÇRATMA METODU İLE ÜRETİLEN TiAlN KAPLAMALARIN YAPISAL, MEKANİK VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Tezi Hazırlayan
Soner SAVAŞ

Tezi Yöneten
Yrd. Doç. Dr. Şengül DANIŞMAN

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı
Doktora Tezi

Ekim 2010
KAYSERİ

T.C.
ERCİYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MANYETİK ALANDA SIÇRATMA METODU İLE ÜRETİLEN TiAlN KAPLAMALARIN YAPISAL, MEKANİK VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Tezi Hazırlayan
Soner SAVAŞ

Tezi Yöneten
Yrd. Doç. Dr. Şengül DANIŞMAN

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı
Doktora Tezi

Bu çalışma, Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından FBT-07-50 kodlu proje ile desteklenmiştir.

Ekim 2010
KAYSERİ

Yrd. Doç. Dr. Şengül DANIŞMAN danışmanlığında **Soner SAVAŞ** tarafından hazırlanan **"Manyetik Alanda Sıçratma Metodu ile Üretilen TiAlN Kaplamaların Yapısal, Mekanik ve Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi"** adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makina Mühendisliği Anabilim Dalında **Doktora** tezi olarak kabul edilmiştir.

23/10/2010

JÜRİ:

Başkan: Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

Üye : Prof. Dr. Recep KILIK

Üye : Prof. Dr. M. Kemal APALAK

Üye : Yrd. Doç. Dr. Şengül DANIŞMAN

Üye : Yrd. Doç. Dr. Fehmi NAİR

ONAY:

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulunun 07/12/2010 tarih ve 2010/40-04 sayılı kararı ile onaylanmıştır.

07 / 12 / 2010

Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI
Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

ERÜ-Mühendislik Fakültesi, Yüzey Teknolojileri Araştırma ve Uygulama Laboratuarı'nın kurulmasında büyük emekleri olan ve çalışmamın hem teorik hem de deneysel aşamalarında bana destek olan başta değerli hocalarım Yrd. Doç. Dr. Şengül DANIŞMAN ve Prof. Dr. Kenan DANIŞMAN olmak üzere, Tez İzleme Komitesi üyeleri Prof. Dr. M. Kemal APALAK ve Yrd. Doç. Dr. Fehmi NAİR'e, görüş ve önerileriyle desteğini esirgemeyen Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makina Mühendisliği Bölümü'nden Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU'na, ERÜ-Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nin değerli çalışanlarına, ERÜ-Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne, desteğinden ötürü Bulut Makina San. ve Tic. Ltd. Şti. Genel Müdürü Sn. Metin BULUT'a, 2'nci Hava İkmal Bakım Merkezi Komutanlığı, Isıl İşlem Atelyesi değerli çalışanlarına, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Metal Eğitimi Bölümü'nden Arş. Gör. İbrahim GÜNEŞ'e, Endüstri Mühendisliği Bölümü'nden Yrd. Doç. Dr. Sinem KULLUK'a, Mekatronik Mühendisliği Bölümü'nden kardeşim Arş. Gör. Sertaç SAVAŞ'a ve tüm aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Soner SAVAŞ

MANYETİK ALANDA SIÇRATMA METODU İLE ÜRETİLEN TiAlN KAPLAMALARIN YAPISAL, MEKANİK VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Soner SAVAŞ

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü
Doktora Tezi, Ekim 2010
Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Şengül DANIŞMAN

ÖZET

Fiziksel buhar biriktirme (PVD) metodu ile üretilen TiAlN kaplamalar, yüksek sertlik, aşınma direnci, korozyon direnci ve yüksek sıcaklık oksidasyon direnci gibi üstün özelliklerinden dolayı, özellikle kalıp ve kesici takım sanayinde en çok tercih edilen kaplamalar arasında gelmektedir. Kaplama özellikleri ve performansı ise daha ziyade kaplama parametreleri ile taban malzemesi özelliklerinden etkilenmektedir. Bu çalışmada, TiAl bileşik hedef (atomik %50 Ti-%50 Al) kullanılarak, sertleştirilmiş ve sertleştirilmiş+plazma nitrürlenmiş AISI H13 numuneler ve silisyum yongalar üzerinde, farklı azot kısmi basınçları (0.3, 0.6, 1.2 mtorr), taban malzemesi bias voltajları (0, -100, -200 V) ve hedef-taban malzemesi mesafelerinde (6, 11, 16, 21 cm) üretilen TiAlN kaplamaların yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri incelenmiş ve optimum özellikleri veren kaplama parametreleri tespit edilmiştir. Kaplamaların sertlikleri ve elastiklik modülleri CSEM-nano sertlik ölçüm cihazı, taban malzemesine yapışma dirençleri CSEM-çizik test cihazı ve kalınlıkları SEM ile tespit edilmiştir. Kaplamaların elemental bileşimleri EDX, kristallografik yapıları XRD metodu ile tespit edilmiş, SEM ve AFM teknikleri ile yüzey yapıları incelenmiştir. Aşınma testleri için CSEM-çizik test cihazı, çok-geçişli kayma aşınması testlerine adapte edilmiş ve Al_2O_3 seramik bilyeler aşındırma elemanı olarak kullanılmıştır. Sonuç olarak, kaplama sertliği ve mekanik özelliklerinin, düşük azot basıncı ve yüksek bias voltajı değerlerinde arttığı, hedef-taban malzemesi arasındaki mesafenin ise bu artış üzerinde oldukça etkili bir parametre olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, dubleks işlemin kaplama yapışma ve aşınma direncini geliştirdiği tespit edilmiş ve mevcut uygulama alanları için önerilerde bulunulmuştur.

Anahtar Kelimeler: Manyetik alanda sıçratma, dubleks işlem, TiAlN, adezyon.

STRUCTURAL, MECHANICAL AND TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF TiAlN COATINGS DEPOSITED BY MAGNETRON SPUTTERING METHOD

Soner SAVAŞ

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences
Ph.D. Thesis, October 2010
Thesis Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Şengül DANIŞMAN

ABSTRACT

TiAlN coatings deposited by physical vapour deposition (PVD) techniques have been widely used especially in cutting tool and die industries because of excellent properties such as high hardness, wear resistance, corrosion resistance and high temperature oxidation resistance. Properties and performance of the coatings are largely affected by deposition parameters and substrate properties. In this study, structural, mechanical and tribological properties of TiAlN coatings deposited on hardened and hardened+plasma nitrided AISI H13 steel substrates and silicon wafers using a compound TiAl target (atomic %50 Ti-%50 Al) and using different nitrogen partial pressures (0.3, 0.6, 1.2 mtorr), substrate bias voltages (0, -100, -200 V) and target to substrate distances (6, 11, 16, 21 cm) were investigated and optimum coating parameters were determined. Hardness and elastic modulus of the coatings were determined using CSEM-nano hardness tester, adhesion of the coatings were determined using CSEM-Revetest scratch tester and thickness of the coatings were determined using SEM. Composition and crystallographic structure of the coatings were found using EDX and XRD techniques, respectively, and surface properties of the coatings were investigated using SEM and AFM. CSEM-Revetest scratch tester was adapted for wear tests as a multi-pass sliding wear tester and Al_2O_3 ceramic balls were used as counter materials. As a result, it was found that hardness and mechanical properties of the coatings increased at low nitrogen pressures and high bias voltages, and target to substrate distance was very important parameter on this increase. Also, it was found that duplex treatment increased the adhesion and the wear resistance of the coatings and lastly some suggestions were provided for existing application areas.

Keywords: Magnetron sputtering, duplex treatment, TiAlN, adhesion.

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY i
TEŞEKKÜR ii
ÖZET iii
ABSTRACT iv
İÇİNDEKİLER v
KISALTMALAR VE SİMGELER viii
TABLOLAR LİSTESİ x
ŞEKİLLER LİSTESİ xii

1. BÖLÜM
GİRİŞ 1
1.1. Tezin Konusu 1
1.2. Konunun Önemi 2
1.3. Tezin Amacı 2

2. BÖLÜM
LİTERATÜR ARAŞTIRMASI 3
2.1. Giriş 3
2.2. TiAlN Kaplamaların Özellikleri ve Uygulama Alanları 3
2.3. TiAlN Kaplamaların Özellikleri Üzerine Kaplama Parametreleri, Hedef-Taban Malzemesi Mesafesi ve Dubleks İşlemin Etkileri 6

3. BÖLÜM
PVD KAPLAMA YÖNTEMLERİ VE PLAZMA NİTRÜRLEME İŞLEMİ 12
3.1. Giriş 12
3.2. PVD Kaplama Yöntemleri 12
3.2.1. Buharlaştırma Yöntemi 15
3.2.2. İyon Kaplama Yöntemi 16
3.2.3. Sıçratma Yöntemi 16
3.2.3.1. Manyetik Alanda Sıçratma Metodu 18
3.2.3.2. Dengelenmemiş Manyetik Alanda Sıçratma 22
3.2.3.3. Kapalı-Alan Dengelenmemiş Manyetik Alanda Sıçratma 23

3.2.3.4. Darbeli Manyetik Alanda Sıçratma ……. 24
3.3. Plazma Nitrürleme İşlemi …… 26

4. BÖLÜM
MANYETİK ALANDA SIÇRATMA METODU İLE ÜRETİLEN TiAlN KAPLAMALAR …….. 29
4.1. Giriş ……... 29
4.2. TiAlN Kaplamaların Üretimi ve Özellikleri …….. 29
4.3. TiAlN Kaplamaların Özellikleri Üzerine Kaplama Parametreleri ile Hedef-Taban Malzemesi Mesafesinin Etkileri ……..... 30
4.4. Nitrürleme+PVD Kaplama İşleminin (Dubleks İşlem) Etkileri ve Uygulama Alanları …….. 38

5. BÖLÜM
DENEYSEL ÇALIŞMA …….. 41
5.1. Giriş …….. 41
5.2. Numune Hazırlama …….. 41
5.2.1. Numune Özellikleri …….. 41
5.2.2. Plazma Nitrürleme İşlemi ……... 43
5.2.3. PVD Kaplama İşlemi ……... 45
5.2.3.1. Manyetik Alanda Sıçratma Kaplama Sistemi …….. 45
5.2.3.2. Gerçekleştirilen Ön Deneyler ve Histerizis Eğrileri …… 47
5.2.3.3. Kaplama Sistematiği …… 49
5.3. Kaplama Karakterizasyonu …….. 51
5.3.1. Karakterizasyon Test Cihazları …… 51
5.3.2. Karakterizasyon Test Sonuçları ……... 53
5.3.2.1. Kaplama Kalınlıkları ve Biriktirme Oranları ……... 53
5.3.2.2. Kaplama Bileşimleri ve Faz Yapıları ……... 59
5.3.2.3. Kaplama Sertlikleri ve Elastiklik Modülleri …… 69
5.3.2.4. Kaplama Yüzey Pürüzlülükleri ve AFM Analizleri ……. 79
5.4. Çizik Testleri …… 84
5.4.1. Çizik Test Yöntemi …….. 84
5.4.2. İki Düzeyli Dört Faktörlü L16 (2^4) Tam Eşlendirmeli Deney Tasarımı …..… 85

5.4.3. Çizik Testi Sonuçları …… 87
5.5. Aşınma Testleri …… 101
5.5.1. Aşınma Test Yöntemi …….. 101
5.5.2. Aşınma Testi Sonuçları …… 103

6. BÖLÜM
SONUÇ VE ÖNERİLER ……. 128
6.1. Sonuçlar ……. 128
6.2. Öneriler …….. 131

KAYNAKLAR ……. 133
EKLER …….. 142
ÖZGEÇMİŞ …….. 148

KISALTMALAR VE SİMGELER

PVD	:	Fiziksel buhar biriktirme
CVD	:	Kimyasal buhar biriktirme
PACVD	:	Plazma destekli kimyasal buhar biriktirme
P-CVD	:	Fiziksel-kimyasal buhar biriktirme
Ti	:	Titanyum
Al	:	Alüminyum
N_2	:	Azot
Ar	:	Argon
TiN	:	Titanyum nitrür
AlN	:	Alüminyum nitrür
TiAlN	:	Titanyum alüminyum nitrür
CrN	:	Krom nitrür
BN	:	Bor nitrür
FeN	:	Demir nitrür
SiC	:	Silisyum karbür
NaCl	:	Sodyum klorür
TiO_2	:	Titanyumdioksit
TiB_2	:	Titanyumdiborür
Al_2O_3	:	Alüminyum oksit
AlF_3	:	Alüminyum florid
HF	:	Hidroflorik asit
NH_3	:	Amonyak
Si	:	Silisyum
μm	:	Mikrometre
nm	:	Nanometre
N	:	Newton
mN	:	Milinewton
GPa	:	Gigapascal
m/s	:	Metre/saniye
V	:	Volt
kV	:	Kilovolt

eV	:	Elektron volt
mA	:	Miliamper
E	:	Elastiklik modülü
ν	:	Poisson oranı
mtorr	:	Militorr
mbar	:	Milibar
°C	:	Santigrat derece
°F	:	Fahrenayt derece
L_c	:	Kritik yük
W	:	Watt
kW	:	Kilowatt
kG	:	Kilogauss
MHz	:	Megahertz
OES	:	Optik emisyon spektrometresi
μ	:	Sürtünme katsayısı
ε	:	Hegzagonal sıkı paket
γ	:	Yüzey merkezli kübik
sccm	:	Santimetreküp/dakika
psi	:	Pound/inçkare
HV	:	Vickers sertliği
HRC	:	Rockwell-C sertliği
HRA	:	Rockwell-A sertliği
F_N	:	Normal yük
F_t	:	Teğet yük
DC	:	Doğru akım
RF	:	Radyo frekansı
AE	:	Akustik emisyon
SEM	:	Taramalı elektron mikroskopisi
AFM	:	Atomik kuvvet mikroskopisi
EDX	:	Enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi
XRD	:	X-ışını kırınımı
NOG	:	Normal olasılık grafiği

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 3.1. PVD Metodunun Temel Uygulama Alanları 14
Tablo 4.1. PVD Metodu ile Üretilen En Yaygın Kaplamaların Temel Özellikleri .. 30
Tablo 4.2. TiAlN Kaplamaların En Çok Kullanıldığı Taban Malzemeleri 30
Tablo 5.1. Deneysel Çalışmada Kullanılan H13 Malzemenin Kimyasal Bileşimi ... 42
Tablo 5.2. Deneysel Çalışmada Kullanılan Numunelerin Özellikleri 42
Tablo 5.3. H13 Numunelerin Sertleştirilmeden Önceki ve Sonraki Sertlikleri ile Parlatma İşleminden Sonraki Yüzey Pürüzlülükleri 42
Tablo 5.4. Plazma Nitrürleme İşlem Parametreleri 43
Tablo 5.5. Plazma Nitrürleme İşlemi Sonrası Numune Özellikleri 44
Tablo 5.6. Deneysel Çalışmada Kullanılan H13 Numunenin Şekli, Boyutları ve Uygulanan İşlemler 45
Tablo 5.7. Kaplama Parametreleri 51
Tablo 5.8. TiAlN Kaplamaların Kalınlıkları ve Biriktirme Oranları 54
Tablo 5.9. TiAlN Kaplamaların % Atomik Bileşimleri ve Al/Ti Oranları 59
Tablo 5.10. TiAlN Kaplamaların Nano-Sertlik, Elastiklik Modülü ve H/E Değerleri 73
Tablo 5.11. TiAlN Kaplamaların Yüzey Pürüzlülükleri 79
Tablo 5.12. L16 Faktör Düzeyleri 86
Tablo 5.13. L16 Dizayn Matrisi 86
Tablo 5.14. TiAlN Kaplamaların Çizik Testi Sonucu Elde Edilen Kritik Yük (L_c) Değerleri 88
Tablo 5.15. L16 Faktör Düzeyleri 95
Tablo 5.16. Çizik Testi Uygulama Sonuçları 95
Tablo 5.17. Çizik Testi L16 Hesap Tablosu 96
Tablo 5.18. CD Etkileşimi 100
Tablo 5.19. Seramik Aşındırma Elemanının Özellikleri 102
Tablo 5.20. TiAlN Kaplanmış Numunelerin Aşınma Testi Sonucu Elde Edilen Aşınma İzi Kesit Alanları, Aşınma Hacimleri ve Aşınma Oranları (100 çevrim) 104
Tablo 5.21. TiAlN Kaplanmış Numunelerin Aşınma Testi Sonucu Elde Edilen Çevrim Sayısına Bağlı Sürtünme Katsayıları 105
Tablo 5.22. L16 Faktör Düzeyleri 118

Tablo 5.23. Aşınma Testi Uygulama Sonuçları …….. 118
Tablo 5.24. Aşınma Testi L16 Hesap Tablosu ……... 119
Tablo 5.25. L8 Deneyi İçin Nano-Sertlik Uygulama Sonuçları ……. 124
Tablo 5.26. Nano-Sertlik L8 Hesap Tablosu …….. 124

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 3.1. Buhar biriktirme tekniklerinin sınıflandırılması 13
Şekil 3.2. Sıçratma olayının gerçekleşmesi 17
Şekil 3.3. Elektrik ve manyetik alanlar (Elektrik alan E, Manyetik alan B) 18
Şekil 3.4. Elektronun elektrik ve manyetik alanlar içerisindeki hareketi 19
Şekil 3.5. Bir plazmada elektron çarpışması ile nötr bir atomun iyon haline dönüşmesi 19
Şekil 3.6. Kombine olmuş elektrik ve manyetik alan içerisinde elektron hareketi .. 20
Şekil 3.7. Manyetik alanda sıçratmada plazmanın oluşumu 20
Şekil 3.8. Geleneksel ve dengelenmemiş magnetronlarda görülen plazma bölgelerinin şematik gösterimi 22
Şekil 3.9. Çift dengelenmemiş magnetron konfigürasyonları 24
Şekil 3.10. Temel bir manyetik alanda sıçratma kaplama sistemi 26
Şekil 3.11. Plazma nitrürleme işleminin mekanizması 28
Şekil 4.1. $Ti_{1-x}Al_xN$ filmlerde kafes parametresi ve mikrosertliğin x ile değişimi ... 31
Şekil 4.2. $(Ti_{1-x}Al_x)N$ kaplamaların; a) faz kristal yapıları, b) x=0-0.8 için XRD analiz sonuçları 32
Şekil 4.3. Metastabil TiN-AlN faz diyagramı 33
Şekil 4.4. $(Ti_{1-x}Al_x)N$ kaplamalarda; a) kafes parametresinin, b) artık gerilmenin, c) sertlik ve elastiklik modülünün, d) elektrik direncinin Al konsantrasyonuna bağlı olarak değişimi 33
Şekil 4.5. TiAlN kaplamaların, a) biriktirme oranı, b) tane çapı, c) mikrosertlik, d) pürüzlülük değerlerinin azot basıncına bağlı olarak değişimi (WD: hedef-taban malzemesi mesafesi) 34
Şekil 4.6. Silindirik manyetik alanda sıçratma kaynağı ile üretilen metal filmlerin mikroyapısı üzerine argon basıncı ve taban malzemesi sıcaklığının etkisi 35
Şekil 4.7. a) TiAlN kaplamaların nano-sertliğinin, b) iyon akımının bias voltajı ile değişimi 36
Şekil 4.8. a) Al/Ti oranı, b) XRD sonuçlarının, hedef-taban malzemesi mesafesine (ST) göre değişimi 37
Şekil 4.9. Dubleks işlemle istenilen özelliklerin elde edilişi 39

Şekil 5.1. Plazma nitrürlenmiş H13 çeliğinin kesit SEM görüntüsü …… 43
Şekil 5.2. Numune sertliğindeki değişim …….. 44
Şekil 5.3. Nitrürlenmiş H13 numune üzerindeki beyaz tabakanın XRD grafiği ….. 44
Şekil 5.4. Manyetik alanda sıçratma kaplama sistemi …….. 46
Şekil 5.5. Kaplama sistemi şematik görünümü …… 46
Şekil 5.6. Kullanılan TiAl bileşik hedefin EDX analiz sonuçları ……. 47
Şekil 5.7. TiAl (%50 Ti-%50 Al) bileşik hedefin voltaj-EMS-azot histerizis eğrisi (OES ayarı Al: 396, basınç: 3 mtorr, POS 390, N_2:1/150 sccm) …….. 48
Şekil 5.8. TiAl (%50 Ti-%50 Al) bileşik hedefin voltaj-EMS-azot histerizis eğrisi (OES ayarı Ti: 503.5, basınç: 3 mtorr, POS 355, N_2:1/150 sccm) …….... 48
Şekil 5.9. a) Vakum odası kesit görüntüsü, b) taban malzemesi tutucusu …… 50
Şekil 5.10. Numunelerin TiAl hedefe olan uzaklıkları ……... 50
Şekil 5.11. CSEM nano-sertlik test cihazı …….. 52
Şekil 5.12. CSEM Revetest çizik test cihazı ……... 52
Şekil 5.13. 0 V bias-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde; a) 0.3 mtorr, b) 0.6 mtorr, c) 1.2 mtorr azot basıncında ve -100 V bias-16 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde; d) 0.3 mtorr, e) 0.6 mtorr, f) 1.2 mtorr azot basıncında üretilen TiAlN kaplamanın kırık kesit SEM görüntüleri ve kaplama kalınlıkları …….. 55
Şekil 5.14. a) -100 V bias-1.2 mtorr azot basıncında, 16 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, b) -200 V bias-1.2 mtorr azot basıncında, 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde üretilen TiAlN kaplamaların kırık kesit SEM görüntüleri ……... 56
Şekil 5.15. -200 V bias-1.2 mtorr azot basıncında; a) 6 cm, b) 11 cm, c) 16 cm, d) 21 cm hedef-taban malzemesi mesafelerinde üretilen TiAlN kaplamanın kırık kesit SEM görüntüleri ve kaplama kalınlıkları …… 56
Şekil 5.16. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, biriktirme oranının hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi ……... 57
Şekil 5.17. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, biriktirme oranının taban malzemesi bias voltajına göre değişimi …… 58
Şekil 5.18. 0.3 mtorr azot basıncında; a) 0 V, b) -100 V, c) -200 V bias voltajları ile 1.2 mtorr azot basıncında; d) 0 V, e) -100 V, f) -200 V bias voltajlarında üretilen TiAlN kaplamaların EDX grafikleri (hedef-taban

malzemesi: 6 cm) …….. 60
Şekil 5.19. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, Al/Ti oranının hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi ……... 62
Şekil 5.20. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, Al/Ti oranının taban malzemesi bias voltajına göre değişimi …… 63
Şekil 5.21. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, % azot miktarının hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi ……... 64
Şekil 5.22. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, % azot miktarının taban malzemesi bias voltajına göre değişimi …… 65
Şekil 5.23. 0 V bias-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, a) 0.3 mtorr, b) 1.2 mtorr azot basıncında üretilen TiAlN kaplamaların XRD analiz sonuçları ……... 66
Şekil 5.24. -100 V bias-0.6 mtorr azot basıncında, a) 6 cm, b) 11 cm, c) 16 cm, d) 21 cm hedef-taban malzemesi mesafelerinde üretilen TiAlN kaplamaların XRD analiz sonuçları …….. 67
Şekil 5.25. -200 V bias-16 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, a) 0.3 mtorr, b) 1.2 mtorr azot basıncında üretilen TiAlN kaplamaların XRD analiz sonuçları ……... 68
Şekil 5.26. 0 V bias voltajı ve 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesi için yük (mN)/batma derinliği (nm) eğrileri: a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr ……... 70
Şekil 5.27. -100 V bias voltajı ve 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesi için yük (mN)/batma derinliği (nm) eğrileri: a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr ……... 71
Şekil 5.28. -200 V bias voltajı ve 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesi için yük (mN)/batma derinliği (nm) eğrileri: a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr ……... 72
Şekil 5.29. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, sertliğin hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi ……. 74
Şekil 5.30. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, elastik modülünün hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi ……... 75
Şekil 5.31. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, sertliğin taban malzemesi bias voltajına göre değişimi …….. 77
Şekil 5.32. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, elastiklik modülünün taban malzemesi bias voltajına göre değişimi …… 78
Şekil 5.33. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, yüzey pürüzlülüğünün hedef-

taban malzemesi mesafesine göre değişimi …….. 80
Şekil 5.34. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, yüzey pürüzlülüğünün taban malzemesi bias voltajına göre değişimi …… 81
Şekil 5.35. TiAlN kaplamaların 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesindeki üç boyutlu yüzey yapıları: Kaplama no a) 1, b) 2, c) 3, d) 4, e) 6, f) 7, g) 8, h) 9 (Ref. Tablo 5.11) ……... 82
Şekil 5.36. -100 V bias voltajı-0.6 mtorr azot basıncında üretilen TiAlN kaplamaların üç boyutlu yüzey yapıları: Hedef-taban malzemesi mesafesi a) 6 cm, b) 11 cm, c) 16 cm, d) 21 cm ……... 83
Şekil 5.37. Çizik test yöntemi ……. 85
Şekil 5.38. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin çizik testi sonucu elde edilen akustik emisyon-yük-sürtünme kuvveti grafiği 89
Şekil 5.39. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop ve SEM görüntüleri: a), e) sertleştirilmiş, b), f) nitrürlenmiş (test 1), c) sertleştirilmiş, d) nitrürlenmiş (test 2) ……. 90
Şekil 5.40. 0 V bias-1.2 mtorr azot basıncında, a) 6 cm (test 1), b) 21 cm (test 2) hedef taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri …… 90
Şekil 5.41. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri: a) sertleştirilmiş (test 1), b) sertleştirilmiş (test 2), c) nitrürlenmiş ……. 91
Şekil 5.42. -200 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri: a) sertleştirilmiş (test 1), b) detay görüntüsü ….. 92
Şekil 5.43. -200 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri: a) sertleştirilmiş (test 1), b) nitrürlenmiş (test 1) 92
Şekil 5.44. -200 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri: a) sertleştirilmiş (test 1), b) sertleştirilmiş (test

2), c) nitrürlenmiş ……. 93
Şekil 5.45. TiAlN kaplamaların çizik testi sonucu elde edilen ortalama kritik yük (L_c) değerleri ……. 94
Şekil 5.46. Kritik yükler için L16 normal olasılık grafiği …….. 97
Şekil 5.47. Minitab-14 programı ile elde edilen, kritik yükler için a) L16 normal olasılık grafiği, b) faktör ve etkileşimlerin etki değerleri ……. 98
Şekil 5.48. Minitab-14 programı ile elde edilen, kritik yükler için a) ana etki grafikleri, b) etkileşim grafikleri …….. 99
Şekil 5.49. Kritik yük (L_c) CD etkileşimi ……... 100
Şekil 5.50. Aşınma testleri için kullanılan CSEM-Revetest çizik test cihazının prensip şeması ([105] no'lu referanstan modifiye edilmiştir) …….. 101
Şekil 5.51. Aşınma deneylerinde kullanılan uç tutucu ……... 102
Şekil 5.52. a) Aşınma deneyleri için kullanılan aşındırma elemanı-numune temas geometrisi ve kuvvetler, b) aşındırma elemanının izlediği yol …… 102
Şekil 5.53. Rugosimeter profil ölçme cihazı ……..... 103
Şekil 5.54. 0 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi kesit profili …….. 104
Şekil 5.55. Farklı şartlarda TiAlN kaplanmış numunelerin sürtünme katsayılarının çevrim sayısına göre değişimleri ……..... 106
Şekil 5.56. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış a) sertleştirilmiş+nitrürlenmiş, b) sertleştirilmiş H13 numunelerin aşınma testi sonucu elde edilen, 60. çevrimdeki sürtünme kuvveti-kayma mesafesi grafikleri …..... 106
Şekil 5.57. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma testi sonucu elde edilen sürtünme kuvveti-kayma mesafesi grafikleri: a) 1, b) 5, c) 10, d) 20, e) 40, f) 60, g) 80 ve h) 100'üncü çevrim …… 107
Şekil 5.58. 0 V biasta TiAlN kaplanmış H13 numunelerin aşınma izi optik mikroskop görüntüleri (100 çevrim): Sıra no a) 1, b) 2, c) 3, d) 4, e) 5, f) 6, g) 7, h) 8 (Ref. Tablo 5.20) ……... 108
Şekil 5.59. -200 V biasta TiAlN kaplanmış H13 numunelerin aşınma izi optik mikroskop görüntüleri (100 çevrim): Sıra no a) 9, b) 10, c) 11, d) 12,

e) 13, f) 14, g) 15, h) 16 (Ref. Tablo 5.20) ……... 109
Şekil 5.60. TiAlN kaplanmış nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma testinde kullanılan bilyenin aşınma izi optik mikroskop görüntüsü (100 çevrim) 110
Şekil 5.61. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü (100 çevrim) …….. 110
Şekil 5.62. Şekil 5.61'deki a bölgesinin EDX analiz sonucu ……. 111
Şekil 5.63. 0 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü (100 çevrim) ……... 111
Şekil 5.64. 0 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi sol kenar SEM görüntüsü (100 çevrim) …… 112
Şekil 5.65. Şekil 5.64'teki a, b ve c noktalarının EDX analiz sonuçları …… 113
Şekil 5.66. 0 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi sağ kenar SEM görüntüsü (100 çevrim) ……... 113
Şekil 5.67. -200 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü (100 çevrim) …….. 114
Şekil 5.68. Şekil 5.67'deki b bölgesinin EDX analiz sonucu ……. 114
Şekil 5.69. -200 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi başlangıcı SEM görüntüsü (100 çevrim) ……..... 115
Şekil 5.70. -200 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü (100 çevrim) ……... 115
Şekil 5.71. Şekil 5.70'teki a bölgesinin EDX analiz sonucu ……. 116
Şekil 5.72. Farklı şartlarda TiAlN kaplanmış numunelerin aşınma testi sonucu elde edilen sürtünme katsayısı değerleri (çevrim sayısı: 100) ……. 117
Şekil 5.73. Farklı şartlarda TiAlN kaplanmış numunelerin aşınma testi sonucu elde edilen aşınma oranları (çevrim sayısı: 100) …….. 117
Şekil 5.74. Aşınma oranları için L16 normal olasılık grafiği ……. 120

Şekil 5.75. Minitab-14 programı ile elde edilen, aşınma oranları için a) L16 normal olasılık grafiği, b) faktör ve etkileşimlerin etki değerleri ……. 121
Şekil 5.76. Minitab-14 programı ile elde edilen, aşınma oranları için a) ana etki grafikleri, b) etkileşim grafikleri …….. 122
Şekil 5.77. Nano-sertlik için L8 normal olasılık grafiği ……. 125
Şekil 5.78. Minitab-14 programı ile elde edilen, nano-sertlik için a) L8 normal olasılık grafiği, b) faktör ve etkileşimlerin etki değerleri ……. 126
Şekil 5.79. Minitab-14 programı ile elde edilen, nano-sertlik için a) ana etki grafikleri, b) etkileşim grafikleri …….. 127

1. BÖLÜM

GİRİŞ

1.1. Tezin Konusu

Malzeme bilimindeki mevcut çalışmalar daha çok yeni özelliklere sahip malzemelerin geliştirilmesi ve üretilmesi ile mevcut malzemelerin özelliklerinin çeşitli işlemlerle iyileştirilmesi üzerinde yoğunlaşmaktadır. Aşınma, korozyon ve yorulma gibi hasarların doğrudan malzeme yüzey özellikleri ile ilişkili olması yüzey modifikasyon metotlarını daha da önemli bir hale getirmektedir. Günümüzde özellikle vakum esaslı kaplama teknolojisindeki ilerlemeler, malzeme özelliklerinin geniş bir sahada geliştirilebilmesine imkân sağlamaktadır. Bu alandaki en önemli uygulama sahasını, yüksek aşınma ve korozyon direncine sahip fiziksel buhar biriktirme (PVD) metodu ile üretilen ince sert seramik kaplamalar oluşturmaktadır. Genellikle 1-5 μm kalınlıklar arasında üretilen seramik kaplamalar, kesici takımlar, kalıplar ve çeşitli makine elemanları gibi aşınma, korozyon ve yorulma direncinin gerektiği uygulamalarda, elektronik, tıp, gıda ve tekstil gibi sektörlerde, ayrıca dekoratif amaçlı olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Özellikle alüminyum ekstrüzyon kalıplarında kullanılan nitrürleme işlemi ile beraber kullanılabilecek veya bu işleme alternatif olabilecek Ti, Al ve Cr esaslı tek ve çok tabakalı PVD kaplamalarla ilgili yapılan çeşitli çalışmalar mevcuttur. Tezin konusunu, alüminyum ekstrüzyon kalıplarında en çok kullanılan sıcak iş takım çeliklerinden AISI H13 malzemeden hazırlanan numuneler üzerinde, farklı azot basıncı, bias voltajı ve hedef-taban malzemesi mesafelerinde, Yüzey Teknolojileri Araştırma ve Uygulama Laboratuarı bünyesinde kurulu çift magnetronlu DC manyetik alanda sıçratma kaplama sistemi ile üretilen TiAlN kaplamaların yapısal, mekanik ve tribolojik özelliklerinin incelenmesi oluşturmaktadır. Ayrıca taban malzemelerine kaplama öncesi uygulanan plazma nitrürleme işleminin (dubleks işlem-plazma nitrürleme+PVD kaplama) söz konusu özelliklere etkilerinin araştırılması da tez kapsamındaki diğer bir konudur.

1.2. Konunun Önemi

600 °C'den yüksek sıcaklıklara ve aşırı yüzey yüklerine maruz kalan parçaların tribolojisi tüm dünyada yaygın bir şekilde çalışılmaktadır. Özellikle PVD metodu ile üretilen Ti ve Al esaslı kaplamalar, alüminyum ekstrüzyon kalıplarında plazma nitrürleme, plazma sprey kaplama ve kimyasal buhar biriktirmeye (CVD) nazaran önemli avantajlar sunmaktadırlar. Bununla birlikte plazma nitrürleme işleminden sonra yapılan sert seramik kaplama uygulamalarıyla da iyi sonuçlar elde edilmiştir. PVD metoduyla üretilen TiAlN kaplamalar, sertlik ve korozyon direnci gibi farklı fonksiyonel özellikleri bir araya getirebilmesinden, ayrıca yüksek sıcaklık oksidasyon direnci avantajına sahip olmasından dolayı, özellikle kalıp malzemeleri için günümüzde önemini kaybetmeyen bir kaplama türü olarak varlığını sürdürmektedir. TiAlN kaplama özellikleri üzerinde etkili olan en önemli kaplama parametreleri arasında çalışma basıncı ve taban malzemesi bias voltajı gelmektedir. Ayrıca kaplanacak parçaların hedef malzemesine olan uzaklıkları da, kaplama sertliği, aşınma direnci, kalınlık ve yüzey morfolojisi gibi özellikleri doğrudan etkilemektedir. Ekstrüzyon kalıplarında homojen bir kaplama elde edebilmek için kaplama odası içerisinde uygulanan dönüş hızları dikkate alındığında hedef-taban malzemesi arasındaki mesafenin dikkatli bir şekilde ayarlanmasının gerektiği açıktır. Bu durum dikkate alındığında, farklı kaplama parametreleri ve hedef-taban malzemesi mesafelerinde üretilen TiAlN kaplamaların özelliklerinin tespit edilmesi ve optimum özellikleri veren kaplamanın belirlenmesinin bahsedilen alüminyum ekstrüzyon kalıpları ve benzer uygulamalara ışık tutacağı düşünülmektedir.

1.3. Tezin Amacı

Bu çalışmanın amacı; manyetik alanda sıçratma yöntemi ile, farklı ön işlemlere tabi tutulmuş AISI H13 çeliği üzerinde, farklı azot basınçları, bias voltajları ve hedef-taban malzemesi mesafelerinde üretilen TiAlN kaplamaların yapısal, mekanik ve tribolojik özelliklerinin incelenmesi, optimum özellikleri veren kaplama parametrelerinin tespit edilmesi ve mevcut uygulama alanları için görüşlerin açıklanmasıdır. Bu amaçla hedefe olan mesafenin ayarlanabildiği bir taban malzemesi tutucusu tasarlanarak mevcut DC manyetik alanda sıçratma kaplama sistemine monte edilmiştir. Ayrıca, plazma nitrürleme işleminin özelliklere etkilerinin araştırılması da çalışmanın amaçlarındandır.

2. BÖLÜM

LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1. Giriş

PVD metotlarından manyetik alanda sıçratma (magnetron sputtering) metodu ile üretilen tek ve çok tabakalı titanyum (Ti) ve alüminyum (Al) esaslı kaplamaların yapısal, mekanik ve tribolojik özelliklerinin incelendiği çok sayıda çalışma literatürde mevcuttur. Bu çalışmalar, belirli bileşimlerdeki titanyum alüminyum (TiAl) bileşik veya kompozit hedeflerle üretilen titanyum alüminyum nitrür (TiAlN) tek ve çok tabaka kaplamaları, Ti ve Al ayrı hedefler kullanılarak, bileşimin kaplama parametreleri (hedef gücü vb.) ile kontrol edildiği TiAlN tek ve çok tabaka kaplamaları ve yine Ti ve Al ayrı hedefler kullanılarak, yapısal özelliklerin taban malzemesi dönüş hızı veya hedef önünde bekleme süreleri ile belirlendiği nano-yapılı titanyum nitrür/alüminyum nitrür (TiN/AlN) süper sert kaplamaları içermektedir. TiAlN çok tabaka kaplamalarda en çok kullanılan ara tabakaları farklı bileşimlerdeki TiAlN kaplamalarla, Ti, Al, Cr, Zr, Si, V, Nb, Mo, W, Y, B, C ve Hf gibi farklı elementleri içeren nitrür, karbür ve oksit esaslı kaplamalar oluşturmaktadır. Bu tür kaplamaların performansını arttırmak için kullanılan bir başka yöntem ise kaplama öncesi uygulanan nitrürleme işlemidir. TiAlN kaplamaların özellikleri ile bu özellikler üzerine kaplama parametreleri, hedef-taban malzemesi mesafeleri ve dubleks işlemin etkilerini içeren çalışmalar ve günümüze kadar elde edilen gelişmeler, tez çalışmasının amacı ve özgün yönü ile de ilişkilendirilerek alt bölümlerde özetlenmektedir.

2.2. TiAlN Kaplamaların Özellikleri ve Uygulama Alanları

Geçiş metal nitrürlerinin bağ yapısı, kovalent, metalik ve iyonik bağların karışımından meydana gelir ve bu da yüksek sertlik, aşınma direnci, kimyasal kararlılık ve süper

iletkenlik gibi özelliklerin elde edilebilmesini sağlar. Bu özellikler metal nitrür ince filmlerin hızlı gelişimine sebep olmuş ve farklı uygulamalarda, aşınma ve korozyon direnci açısından iyi sonuçlar elde edilmiştir [1-4]. Özellikle PVD metoduyla üretilen Ti esaslı sert seramik ince filmler, yüksek ergime noktası, yüksek sertlik ve yüksek aşınma direnci gibi özelliklerinden dolayı birçok alanda kullanılmakta olup, en çok bilinen türü ise TiN'dür [1,5,6]. TiN, B1-NaCl yapısında kristalleşir ve %37.5-50 arasında azot içerir. TiN'e alüminyumun ilavesi ile de oksidasyon ve termal kararlılık özellikleri gelişmiş TiAlN kaplamalar elde edilir [1,2,7]. TiAlN kaplamaların en önemli özellikleri; yüksek sertlik (~28-32 GPa), düşük artık gerilme (~5 GPa), yüksek oksidasyon direnci, yüksek sıcak sertlik ve düşük termal iletkenlik olarak özetlenebilir. Bu özellikler TiAlN'ü, kuru talaşlı işleme, yüksek hızlı işleme, sıcak ekstrüzyon ve basınçlı döküm uygulamaları için iyi bir tercih haline getirmektedir [1,8-13]. Ayrıca, soğuk çekme (cold drawing) uygulamalarında da başarılı sonuçlar alınmıştır [14]. TiAlN kaplamaların önemli bir avantajı da ısıtıldıkları zaman yoğun, yüksek yapışma mukavemetine sahip ve koruyucu Al_2O_3 filminin yüzeyde oluşmasıdır. Bu tabaka, oksijenin kaplama malzemesine difüzyonunu engeller ve oksidasyona karşı koruma sağlar [6,8,15-20]. TiAlN kaplamaların, 750-800 °C sıcaklıklara kadar oksidasyon dirençleri olduğu, korozyon dirençlerinin ise TiN ve CrN'den daha yüksek olduğu da bilinmektedir (TiN ve CrN kaplamalar 550 °C'den yüksek sıcaklıklarda kullanılmaya uygun değildirler) [18,21-23]. TiAlN kaplamaların diğer bir avantajı da yaşlanma sertleşmesinden dolayı yüksek sıcaklıklarda sertliklerinde ve aşınma dirençlerinde meydana gelen artıştır [24,25]. Ayrıca, teflon ekstrüzyon kalıplarında kullanılan TiAlN kaplama, hidroflorik asitle (HF) reksiyona girerek HF ve daha birçok korozif ortama karşı koruyucu alüminyum florid (AlF_3) filmini de oluşturur [26]. TiAlN kaplamaların sahip olduğu düşük termal iletkenlik, talaşlı imalatta ısının çoğunun talaş yoluyla atılmasını sağlar. Dolayısıyla taban malzemesi termal olarak yüklenmez ve daha yüksek kesme hızları seçilebilir [8,26]. Bununla birlikte TiAlN kaplama, kırılganlığından ve yüksek sürtünme katsayısından dolayı, düşük kayma hızları ve aralıklı kesme uygulamalarında TiN'den daha düşük performans gösterir [8,15,27]. Yapılan araştırmalarla, TiN ve AlN'den oluşan çok tabaka kaplamalarla, TiAlN tek tabaka kaplamalardan daha üstün özelliklerin elde edildiği de tespit edilmiştir [15].

TiN, Ti atomlarının oluşturduğu yüzey merkezli kübik bir kafesle, N atomları tarafından boşlukları doldurulan bir sekizyüzlünün birleşiminden meydana gelen NaCl tipi bir yapıya sahiptir [28]. TiN kaplamaların sahip olduğu, yüksek sertlik, yüksek kimyasal kararlılık ve taban malzemesine yüksek yapışma mukavemeti gibi özellikler, TiN'ün kesme ve şekillendirme takımları için en popüler kaplama olmasını sağlamıştır [29,30]. Bununla birlikte, sıcaklığın 500 °C'yi geçtiği uygulamalarda (hava ortamında), hızlı bir şekilde yüzeyinde titanyumdioksit (TiO_2 vb.) tabakası oluşur [28,31]. Sıcaklığın yükselmesiyle bu tabakanın kalınlığı da artar ve sıcaklığın 700 °C'ye ulaşması ile oksit filminin kalınlığı birkaç mikrometreye (μm) kadar ulaşabilir. Oksit filmi genelde kırılgandır ve kırıldığı zaman da yalnızca taban malzemesini koruma özelliğini yitirmekle kalmaz, ayrıca takım geometrisinde de ciddi değişikliklere sebep olarak servis ömrünün azalmasına sebep olur. Hatta bazı uygulamalarda kaplanmamış takımlardan bile daha düşük servis ömürleri ile karşılaşılabilir. Yüksek hızlı şekillendirme kalıplarında da aynı problemlerle karşılaşılır. Dolayısıyla, yüksek sertlik ve yüksek oksidasyon direnci özelliklerinin birlikte sağlanabileceği kaplamalara ihtiyaç duyulur [28].

Al ve N atomlarının güçlü kovalent bağlarla bağlanarak oluşturduğu AlN ise, en çok bilinen yüksek sıcaklık malzemeleri arasında yer alır. AlN, diğer III-V bileşikleri; bor nitrür (BN) ve silisyum karbür (SiC) gibi yüksek ergime noktası ve bağ mukavemetine sahiptir. Ayrıca AlN'deki Al'un yüksek oksidasyon direnci sağladığı da bilinmektedir [28,30]. AlN, dikkate değer sertliğinin yanında, ısıl ve kimyasal kararlılık, yüksek elektrik direnci ve geniş bir bağ aralığına da (6 eV) sahiptir. Bu özelliklerinden dolayı AlN ince filmler, mikroelektronikte, optoelektrik ünitelerinde, ayrıca çeşitli amaçlarla kullanılan korozyon dirençli tabakalar olarak geniş bir uygulama alanına sahiptir [9]. AlN, iki tür kristal yapıya sahiptir. Bunlar; Wurtzite yapı (α-fazı) ve NaCl yapısıdır (β-fazı). Normal koşullar altında (oda sıcaklığı ve atmosferik basınç) gözlenen yapı Wurtzite yapısıdır [28]. AlN, yüksek sıcaklıklara maruz kaldığında, Al atomları dışarıya doğru difüze olur ve kısa sürede yüzeyde bir alüminyum oksit (Al_2O_3) filminin oluşmasını sağlar. Bu tabaka yüksek enerjili bir bariyer görevi görerek, oksijenin kaplamaya difüzyonunu ve oksidasyonun ilerlemesini engeller [28,30,32]. AlN'ün en önemli dezavantajı ise taban malzemesine olan düşük yapışma mukavemetidir. Genelde, AlN ile taban malzemesi arasına, yapışma direnci yüksek bir tabaka uygulanır [28].

TiAlN ve TiN/AlN kaplamalarda, TiN ve AlN tabakaların yukarıda sayılan avantajları bir araya getirilmiş olur [33,34]. TiAlN kaplama özelliklerinin, çok tabaka kaplama uygulamalarıyla geliştirilmeye çalışıldığı çeşitli çalışmalar da vardır [35]. Örneğin, ısıl yorulma özelliği, termal iletkenlik katsayısı düşük olan oksit bir üst tabaka uygulanarak iyileştirilebilir ve H13 kalıplarda karşılaşılan çatlama riski azaltılabilir [36]. TiAlCN/TiAlN/TiAl kaplamaların ise AISI 4140 çeliğinin kazımalı (fretting) aşınma direncini geliştirdiği tespit edilmiştir [37]. Çeşitli elemenetlerin ilavesi ile TiAlN kaplamaların özellikleri iyileştirilebilir. Silisyum (Si) ilavesinin TiAlN kaplamaların sertliğini arttırdığı bilinmektedir [19,38]. Yitriyum (Y) ve krom (Cr) ilavesi ile de oksidasyon özellikleri iyileştirilebilir [1,39]. Ayrıca, zirkonyum (Zr) Ti-N esaslı kaplamaların ve bor (B) da Ti-Al esaslı kaplamaların aşınma direncini geliştiren elementlerdir [1]. Literatürde, Ti ve Al esaslı ve farklı elementleri de içeren nano-yapılı ve süper kafes kaplamaların özelliklerinin incelendiği çeşitli çalışmalar da yapılmış olup [40-53], TiAlN kaplamaların özellikleri üzerine kaplama parametreleri, hedef-taban malzemesi mesafesi ve dubleks işlemin (plazma nitrürleme+PVD kaplama) etkilerinin incelendiği çalışmalar ve bulunan sonuçlar alt bölümde özetlenmektedir.

2.3. TiAlN Kaplamaların Özellikleri Üzerine Kaplama Parametreleri, Hedef-Taban Malzemesi Mesafesi ve Dubleks İşlemin Etkileri

TiAlN kaplamaların Ti, Al ve N bileşimini, dolayısıyla yapısal, mekanik ve tribolojik özelliklerini etkilyen temel etkenlerin başında kaplama yöntemi ve kaplama parametreleri gelmektedir. TiAlN kaplamalar, çeşitli PVD yöntemleri ile üretilebilmekte olup, en yaygın kullanılan yöntemlerden birisi de çeşitli (bileşik TiAl, kompozit TiAl veya ayrı Ti ve Al) hedef malzemelerinin kullanıldığı manyetik alanda sıçratma tekniğidir. Kaplama bileşimi çeşitli yöntemlerle kontrol edilebilir. $Ti_{1-x}Al_xN$ kaplamaların yüksek Al içeriği ile üretilmesinin en yaygın yolu uygun bileşimli bir hedef malzemesi kullanmaktır. Bununla birlikte, ergitme veya toz metalurjisi ile üretilen bu tip hedeflerin bileşim aralığı sınırlıdır. Ayrıca hedef fiyatları da yüksektir. Alternatif bir metot, elemental Ti ve Al hedefler kullanmak ve her bir hedefin sıçratma gücünü değiştirmektir. Bununla birlikte, seçilen teknik dikkate alınmazsa problemlerle karşılaşılabilir. Çünkü yüksek Al içerikli bir $Ti_{1-x}Al_xN$ kaplama düşük bir elektriksel iletkenliğe sahiptir. Düşük iletkenlik, DC bias uygulanan kaplama işlemini zorlaştırır,

arklar oluşur. Arkı önlemenin bir yolu, taban malzemelerini düzenli olarak deşarj etmektir. Bu işlem, taban malzemelerine "bipolar pulslı bias" uygulayarak yapılabilir ve yüksek Al içerikli $Ti_{1-x}Al_xN$ kaplamalar da üretilmiş olur. Ayrıca pozitif puls sırasında, taban malzemelerinin bir miktar ilave ısınması da elektronlarla sağlanmış olur (electron heating) [54]. Bununla birlikte, $Ti_{1-x}Al_xN$ kaplamalarda x=0.6'ya kadar B1-NaCl tipi kübik yapının korunduğu ve TiN'e göre daha yüksek oksidasyon direnci ve sertlik değerlerinin elde edilebileceği, x=0.7'den sonra ise oluşan hegzagonal Wurtzite faz yapısından dolayı mekanik özelliklerin zayıfladığı da bilinmektedir. $Ti_{1-x}Al_xN$ kaplamalarda, $0.6 \leq x \leq 0.7$ aralığında ise NaCl tipi kübik yapı ile AlN hegzagonal Wurtzite yapısı birlikte bulunur [1,2,55,56].

Åstrand ve arkadaşları [54], $Ti_{1-x}Al_xN$ kaplamaları üretmek için, Ti ve Al sıçratma akımlarının değiştirilebildiği, sıçratma puls zamanları ve azot kısmi basıncı değiştirilerek kaplamanın kimyasal bileşimi ve özelliklerinin kontrol edilebildiği "bipolar pulslu manyetik alanda sıçratma" tekniğini kullanmışlardır. $Ti_{0.84}Al_{0.16}N$-$Ti_{0.16}Al_{0.84}N$ arasındaki bileşimlerde kaplamaları üretmişler, düşük Al'lu kaplamaların kolonsal, yüksek Al'lu kaplamaların daha yoğun görünüşte olduğunu gözlemlemişlerdir. Yüksek Al içerikli kaplamalarda hücre parametresinin daha küçük olduğunu ve yapının düşük Al'dan yüksek Al'a geçerken (111)'den (200)'a değiştiğini görmüşlerdir. Ayrıca yüksek Al içerikli (x>0.58) kaplamaların XRD analizlerinden amorf yapıda olduklarını ve daha düşük sertlik ve elastiklik modülüne sahip olduklarını da tespit etmişlerdir.

TiAlN kaplama özellikleri üzerinde etkili olan diğer bir parametre azot akış oranıdır. Jeong ve arkadaşları [57], sıçratma ile üretilen TiAlN kaplamaların özellikleri üzerine azot akış oranının etkilerini inceledikleri çalışmalarında, yüksek azot akış oranının kaplamaların daha yoğun ve ince taneli bir yapıya sahip olmalarına sebep olduğunu tespit etmişlerdir. Ramana ve arkadaşları [58] ve Oliveira ve arkadaşları da [59,60], TiAlN kaplamaların sertliğinin artan azot içeriği ile arttığını bulmuşlardır. Wuhrer ve arkadaşları [61], nano-yapılı TiAlN kaplamalarda artan azot basıncıyla birlikte ise biriktirme oranının ve kaplama sertliğinin azaldığını, yüzey pürüzlülüğünün ise arttığını tespit etmişlerdir. You ve arkadaşları da [62], AlN filmler için azot basıncının benzer şekilde biriktirme oranını azalttığını bulmuşlardır. Kaplama yapısı ve özellikleri üzerinde önemli etkiye sahip parametrelerden birisi de taban malzemelerine uygulanan

bias voltajıdır. Genel olarak, bias voltajının artması ile kaplama sertliği ve taban malzemesine yapışma direnci artar. Bunun sebebi, iyon bombardımanının oluşturduğu yoğun içyapı ile açıklanır. Bias voltajının belirli bir değerin üzerine çıkması ile de sertlikteki artış miktarı azalır. Barshilia ve arkadaşları [63], yaptıkları çalışmada bu değerin -75 V olduğunu tespit etmişler ve bu voltajda ürettikleri TiAlN kaplamaların daha yüksek yapışma direnci ile sertlik değerleri gösterdiğini belirtmişlerdir. Ramana ve arkadaşları [58] ise, çeşitli kaplama parametrelerinin TiAlN kaplamaların özelliklerine etkilerini inceledikleri çalışmalarında, -100 V bias voltajının 0 ve -50 V'a göre daha yüksek sertlik değerleri verdiğini tepit etmişlerdir. Bias voltajının diğer bir etkisi de kaplama yapısındaki artık gerilme değerlerini arttırmasıdır. Ahlgren ve arkadaşları [64], -40 ve -200 V arasındaki bias voltajlarının etkilerini inceledikleri çalışmalarında, bias voltajının artmasıyla artık gerilmelerin de arttığını, -40 V'tan -70 V'a olan artışın maksimum seviyede olduğunu (-1.7 GPa'dan -4.4 GPa'a), -100 ve -200 V bias voltajlarında bu değerin nispeten sabit kaldığını (5 GPa) tespit etmişlerdir. Ayrıca, Barshilia ve arkadaşlarına [63] benzer şekilde, -70 V biasta sertliğin maksimum olduğunu ve bu değerden sonra da sabit kaldığını belirtmişlerdir. Bias voltajı ayrıca, süper kafes kaplamalarda, nispeten pürüzsüz arayüzeyler ve yoğun nano-kristal mikroyapı için de tavsiye edilir [65].

Yapılan çeşitli çalışmalarda, hedef-taban malzemesi mesafesinin üretilen Ti ve Al esaslı kaplamaların özellikleri üzerine önemli etkileri olduğu tespit edilmişse de bu konuda yapılan çalışmalar yine de sınırlı sayıdadır [61,62,66]. Kısa hedef-taban malzemesi mesafelerinde biriktirilen atomlar, hedefin erozyon profiline yakın dağılımlar gösterebilirler. Mesafe 100-150 mm'ye çıktığında, biriktirilen atomların dağılımı daha düzgün olmak birlikte, taban malzemesine ulaştıklarındaki kinetik enerjileri daha düşük seviyelerde olur. Kaplamanın çekirdeklenmesini ve yapısal gelişimini etkileyen faktörlerin başında ise biriktirilen atomların veya moleküllerin enerjileri gelmektedir [61]. Wuhrer ve arkadaşları [61], hedef-taban malzemesi mesafesinin 110 mm'den 65 mm'ye düşürülmesiyle, nano-yapılı TiAlN kaplamaların biriktirme oranı ve sertliğinin arttığını, daha yoğun bir yapı elde edilebildiğini tespit etmişlerdir. Chen ve arkadaşları [66], hedef-taban malzemesi mesafesinin 57 mm'den 85 mm'ye arttırılmasıyla birlikte biriktirme oranının azaldığını, Al/Ti oranının ise arttığını tespit etmişlerdir. You ve arkadaşları [62] ise, hedef-taban malzemesi mesafesinin 3 cm'den 10 cm'ye

çıkarılmasıyla, AlN filmlerin (002) yönelmesinin, karışık AlN (100), (002) ve Al (111) yönelmesine dönüştüğünü ve biriktirme oranının da azaldığını tespit etmişlerdir. Panich ve arkadaşları da [67], yaptıkları çalışmada, taban malzemesi dönüşü kullanılmadan üretilen TiB_2 kaplamaların, kristal yönlenmesi, tane yapısı, sertlik ve yapışma direnci bakımından daha üstün özellikler gösterdiğini tespit etmişler, bunun da sabit hedef-taban malzemesi mesafesinin kazandırdığı standart atom enerjilerinden kaynaklandığını vurgulamışlardır. Literatürde karşılaşılan bu tür özellik değişimleri dikkate alındığında, özellikle döner mekanizmalarla kaplanılması zorunlu olan kalıp vb. karmaşık şekilli parçaların kaplama işlemlerinde, hedef-taban malzemesi mesafesinin incelenmesi gereken önemli bir parametre olduğu sonucu ortaya çıkmaktadır. Kaplama parametreleri ile hedef-taban malzemesi mesafesinin TiAlN kaplamaların özelliklerine olan etkileri 4. Bölüm'de detaylı olarak ele alınacaktır.

Yüksek sıcaklıklara (>600 °C) ve aşırı yüzey yüklerine maruz kalan parçaların tribolojisi tüm dünyada yaygın bir şekilde çalışılmaktadır. Özellikle PVD metodu ile üretilen Ti ve Al esaslı kaplamalar, alüminyum ekstrüzyonunda plazma nitrürleme, plazma sprey kaplama ve CVD'ye nazaran önemli avantajlar sunmaktadırlar [68]. Alüminyum ekstrüzyon kalıpları aşırı termal ve mekanik gerilmelere maruz kalırlar. Bunun sonucu olarak; termal yorulma, abrazif aşınma, adhezif aşınma, erozyon ve korozyon karşılaşılan yaygın hasar mekanizmalarıdır [69,70]. Alüminyum ekstrüzyonda önemli olan çıkan parçanın boyutsal tamlığı ve yüzey kalitesi olduğundan kalıp aşınmasının kontrol altında tutulması gerekir [71]. Bu hasarları minimum seviyeye indirmek için nitrürleme en yaygın kullanılan yüzey işlemi olup günümüzde alüminyum ekstrüzyon kalıplarının %90-95'inde kullanılmaktır [72]. Ayrıca, PVD sert seramik tekli ve çoklu tabakaları ile dubleks işlemler de yaygın bir şekilde kullanılmaktadırlar [72-74].

Kaplama ve taban malzemesi sertlikleri arasındaki fark, kaplamanın kırılgan ve taban malzemesi deformasyonuna karşı duyarlı olmasından dolayı, verimli bir şekilde kullanılabilmesini engeller. Bu sebeple, kaplama öncesi yapılan plazma nitrürleme işlemi ile çelik taban malzemesinin sertliği arttırılabilir ve kaplama ömrü uzatılabilir [74]. Alüminyum ekstrüzyon kalıplarına ve örnek numunelere uygulanan, dubleks işlemli CrN, TiN kaplamalar, TiN/TiAlN, TiAlCrYN, TiAlN/VN çok tabaka kaplamalar, TiBN kaplamalar, CrTiAlN ve $(Ti_{0.7}Al_{0.3})N$ esaslı kaplamalarla başarılı

sonuçlar alınmıştır [68-71,75-77]. TiB_2 kaplamalarda da yüksek aşınma direnci ve sıcak alüminyuma yapışmama avantajları tespit edilmiştir [78]. Ayrıca, CrN kaplamaların gaz nitrürlemeye kıyasla daha avantajlı olduğu da tespit edilmiştir [79]. Sıcak dövme (hot forging) kalıplarında kullanılan dubleks işlemlemle de (plazma nitrürleme+Balinit® Futura-TiN/TiAlN çok tabaka kaplama) başarılı sonuçlar elde edilmiştir [80,81]. Alüminyum ekstrüzyon kalıplarında kullanılan PVD kaplamalardan beklenen en önemli üç özellik; alüminyuma karşı yüksek kimyasal kararlılık, taban malzemesine iyi yapışma mukavemeti ve diğerlerine göre daha az öneme sahip olan yüksek sertlik olarak özetlenebilir [82]. Björk ve arkadaşları [78], CrN, (Ti,Al)N ve TiB_2 kaplamaların sıcak alüminyumla temas durumunda mekanik, ısıl ve kimyasal açıdan kararlı olduklarını ve alüminyum ekstrüzyon kalıplarında kullanılabileceklerini belirtmişlerdir. TiB_2 kaplama özellikle sıcak alüminyumun yapışmasını engelleyen özellikler sunmaktadır. Bunun yanında, TiN kaplamaların sıcak alüminyumla temas durumunda düşük kimyasal inertliğinden dolayı zamanla mukavemetini kaybettiğini tespit etmişlerdir. Ayrıca H13 numunelerle yaptıkları aşınma testlerinde, block-on-ring konfigürasyonunu tercih etmişlerdir. Deneylerde kullandıkları yük 70 N, kayma hızı 0.08-0.16 m/s olup, alüminyum ekstrüzyonda yeni billet girişini karakterize etmek için 45 s'lik kayma periyodunu takiben 15 s'lik bir duraklama periyodu uygulamışlardır.

PVD kaplamaların ekstrüzyon kalıplarında bazı dezavantajları da vardır. En önemli nokta, kaplamanın hasar görmesine sebep olan, kaplama ve taban malzemesi sertlikleri arasındaki büyük farktır. Dubleks işlem yapılarak ani sertlik değişimi önlenir, kaplama yapışması iyileştirilir ve takım ömrü arttırılır [74,75]. Baracaldo ve arkadaşları [75], gaz nitrürlenmiş ve TiAlN kaplanmış H13 çeliklerinin aşınma dirençlerinin sadece TiAlN kaplanmış ve sadece gaz nitrürlenmiş olanlara göre daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir. Bunun da, nitrürleme işleminin kazandırdığı artan yük taşıma kapasitesinin ve kaplamanın oluşturduğu yoğun oksit tabakasının daha fazla oksitlenmeye engel olmasının ve kaplamanın mekanik özelliklerini korumasının bir sonucu olduğunu vurgulamışlardır. Baracaldo ve arkadaşları, ball-on-disc testlerini oda sıcaklığında (25 °C) ve alüminyum ekstrüzyon şartlarını oluşturmak için yüksek sıcaklıkta (600 °C) yapmışlardır.

Müller de [69], plazma nitrürleme işlemi uygulanan ve PACVD (plazma destekli kimyasal buhar biriktirme) ile TiBN kaplanan alüminyum ekstrüzyon kalıplarında

gelişmelerin olduğunu tespit etmiştir. PACVD ile üretilen Ti esaslı nano-yapılı ve nano-kompozit nitrür ve borürler de, yüksek sertlik, düşük çözünürlülük ve metal eriyiklere karşı yüksek korozyon kararlılığı özelliklerine sahiptirler [70]. Tez çalışmasında dubleks işlemin tercih edilmesinin sebebi de, yukarıda bahsedilen avantajlarından dolayı, kaplamanın yük taşıma kapasitesinin arttırılmasını ve dubleks işlemin kaplama parametreleri ile olan etkileşiminin ortaya konulmasını sağlamaktır.

Tez çalışmasında kullanılan AISI H13 çeliği, genelde alüminyum ekstrüzyon kalıplarında tercih edilen bir sıcak iş takım çeliğidir. H13 çeliğinin özelliklerini tanıyabilmek için ekstrüzyon işlemine yakından bakmak gerekir. Alüminyum ekstrüzyonda, sıcak bir billet ekstrüzyon kalıbının şekillendirilmiş boşluğundan geçecek şekilde yüksek basınç ve sıcaklıkta preslenir [74]. Genelde 10-25 MN'luk kuvvet hidrolik presle uygulanır ve çok çeşitli şekil ve uzunluklara sahip profiller kullanılarak mil, boru, tel vb. ürünlerin ekstrüzyonu gerçekleştirilebilir. Ekstrüzyondan önce billetler ve kalıp genelde 450-500 °C sıcaklığa ısıtılır. Sürtünme ve deformasyonla kalıp yüzeyi üzerindeki ürün sıcaklığı gerçek ekstrüzyon sıcaklığı olan 550-620 °C'ye yükselir ve aşırı alan azalmasıyla billetten istenilen profil üretilir [72,74]. Ekstrüzyon yarı devamlı bir prosestir. Bir billetin ekstrüzyonu 45 s içerisinde gerçekleştirilir ve yeni billetin girişi için ekstrüzyon 5-15 s durur. Bu işlem çalışma ve durma çevrimi (start and stop cycle) olarak adlandırılır. Ekstrüzyonda çıkış hızı genelde 5-100 m/dak arasında değişir. Düz bir ürün elde etmek için ekstrüzyon ürünü kalıp çıkışında hafif bir plastik uzama kazanacak şekilde çekilir [72]. Profil yüzeyi, kalıp boşluğunda alüminyumla kalıp malzemesi arasındaki kuru şartlardaki kayma teması sonucu oluşur. Ekstrüzyon kalıplarının aşınması, ürünün hem boyut hem de yüzey kalitesini etkilediğinden teknolojik ve ekonomik yönden büyük bir öneme sahiptir. Aşınmayı minimum seviyeye indirmek için ekstrüzyon kalıpları sıcak iş takım çeliklerinden üretilirler ve genellikle nitrürleme işlemine tabi tutulurlar [74]. AISI H13 sıcak iş takım çeliği genelde yalnızca ekstrüzyon kalıpları için tercih edilen bir takım malzemesidir [74,83]. AISI H13, yüksek mukavemet ve süneklik, iyi temperleme direnci ve makul fiyat özelliklerine sahiptir. Ayrıca, nitrürleme gibi yüzey işlemlerine de uygun bir malzemedir ve 450-500 HV sertlik değerleri verecek şekilde sertleştirilmiş ve temperlenmiş olarak kullanılır [74]. Bu özelliklerinden dolayı, deneysel çalışmada da AISI H13 çeliğinin kullanılması tercih edilmiştir.

3. BÖLÜM

PVD KAPLAMA YÖNTEMLERİ VE PLAZMA NİTRÜRLEME İŞLEMİ

3.1. Giriş

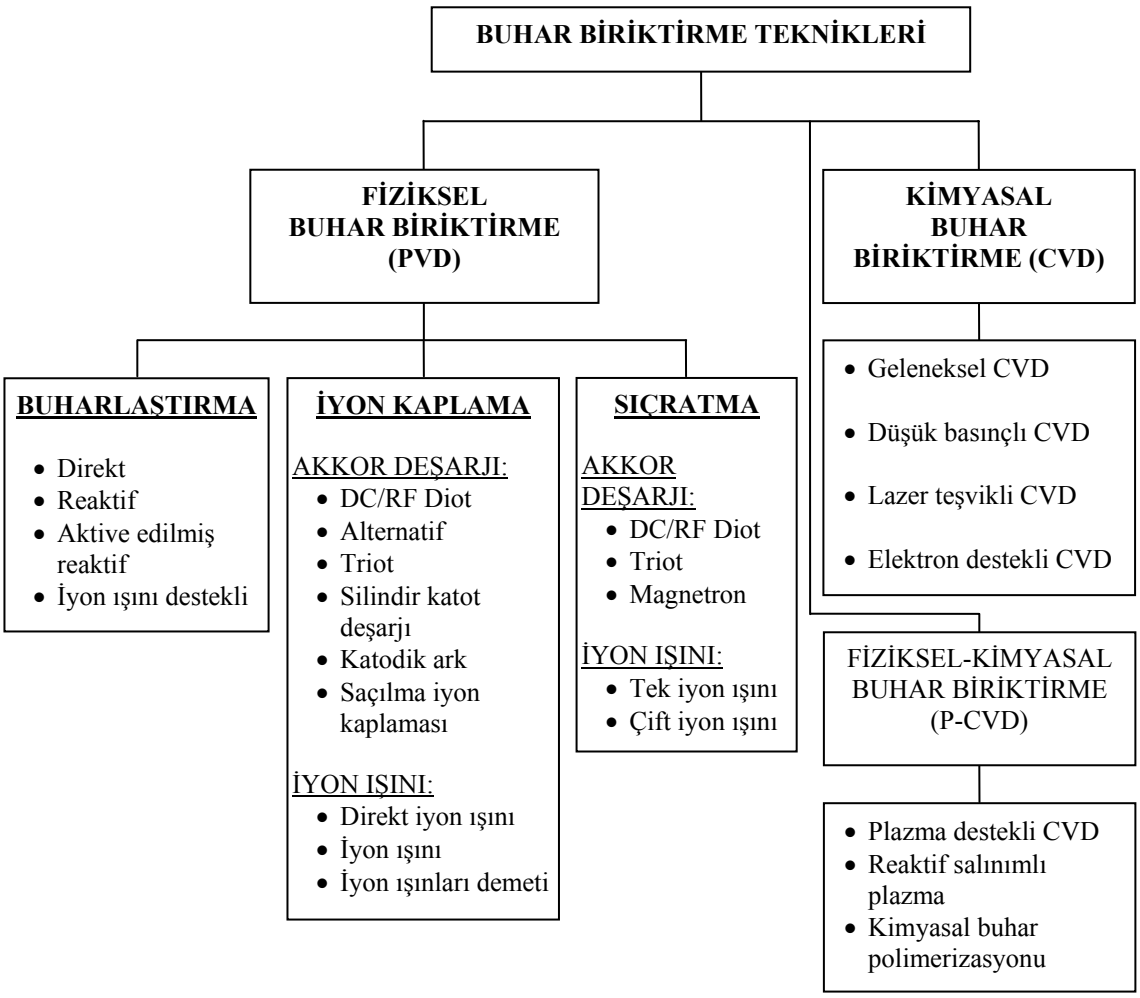
Malzemelerin sertlik, aşınma ve korozyon direnci gibi yüzey yapısını ilgilendiren özelliklerini geliştirmek veya malzemelere farklı uygulama alanları için alternatif özellikler kazandırmak amacıyla, yüzeylerine çeşitli kalınlık ve özelliklerdeki kaplamaların uygulanması uzun yıllardır kullanılan bir yöntemdir. Bu sayede, mukavemeti düşük ve daha ucuz olan ve tokluk özelliklerinin de korunması istenilen taban malzemelerinin yüzey özellikleri ekonomik olarak geliştirilmekte, yüksek sıcaklık ve vücut içi implant uygulamalarının da yolu açılmaktadır. Çeşitli bileşimlerdeki banyolarda elektroliz yöntemi ile gerçekleştirilen geleneksel kaplama yöntemleri, plazma ve vakum kontrol teknolojilerindeki hızlı gelişme ile günümüzde buhar biriktirme tekniklerinin gelişmesini sağlamıştır.

3.2. PVD Kaplama Yöntemleri

Buhar biriktirme teknikleri; fiziksel buhar biriktirme (PVD), kimyasal buhar biriktirme (CVD) ve akkor ışık plazmasının kullanılmaya başlanmasıyla CVD'nin değişime uğramış hali olan fiziksel-kimyasal buhar biriktirme (P-CVD) olmak üzere üçe ayrılır. Buhar biriktirme tekniklerinin sınıflandırılması, Şekil 3.1'de gösterilmektedir.

CVD tekniğinde, sıcak taban malzemesi yüzeyi üzerinde atomistik olarak bir kaplama oluşturmak için, termal olarak ayrışabilen (piroliz) veya diğer gaz ya da buharlarla kimyasal olarak reaksiyona giren, buharlaşabilen bir kaplama malzemesi bileşeni kullanılır. Kimyasal reaksiyonlar, genellikle 150-2200 ºC sıcaklık aralığında ve yaklaşık olarak 0.5 torr'dan atmosfer basıncına kadar değişebilen bir basınç aralığında meydana gelir. CVD kaplamalar nispeten iyi yapışma gösterirler, fakat yüksek taban malzemesi

sıcaklıklarının (1000-1200 °C) gerekmesi, bu tekniğin uygulamalarını yüksek sıcaklıklara dayanabilen taban malzemeleri ile sınırlandırmaktadır. Ayrıca bu sıcaklıklar, parçanın özellikleri ve yapısında değişimlere sebep olabilir. Oysa PVD tekniğinde, taban malzemesi daha düşük sıcaklıklara (200-600 °C) maruz kalır.



Şekil 3.1. Buhar biriktirme tekniklerinin sınıflandırılması [84].

PVD metodu, esas olarak vakum altında bulunan malzemelerin buharlaştırılarak veya sıçratılarak atomların yüzeyden kopartılması ve kaplanacak olan taban malzemesi yüzeyine atomsal veya iyonik olarak biriktirilmesi esasına dayanır. PVD yönteminin ilk uygulaması, Faraday'ın 1850 yılında metalleri vakum altında buharlaştırarak ürettiği kaplamalar olarak kabul edilebilir. Kundt ise 1888 yılında, bu yöntem kullanılarak üretilmiş ince filmlerin yansıtma özellikleri üzerine bazı çalışmalar yapmıştır. Daha sonraki yıllarda ise, ince metalik film tabakalarının kinetiği, gazların difüzyonu ve gaz-

metal reaksiyonları üzerine bir takım araştırmalarda bulunulmuştur. Vakum teknolojisinde sağlanan gelişmeler sonucunda ise, PVD tekniği endüstriyel olarak kullanılmaya başlanmıştır.

PVD tekniği ile hemen hemen her metal, alaşım, seramik, metaller arası ve bazı polimerik malzemeler ile bunların karışımları, vakumdaki çalışma sıcaklıklarında kararlı olan hemen hemen her malzemeden (metaller, seramikler, plastikler ve kâğıt gibi) üretilmiş taban malzemeleri üzerine kolaylıkla kaplanabilir. PVD metodunun uygulama alanları Tablo 3.1'de özetlenmektedir.

Tablo 3.1. PVD Metodunun Temel Uygulama Alanları [84].

Uygulama Sahası		Örnek Uygulamalar
1. Tribolojik uygulamalar	**:**	Kesici takımlar, kalıplar, kayma veya dönme hareketi yapan ve yüksek aşınma direncinin gerekli olduğu makina parçaları.
2. Elektriksel uygulamalar	**:**	Yarı iletken parçalar, entegre devreler, kapasitörler, rezistörler, süper iletkenler, güneş pilleri.
3. Optik uygulamalar	**:**	Lazer optikler, aynalar, projektör yansıtıcıları, kameraların optik elemanları.
4. Kimyasal uygulamalar	**:**	Gaz türbin motorları, denizcilik uygulamaları, korozyona karşı dirençli olması istenilen parçalar.
5. Dekoratif uygulamalar	**:**	Takılar, gözlük çerçeveleri, saatler, oyuncaklar.

PVD metodunun avantajları ise şu şekilde özetlenebilir:

1. Teorik olarak her çeşit metal, alaşım, seramik ve polimer kaplamaları elde etmek mümkündür. Hemen hemen her kaplama her taban malzemesi üzerine biriktirilebilir.
2. PVD teknolojisi ile kaplamaların yanısıra; saç, folyo ve boru gibi parçalar da biriktirilebilir.
3. Kaplamalar mükemmel yapışma özelliğine sahiptirler.
4. Biriktirme hız aralığı oldukça geniştir ve yüksek hızda üretim yapılabilir.
5. Kaplama sonrası yüzey pürüzlülüğü, taban malzemesi yüzey pürüzlülüğüyle hemen hemen aynı olduğundan, kaplama sonrası zımparalama ve parlatma gibi yüzey işlemlerine ihtiyaç duyulmaz.
6. PVD tekniklerinin hiçbiri, çevreye zararlı zehirli atıklar üretmez.

7. Kontrollü vakum ortamı ve saf kaynak malzemelerinin kullanımı, yüksek saflıkta kaplamaların elde edilmesini sağlar.
8. Prosesin nispeten düşük sıcaklıklarda yapılabilmesi, ısıl işlem görmüş takım çeliklerinin sertlik kaybını önler.
9. Geometrik olarak karmaşık parçaların döner mekanizmalarla homojen olarak kaplanabilmesi mümkündür ve kaplama kalınlığının düşük olması (1-5 μm) parça toleranslarının muhafaza edilmesini sağlar.
10. Kesici takımlar, keskin köşe ve uçlarının keskinlik özellikleri bozulmadan kaplanabilirler, ayrıca takımlar ve kalıplar bilendikten sonra tekrar kaplanabilirler.
11. PVD kaplamaların sökülerek tekrar kaplama yapılabilmesi imkânı vardır.

PVD metodu, üç grup altında sınıflandırılabilir. Bunlar; "buharlaştırma", "iyon kaplama" ve "sıçratma" teknikleridir.

3.2.1. Buharlaştırma Yöntemi

Buharlaştırma tekniği, en eski ve en yaygın kullanılan vakum biriktirme tekniklerinden biridir. Buharlaştırma tekniğinde kaplama malzemesi, kaynak malzemesini belli bir sıcaklığa (1000-2000 ºC), vakumda (10^{-8}-10^{-2} torr) ısıtmakla meydana getirilir. Bu şekilde buhar basıncı (>10^{-2} torr), çevreleyen oda basıncını geçer ve yoğunlaşma için yeterli buharı üretir. Kaplama malzemesi, elektriksel olarak nötr bir durumdadır ve kaynağın yüzeyinden 0.1-0.3 eV arasındaki termal enerjilerde çıkar. Kaynak-taban malzemesi arası açıklık, 150-450 mm arasında değişir.

Birçok malzeme (metaller, alaşımlar, metaller arası bileşikler ve refrakter bileşikler) hemen hemen her taban malzemesi üzerine (polimerler dâhil) uygun bir teknik kullanılarak kaplanabilir. Taban malzemesi; havada asılı, topraklanmış veya elektriksel olarak polarize edilmiş olabilir ve yoğun ve eş eksenli tane morfolojisine sahip metal ve refrakter bileşiklerin kaplamaları için yüksek bir sıcaklığa kadar (200-1600 ºC) ön ısıtılmalıdır. Yüksek taban malzemesi sıcaklıklarında biriktirilmiş birçok refrakter bileşiğin kaplamaları; daha iyi yapışma, yüksek sertlik ve aşınma direnci gösterirler. Buharlaştırma işleminde, tipik kaplama kalınlıkları 0.1-100 μm arasında değişir. Kaynak malzemeleri; toz, tel veya çubuk şeklinde olur ve buharlaştırılmaları için çeşitli

yöntemler kullanılır. Bunlar; rezistanslı buharlaştırma, radyasyonla buharlaştırma, radyo frekansı (RF) endüksiyonuyla buharlaştırma, elektrik arklı buharlaştırma, lazerli buharlaştırma ve elektron ışınlı buharlaştırma olarak sıralanabilir. Buharlaştırmanın başlıca avantajı, diğer vakum biriktirme teknikleriyle karşılaştırıldığında daha basit ve ucuz olması ve yüksek biriktirme hızlarına sahip olmasıdır. Buharlaştırma tekniği, buhar türlerinin düşük kinetik enerjileri nedeniyle, genelde düşük kaplama yapışmasıyla sonuçlanır. Ayrıca, yüksek taban malzemesi sıcaklıkları, ince taban malzemelerinin eğrilip çarpılmasına neden olabilir ve metalik taban malzemelerinin ısıl işlemini değişikliğe uğratabilir. Bu yüzden de, diğer vakum biriktirme tekniklerine göre tribolojik uygulamalar açısından daha az tercih edilir. Fakat basit oluşu, düşük maliyeti ve yüksek biriktirme hızları, tekniği birçok uygulama için ilgi çekici hale getirmektedir.

3.2.2. İyon Kaplama Yöntemi

Akkor deşarjını kullanan iyon kaplama veya iyon buhar biriktirme tekniği, ilk olarak Mattox tarafından ortaya atılmıştır. İyon kaplamada, kaplamanın taban malzemesine yapışmasını arttırmak için metal buharının kısmi iyonizasyonu kullanılır. Biriktirme sırasında taban malzemesi yüzeyi ve/veya biriktirilen kaplama, bombardımansız biriktirmeye kıyasla, ara yüzeysel bölgelerde ve kaplama özelliklerinde değişikliklere neden olabilecek kadar yüksek enerjili iyon akımıyla ve enerjik nötrallerle karşı karşıya kalır.

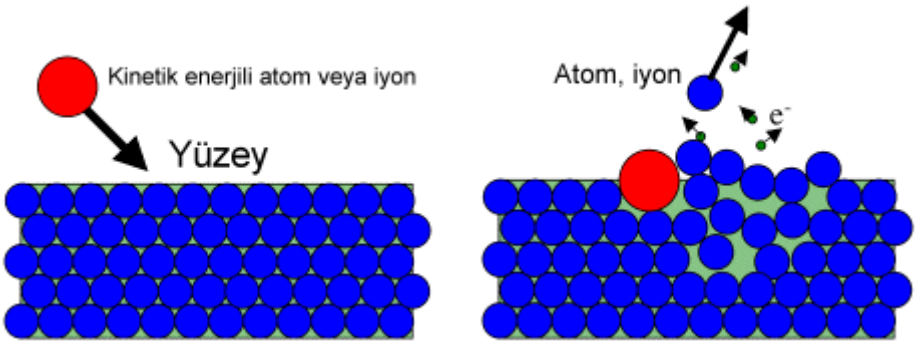
İyon kaplama işleminden önce, sıçratma biriktirme tekniğinde olduğu gibi yüzey kirliliklerini ve engelleyici tabakaları gidermek için taban malzemesi belli bir süre inert gaz iyon bombardımanına maruz bırakılır. Bu işleme; "sıçratma temizlemesi" adı verilir. Taban malzemesi yüzeyi sıçratma ile temizlendikten sonra, iyon bombardımanı kesilmeden kaplamanın biriktirilmesine başlanır. Bir kaplamanın oluşabilmesi için, biriktirme hızının sıçratma hızını geçmesi gerekmektedir.

3.2.3. Sıçratma Yöntemi

Sıçratma, yüksek enerjili parçacıklar tarafından yüzeyin bombardıman edilmesiyle, momentum değişimine bağlı olarak, kaplama malzemesinin katı yüzeyinden çıkartılıp fırlatıldığı bir tekniktir. Yüksek enerjili parçacıklar, genellikle ağır bir inert veya reaktif

gazın (argon en yaygın kullanılan asal gazdır) ya da kaplama malzemesi türlerinin pozitif iyonlarıdır. Sıçratılmış malzeme, "hedef" adı verilen kaplama malzemesinin kaynağından atomik bir halde fırlatılır. Taban malzemesi, sıçratılmış atomların akışını kesmesi için hedefin önüne yerleştirilir. Sıçratma momentum değişimi, yüzeyin sadece 1 nm altını kapsayan bir bölgede meydana gelir.

Sıçratma teknikleri, akkor deşarjlı sıçratma ve iyon ışınlı sıçratma olmak üzere iki kategori altında sınıflandırılabilir. Akkor deşarjlı sıçratma tekniğinde, hedef adı verilen kaplama malzemesi kaynağı, 10^{-7}-10^{-5} torr'a vakumlandırılmış ve daha sonra argon gibi inert bir gazla, bir plazma deşarjı sağlamak için yeterli bir basınca (geleneksel planar diod teknikleri için; 5.10^{-3}-10^{-1} torr) yeniden getirilmiş bir vakum odasına yerleştirilir. Daha sonra hedefe, plazmadan gelen pozitif iyonlar tarafından bombalanması için negatif bir bias (DC cihazı için; 0.5-5 kV) uygulanır. Bu voltaj tarafından hızlandırılan iyonlar hedefe çarparlar ve hedef malzemesinden atomların sıçratılmasına neden olurlar. Taban malzemeleri, sıçratılmış atomların akışını kesecek şekilde yerleştirilir ve sıçratılmış atomlar da taban malzemesi üzerinde yoğunlaşarak kaplamayı oluşturur. Sıçratma olayı, şematik olarak Şekil 3.2'de gösterilmektedir.



Şekil 3.2. Sıçratma olayının gerçekleşmesi [85].

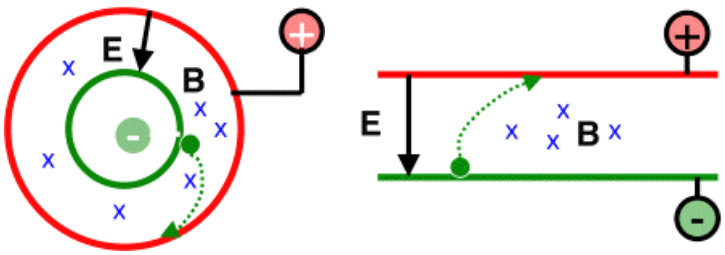
İyon ışınlı sıçratma (veya ikincil iyon ışını biriktirme) tekniğinde, iyon bombardıman kaynağı, hedeften kaplama malzemesini sıçratıp uzaklaştırmak için kullanılan bir dış iyonizasyon kaynağıdır (10^{-7}-10^{-4} torr'luk bir basınçta). İyon ışınları; inert veya reaktif gaz iyonları ya da kaplama malzemesinin iyonlaşmış türleri olabilir. Bombardıman iyon enerjileri, akkor deşarjlı sıçratmada 100-1000 eV, iyon ışınlı sıçratmada ise 100 eV-10

keV arasında değişir. Bir katı yüzeyinde bulunan atomlar, yüzeye 2-10 eV arasındaki enerjilerle (süblimasyon enerjisi) bağlıdırlar.

Sıçratılmış atomların ortalama enerjileri, 10-40 eV (manyetik alanda sıçratma tekniğinde 100 eV'a kadar çıkabilir) arasında değişir. Buharlaştırmada ise, buharlaşmış atomların 0.1-0.3 eV'luk enerjilere sahip olduğu görülür. Bu yüzden de sıçratma tekniği, buharlaştırma ve diğer birçok kaplama teknolojisiyle karşılaştırıldığında nispeten yüksek enerjili bir tekniktir. Ayrıca, bazı sıçratma tekniklerinde kullanılan yüksek akım yoğunluklarında, hedefin soğutulması gerekmektedir. Sıçratma tekniği evrensel bir tekniktir ve kaplama bileşimi yüksek bir hassasiyetle kontrol edilebilir. Kaplama malzemesi, buhar fazına kimyasal veya termal bir işlemden ziyade mekaniksel bir işlemle (momentum değişimi) geçtiğinden dolayı, hemen hemen her malzeme kaplama için aday olabilir. Farklı buharlaşma hızlarına sahip alaşımlar, bileşimleri değişmeden biriktirilebilir, ayrıca kaplama yapısına makropartikül girme olasılığı da oldukça düşüktür. Kaplama hedefi ise, hemen hemen sınırsız sayıdaki yöntemlerden biriyle şekillendirilebilir. Bununla birlikte sıçratmanın işlem maliyeti, buharlaştırma yöntemine göre 3-10 kat daha yüksektir [84].

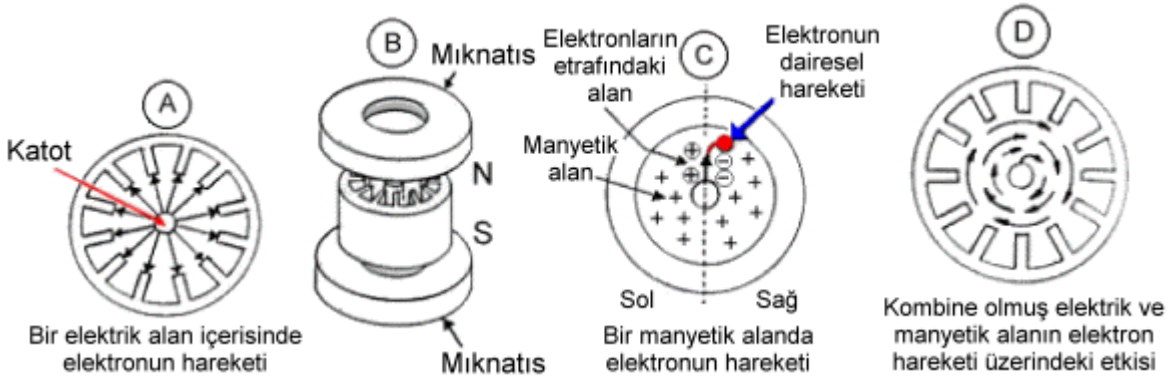
3.2.3.1. Manyetik Alanda Sıçratma Metodu

Sıçratma metodunun en yaygın kullanılan tiplerinden birisi de plazmanın hedef yanı bölgesine sınırlandırılmasını sağlamak için çeşitli mıknatıs kombinasyonlarının kullanıldığı manyetik alanda sıçratma (magnetron sputtering) prosesidir. Bir magnetron şu kısımlardan meydana gelir: 1. katot (elektron kaynağı), 2. anot (elektron kolektörü), 3. kombine olmuş elektrik ve manyetik alan ($B \perp E$) (Şekil 3.3).



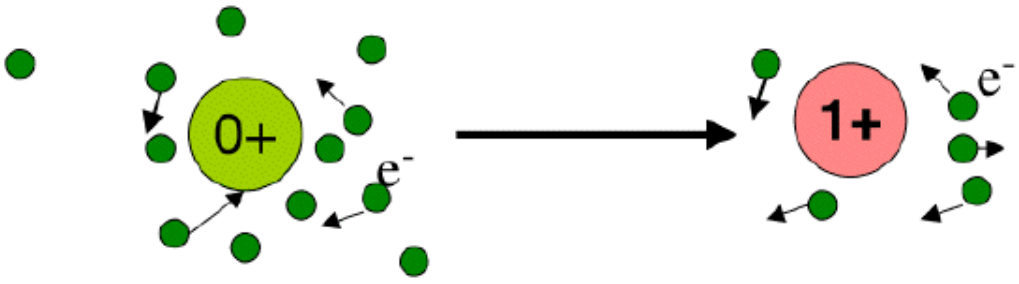
Şekil 3.3. Elektrik ve manyetik alanlar (Elektrik alan $\vec{E}$, Manyetik alan $\vec{B}$) [85].

Magnetronlar çeşitli tip ve özellikte olabilirler. En yaygın rastlayabileceğimiz magnetronlar bir mikrodalga fırın içerisindeki magnetron tüpleridir. Şekil 3.4'te, bir elektronun elektrik ve manyetik alanlar içerisindeki hareketi gösterilmektedir.

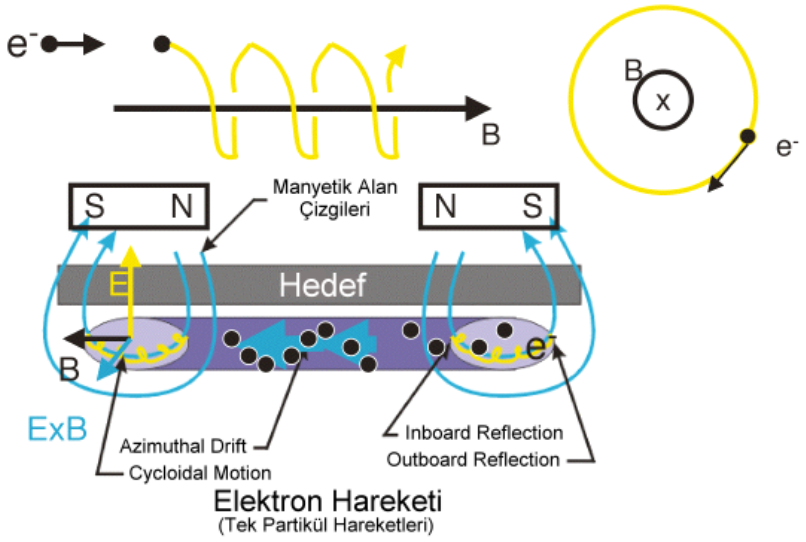


Şekil 3.4. Elektronun elektrik ve manyetik alanlar içerisindeki hareketi [85].

Vakum ortamında kaplama proseslerinin mantığını daha iyi anlayabilmek için "plazma" kavramını iyi bilmek gerekir. Plazma, pozitif iyonların ve elektronların nötr-benzeri (quasi-neutral) bir elektrik durumundaki akışlarıdır. Bu akışı içeren ortam elektrik ve manyetik alanlarla oluşturulur. Birçok plazma kaplama uygulamalarında pozitif iyonlar, nötral partiküller ve enerjitik elektronlar arasındaki çarpışmalarla meydana getirilir. Bir plazmadaki elektronlar, özellikle daha büyük iyonlarla (örneğin sıçratmada argon) karşılaştırıldığında oldukça hareketlidirler. Bu yüksek hareketliliğe sahip plazma elektronlarının kontrolü, plazma kontrolünün temelini oluşturur. Şekil 3.5'te bir plazmada elektron çarpışması ile nötr bir atomun iyon haline dönüşmesi ve Şekil 3.6'da ise kombine olmuş elektrik ve manyetik alan içerisinde elektron hareketi şematik olarak gösterilmektedir [85].

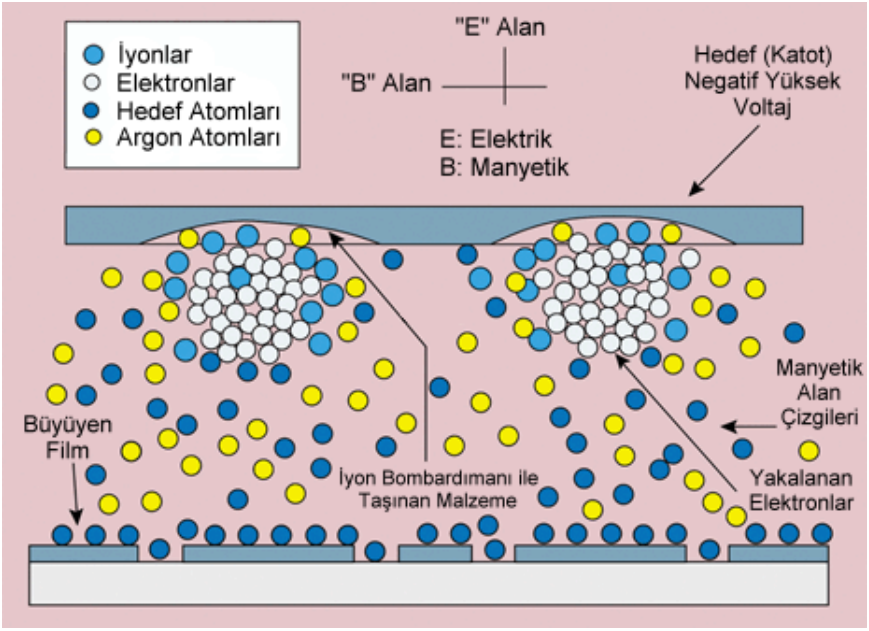


Şekil 3.5. Bir plazmada elektron çarpışması ile nötr bir atomun iyon haline dönüşmesi [85].



Şekil 3.6. Kombine olmuş elektrik ve manyetik alan içerisinde elektron hareketi [85].

Manyetik alanda sıçratmada da plazma benzer şartlarda oluşur. Pozitif argon atomlarına göre negatif olarak biaslanmış bir hedef ile "kapalı" manyetik alan arasındaki sınırlama yoğun bir plazma üretir. Sınırlandırılmış plazma içerisinde yüksek iyon yoğunlukları meydana getirilir ve daha sonra bu iyonlar negatif hedefe doğru çekilerek yüksek oranlardaki sıçratmayı meydana getirir. Manyetik alanda sıçratmada plazmanın oluşumu şematik olarak Şekil 3.7'de gösterilmektedir [86].



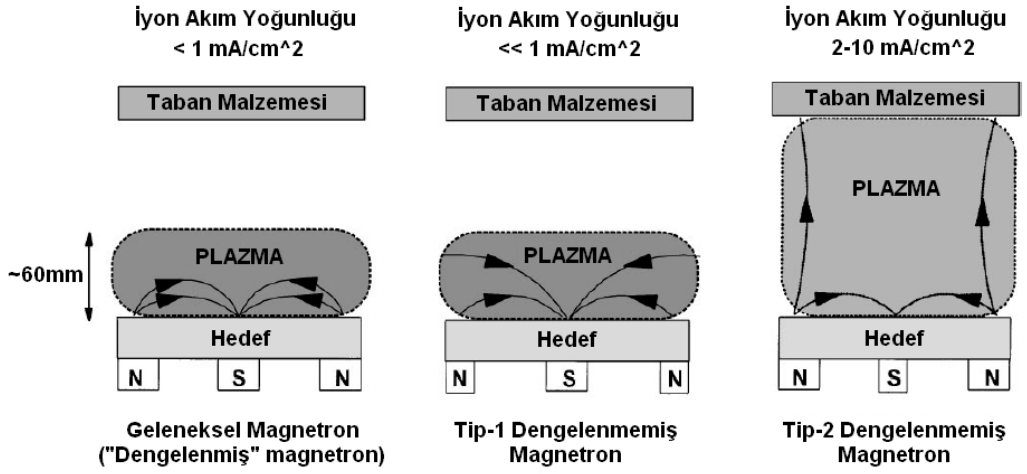
Şekil 3.7. Manyetik alanda sıçratmada plazmanın oluşumu [86].

Temel sıçratma yönteminde, bir hedef (veya katot) malzemesi, hedefin önünde oluşan bir deşarj plazması tarafından üretilen yüksek enerjili iyonlar tarafından bombardıman edilir. Bu bombardıman işlemi, momentum transferi ile hedef yüzeyinden atomların koparılmasına ve sıçratılmasına neden olur. Sıçratılan atomlar ise bir taban malzemesi üzerine yapışarak ince film tabakasını oluşturur. İyon bombardımanı sonucu hedef yüzeyinden ayrıca ikincil elektronlar da neşredilir ve bu elektronlar plazmanın devamlılığı için önemli bir rol oynarlar. Temel sıçratma yöntemi çok uzun yıllardır bilinen bir teknik olup, bugüne kadar birçok malzeme bu yöntemle başarılı bir şekilde sıçratılarak kaplama malzemesi olarak kullanılmıştır. Bununla birlikte, düşük biriktirme oranları, plazmanın sahip olduğu düşük iyonizasyon verimi ve taban malzemesinde görülen yüksek seviyedeki ısınma, yöntemi sınırlayan faktörlerdir. Bu sınırlamaların üstesinden gelmek için geliştirilen iki teknik, manyetik alanda sıçratma (magnetron sputtering) ve dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma (unbalanced magnetron sputtering) yöntemleridir. Mıknatıslar kullanılarak hedef yüzeyine paralel oluşturulan bir manyetik alan, ikincil elektron hareketinin hedef civarında sınırlandırılmasını sağlar. Mıknatıslar, bir kutup hedefin merkez ekseninde olacak, zıt kutup ise hedefin dış kenarına halka şeklinde yerleştirilmiş mıknatıslar tarafından oluşturulacak şekilde yerleştirilir. Elektronların bu yöntemle sınırlandırılması, elektron-atom çarpışmalarından meydana gelebilecek bir iyonizasyon ihtimalini önemli ölçüde arttırır. Mıknatıslarla elde edilen bu iyonizasyon verimi, hedef civarında yoğun bir plazma elde edilmesi anlamına gelir. Bu da sırasıyla, hedef iyon bombardımanını arttırır, daha yüksek sıçratma oranlarına ve taban malzemesinde de daha yüksek biriktirme oranlarına imkân tanır. Buna ilaveten, manyetik alanda sıçratma yönteminde elde edilen yüksek iyonizasyon verimi, temel sıçratma yöntemi ile karşılaştırıldığında, deşarjın daha düşük çalışma basınçlarında (10^{-2} mbar yerine 10^{-3} mbar seviyelerinde) ve daha düşük çalışma voltajlarında (-2 ile -3 kV yerine -500 V seviyelerinde) sürdürülebilmesini sağlar. Geleneksel bir magnetron ile dengelenmemiş bir magnetron arasında tasarım yönünden küçük bir fark olmakla birlikte, performans bakımından önemli bir fark mevcuttur. Geleneksel magnetronda plazma, yoğun bir şekilde hedef bölgesinde sınırlandırılır. Plazmanın yoğun olduğu bölge hedef yüzeyinden yaklaşık 60 mm'lik bir mesafeyi kapsar. Bu bölge içerisine yerleştirilen taban malzemelerinin üzerinde büyüyen filmler uygun iyon bombardımanına maruz kalır, bu da büyüyen filmin yapı ve özelliklerini etkileyebilir. Bu bölgenin dışına yerleştirilen taban malzemeleri ise düşük plazma

yoğunlunun etkili olduğu bölgede kalacaktır. Sonuç olarak, taban malzemesi tarafından çekilen iyon akımı (genelde <1 mA/cm^2) genelde film yapısını değiştirmek için yetersizdir. Bombardıman iyonlarının enerjisi, taban malzemesine uygulanan negatif potansiyelin arttırılmasıyla arttırılabilir. Fakat bu da filmde kusurların oluşmasına, film gerilmesinin artmasına, sonuçta da tüm film özelliklerinin zarar görmesine neden olur. Bu nedenle, geleneksel magnetronlar kullanılarak, büyük veya karmaşık şekilli parçaların üzerine yoğun kaplamalar biriktirmek zordur. Aşırı iç gerilmeler oluşturmadan yoğun filmler üretebilmek için, nispeten düşük enerjili (<100 eV) ve yüksek akışa sahip (>2 mA/cm^2) iyonlar genelde tercih edilir. Bu koşullar dengelenmemiş magnetronlarla kolayca sağlanabilir.

3.2.3.2. Dengelenmemiş Manyetik Alanda Sıçratma

Dengelenmemiş bir magnetronda, mıknatıslar tarafından oluşturulan dış halka merkez kutbuna göre daha güçlüdür. Bu durumda, tüm alan çizgileri magnetronun merkezine ve dış kutuplarına bitişik olmayacak, bir kısmı taban malzemesine doğru yönlendirilecektir. Böylece ikincil elektronların bir kısmı bu manyetik alan çizgilerini izleyecektir. Sonuç olarak plazma, hedef bölgesine sınırlanmaz ve taban malzemesine doğru yayılır. Böylece taban malzemesi biası da gerekmeden plazmadan yüksek iyon akımlarının çekilebilmesi mümkün olur. Farklı magnetronlarda görülen plazma bölgeleri şematik olarak Şekil 3.8'de gösterilmektedir.



Şekil 3.8. Geleneksel ve dengelenmemiş magnetronlarda görülen plazma bölgelerinin şematik gösterimi [87].

Dengelenmemiş magnetronlar, temel sıçratma kaynaklarıyla karşılaştırıldığında, yoğun kaplama atomu akışı sağlamalarının yanında ayrıca verimli birer iyon kaynağı olarak da görev yaparlar. Taban malzemesi tarafından çekilen iyon akımı, hedef akımıyla doğrudan orantılıdır. Biriktirme oranı da aynı zamanda hedef akımıyla orantılıdır. Sonuç olarak, diğer iyon-kaplama işlemlerinin aksine, taban malzemesine ulaşan iyon-atom oranı biriktirme oranının arttırılmasıyla değişmez.

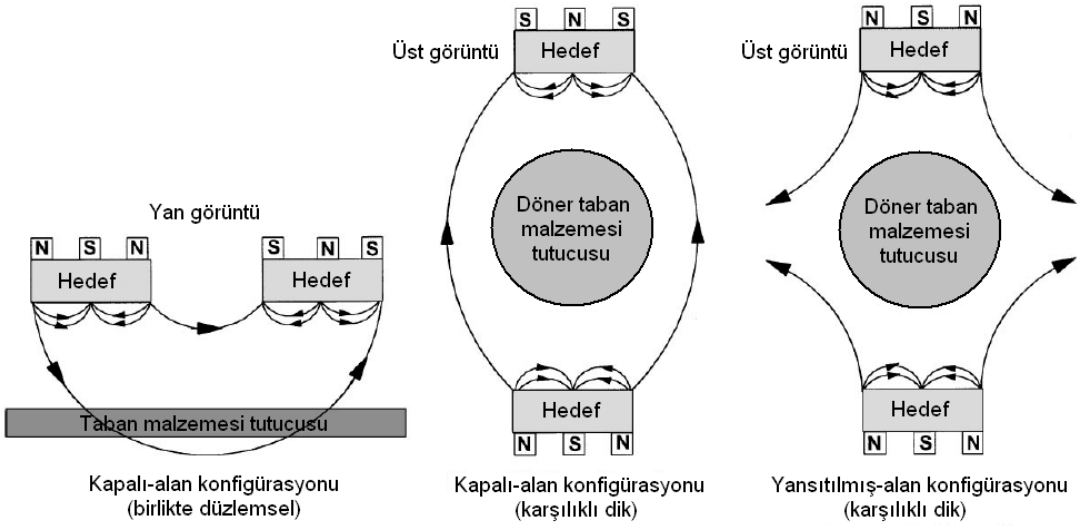
Bu şekilde tasarlanan dengelenmemiş magnetron, Window ve Savvides tarafından "tip-2" olarak adlandırılmaktadır. Bunun aksine, merkez kutbun dış kutba göre güçlendirilmesiyle oluşturulan magnetronu ise "tip-1" olarak isimlendirmişlerdir. Böyle bir tasarımda, birbirlerine yakın olmayan manyetik alan çizgileri kaplama odası duvarlarına doğru yönlendirilir ve taban malzemesi bölgesindeki plazma yoğunlu düşer (Şekil 3.8). Taban malzemesinde düşük iyon akımlarına sebep olmasından dolayı böyle bir tasarım çok sık kullanılmaz. Bununla beraber tekniğin, geniş yüzey alanlı, kimyasal olarak reaktif farklı metalik filmlerin üretilmesinde kullanılması için çalışmalar vardır.

3.2.3.3. Kapalı-Alan Dengelenmemiş Manyetik Alanda Sıçratma

Dengelenmemiş magnetronlarla sağlanan avantajlarla birlikte, karmaşık şekilli parçaları tek bir kaynak kullanarak, makul oranlarda üniform olarak kaplayabilmek oldukça zordur. Bu teknolojinin ticari olarak yaygın bir şekilde kullanılmasını sağlayabilmek için çok magnetronlu sistemler tasarlanmaktadır.

Çok magnetronlu bir sistemde, komşu magnetronlardaki manyetik düzen, aynı veya zıt manyetik kutuplar kullanılarak düzenlenebilir. Tasarım, eş manyetik kutuplar kullanıldığı zaman "yansıtılmış", zıt manyetik kutuplar kullanıldığı zaman ise "kapalı alan" konfigürasyonu olarak isimlendirilir (Şekil 3.9). Yansıtılmış durumda, manyetik alan çizgileri kaplama odası duvarına doğru yönlendirilir. İkincil elektronlar daha çok bu hattı takip ederler ve taban malzemesi bölgesindeki plazma yoğunluğu düşük olur. Bunun aksine, kapalı alan konfigürasyonunda alan çizgileri magnetronlar arasında birleşir. Kaplama odası duvarlarındaki kayıplar azdır ve taban malzemesi de yüksek yoğunluklu plazmanın etkili olduğu bölge içerisinde kalır. Kapalı alan konfigürasyonu, aynı şartlar altında çalışan yansıtılmış veya dengelenmemiş tek magnetron konfigürasyonlarıyla karşılaştırıldığında, taban malzemesinde 2-3 kat daha fazla iyon-

atom oranı elde edilebilmesini sağlar. Ayrıca, kapalı manyetik alanın iyon-atom oranı üzerindeki etkisi, hedefe olan uzaklık arttıkça daha da belirgin bir hal alır. Ticari olarak kullanılan çoğu sistemde, karşılıklı dik olarak yerleştirilen eşit sayıdaki magnetron döner taban malzemesi tutucusunu çevreler. Komşu magnetronlar farklı manyetik kutuplara sahiptirler ve alan çizgileri kapalıdır. Yukarıda da bahsedildiği gibi böyle sistemler taban malzemesine yüksek iyon akımları taşıyabilme kabiliyetine sahiptirler. Bununla birlikte, magnetron tasarımlarındaki son gelişmeler ve manyetik alan tasarımlarında yüksek güçlü nadir toprak mıknatıslarının kullanılması, taban malzemesi tarafından çekilen iyon akımlarında ciddi artışların elde edilebilmesini sağlamıştır. Eski magnetronlarda kullanılan ferrit mıknatıslarıyla hedef yüzeyinde elde edilen 300-500 G'luk alan gücü, günümüzde kullanılan gelişmiş magnetron tasarımları ve nadir toprak mıknatıslarıyla 1 kG değerini geçmektedir. Alan gücünün arttırılmasıyla plazmanın iyonizasyon verimi de artar, bu da taban malzemesinde çok daha yüksek iyon akımlarının elde edilebilmesini sağlar.



Şekil 3.9. Çift dengelenmemiş magnetron konfigürasyonları [87].

3.2.3.4. Darbeli Manyetik Alanda Sıçratma

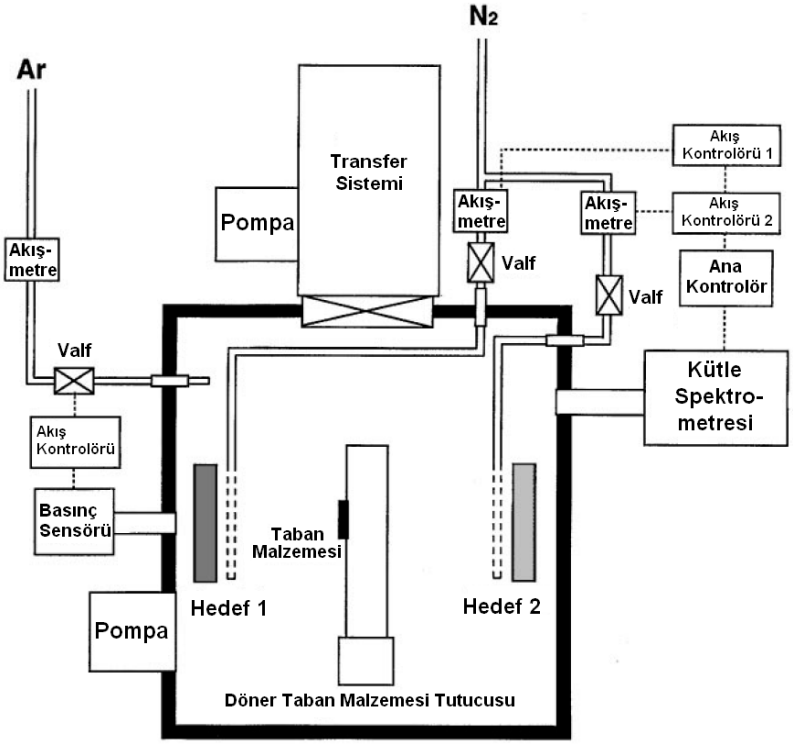
Darbeli manyetik alanda sıçratma işlemi yalıtkan filmlerin, özellikle Al_2O_3 gibi oksitlerin üretilmesinde kullanılmaktadır. Oksit kaplamalar, reaktif manyetik alanda sıçratma yöntemiyle, metalik bir hedef kullanılarak, kontrollü bir oksijen atmosferi altında üretilebilir. Bu tür kaplamalar ayrıca, bir oksit hedef kullanılarak RF (radyo

frekansı; genellikle 13.56 MHz) sıçratma yöntemiyle de üretilebilir. Bu iki yöntemin de kendine has problemleri vardır. RF sıçratma ile kaliteli filmler üretilebilir fakat biriktirme oranları düşüktür (genelde μm/sa mertebesinde). Ayrıca RF sıçratma sistemleri karmaşık olup ticari uygulamalar için büyütülmeleri zordur.

Reaktif manyetik alanda sıçratma yönteminde, yüksek yalıtkanlığa sahip hedef malzemelerinin kullanılmasıyla karşılaşılan problemler birçok çalışmada incelenmiştir. Biriktirme işlemi esnasında hedefin aktif olmayan bölgeleri yalıtkan bir tabakayla kaplanabilir. Hedefin reaksiyon ürünleriyle kaplanması "hedef zehirlenmesi" olarak adlandırılır. Zehirlenmiş tabakalar aşırı yüklenir ve ark atlamaları şeklinde deşarjlar oluşur. Ark olayında, hedef malzemesi yüzeyinden damlacıklar fırlayabilir ve bu da özellikle optik ve korozyon dirençli kaplamaların performansını sınırlayan kusurların meydana gelmesine sebep olur. Hedefin zarar gören bölgesi daha fazla arkın oluşmasına sebep olabilir ve böylece arklaşma frekansı da gittikçe artar. Reaktif sıçratma işlemi bir geri besleme çevrimi kullanılarak kontrol edilir. Ark olayları biriktirme parametrelerinde ani dalgalanmalara sebep olarak işlemin dengesini bozar. Bu da büyüyen filmin stokiyometrisini etkileyebilir. Özetle, reaktif sıçratma esnasındaki ark olayı büyüyen filmin yapı, bileşim ve özelliklerini etkileyebilen, ayrıca magnetron güç kaynağında arızalara yol açabilen ciddi bir problemdir [87].

Şekil 3.10'da, çok tabaka kaplamaların üretilmesinde kullanılan, karşılıklı iki adet hedefe sahip, temel bir reaktif dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma sistemi şematik olarak gösterilmektedir. Taban malzemeleri, karşıdan gelen akışı kesecek ve kirlenmeleri önleyecek kadar geniş bir döner taban malzemesi tutucusuna yerleştirilir. Reaktif sıçratma, daha yüksek biriktirme oranları elde edebilmek için bileşik hedeften sıçratmaya tercih edilir. Bu da, farklı reaktif gaz kısmi basınçları gerektiren iki farklı malzemenin aynı anda biriktirilmesi anlamına gelir. Şekildeki sistemde reaktif gaz her bir hedefin önüne ayrı gaz borularıyla verilmektedir. Dolayısıyla, her bir hedefin ihtiyacı olan reaktif gaz miktarı akış kontrolörleriyle ayarlanabilir. Böyle bir sistem kullanılarak çok çeşitli nitrür ve oksit çok tabaka kaplamaları üretmek mümkündür. Böyle bir kaplama sisteminde, taban malzemesi bias voltajı kullanılarak film üzerindeki iyon bombardımanı da arttırılabilir. İyon bombardımanı, düşük sıcaklıklarda, yoğun bir yapıya ve yüksek yapışma mukavemetine sahip kaplamalar üretebilmek için gereklidir. Dengelenmemiş magnetronlar, kapalı-alan konfigürasyonunda düzenlenebilir ve taban

malzemesi civarındaki manyetik alan arttırılabilir. Artan manyetik alan, iyon bombardımanını arttırmak için bias voltajı kullanıldığında, taban malzemesindeki iyon akım yoğunluğunu da arttırır [88].



Şekil 3.10. Temel bir manyetik alanda sıçratma kaplama sistemi [88].

3.3. Plazma Nitrürleme İşlemi

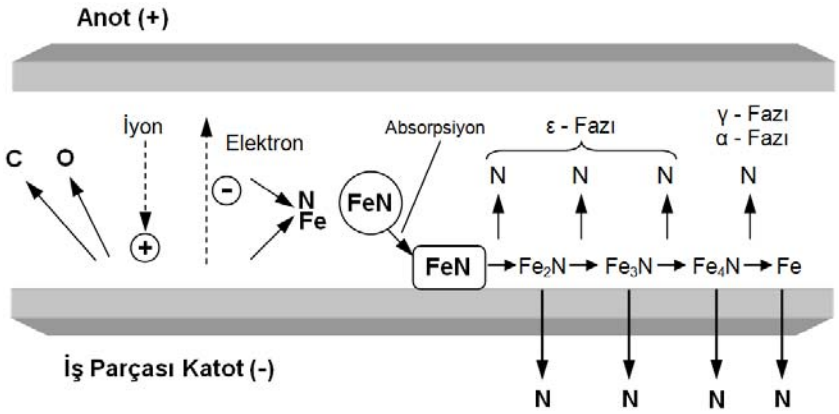
Nitrürleme, ferritik şartlarda (<592 °C) malzeme yüzeyine azot difüzyonunu içeren bir yüzey sertleştirme işlemidir. Bu nedenle, nitrürleme ile yüzey yapısının değiştirilmesi karbürlemeye benzemesine rağmen, azot yüzeye ostenitik sıcaklık yerine ferritik şartlarda ilave olunur. Yüzey sertliği ve sertleşme derinliği öncelikle işlem zamanına, sıcaklığa, gaz karışımına ve demir esaslı malzemenin alaşım içeriğine bağlıdır. Bu işlem, düşük sıcaklık nedeniyle minimum distorsiyon ve mükemmel boyutsal kontrolle yapılabilmektedir. Azot, demir içinde yayınarak mikroskopla görülemeyecek kadar küçük parçacıklar halinde yapıya dağılan ve sertliği arttıran nitrürleri oluşturur. Nitrürleme, termokimyasal bir işlem olup, genellikle atomik azotun ferrit fazına geçişini kapsamakta ve sonuç olarak oda sıcaklığına soğuma sırasında da herhangi bir faz dönüşümü oluşmamaktadır.

Nitrürleme işlemi genel olarak; tuz banyosu, gaz ve toz nitrürleme olmak üzere üçe ayrılır. Özellikle gaz nitrürleme işlemi, endüstride yaygın kullanılan yöntemlerden birisidir. Bu işlemde, 500-590 °C arasında ısıtılan taban malzemesi üzerine atomik azotun yayılmasını sağlamak için amonyak gazı çözündürülür. Çözünen amonyak, taban malzemesi üzerinde nitrürler oluşturmak için Al, Cr gibi alaşım elemanlarıyla reaksiyona girer. Nitrürleme sonrası ε (hegzagonal sıkı paket) ve γ (yüzey merkezli kübik) fazlarını içeren kırılgan "beyaz tabaka" oluşur.

Elektriksel boşalma (glow discharge) şartlarında gerçekleştirilen bir başka nitrürleme işlemi de plazma nitrürlemedir. Bu yöntemde, malzeme yüzeyine iyonize edilmiş azotu yaymak için aktif ve reaktif plazmadan faydalanılır. İşlem teorik olarak, elektriksel bakımdan iletken malzeme yüzeyine azot arayer atomunun yayınması ile gerçekleştirilir. Plazma nitrürleme işlemi, N_2, H_2, Ar ve NH_3 gaz ortamında, 350-590 °C arasında gerçekleştirilebilir. Plazma nitrürleme işlemine tabi tutulacak malzemenin, Cr, Al, V, Mo ve Ti gibi alaşım elemanlarını içermesi sertliğin daha da artmasını sağlar.

Plazma nitrürleme işleminin mekanizması şu şekilde özetlenebilir: Elektriksel boşalma şartları altında azot gazı iyonize olur. Azot iyonları, elektrostatik alana doğru ivmelenir ve katoda bağlı iş parçasını bombardıman eder. Yüzeye çarpan iyonlar, yüzeyde yüksek sıcaklıklar oluşturarak buharlaşmaya yol açar. Bunun sonucu olarak, malzeme yüzeyindeki demir ve diğer alaşım elemanları, metalik olmayan element atomları (karbon, oksijen, azot) ile elektronlar yüzeyden uzaklaşır (sıçratma). Yüzeye çarpan iyonların ancak çok az bir kısmı taban malzemesine yayınır (doğrudan implantasyon). Bu iyonların büyük bir kısmı sıçratma olayını sağlar.

Sıçratılan demir atomları ile yüksek enerjili azot atomları, yüzey dolayında demir nitrür (FeN) şeklinde birleşip metal yüzeyinde birikir (yoğunlaşma). FeN, sıcak metal yüzeyinde kararsızdır ve kararlı diğer nitrürlere (Fe_2N, Fe_3N, Fe_4N) dönüşür (Şekil 3.11). Dönüşme sırasında serbest kalan azot atomları ya metale yayınır veya plazmaya döner (kimyasal absorpsiyon). Sıçratma ve yoğunlaşma işlemleri, büyük ölçüde kullanılan gaza, ayrıca basınç ve gerilim gibi diğer parametrelere bağlıdır.



Şekil 3.11. Plazma nitrürleme işleminin mekanizması [89].

Plazma nitrürleme işlemi sonrası, en dışta beyaz tabaka ve onun altında da difüzyon tabakası olarak adlandırılan yapılar meydana gelir. Beyaz tabaka; en dışta nital çözeltisi ile kimyasal dağlama işleminden etkilenmeyen, çok ince demir nitrürler içeren bir tabakadır. Dağlama işleminden etkilenmediğinden beyaz tabaka olarak adlandırılmıştır. Süneklik, aşınma, sürtünme gibi özellikler için yapılan çalışmalarda, oluşan beyaz tabakanın yararlılığının, nitrür yapısının homojenliğine ve tabakanın kalınlığına bağlı olduğu görülmüştür. Beyaz tabaka olarak, sadece ε (hegzagonal sıkı paket) veya γ (yüzey merkezli kübik) nitrürlerinden biri oluşuyorsa mekanik özelliklerin daha iyi olduğu görülmüştür. "Çok fazlı beyaz tabaka" ε ve γ bileşimi olup, heterojen bir karışımdır. Farklı kafes yapılarından dolayı geçiş bölgelerinde iç gerilmeler oluşur. Bu durumda, düşük kuvvetlerde bile mikroçatlaklar oluşabilir. Ayrıca, tabaka kalınlığı arttıkça sünekliğinin düştüğü bilinmektedir. Bu iki faktöre bağlı olarak optimum özellikler, tek fazlı ve minimum kalınlıklı beyaz tabakada elde edilir. Difüzyon tabakası, beyaz tabakanın altında, sertliği ve azot yoğunluğu az olan ve malzemenin içerisine doğru uzanan bölgedir. Difüzyon bölgesinde, metal nitrürlerin çökelmesi, azotla α-fazının doyması, artık gerilmelerin dağılımı, karbonun yeniden dağılımı ve tane sınırı fazının oluşumu gibi olaylar meydana gelir. Difüzyon bölgesinde, malzemenin yapısında bulunan Cr, Al, Mo, Mn gibi alaşım elementleri azotla birleşerek sertliğin artmasını sağlarlar [89].

4. BÖLÜM

MANYETİK ALANDA SIÇRATMA METODU İLE ÜRETİLEN TiAlN KAPLAMALAR

4.1. Giriş

TiAlN kaplamalar, Al'un TiN'ün yapısında Ti atomlarının yerini almasıyla $Ti_{1-x}Al_xN$ bileşiminde üretilebilen, kübik NaCl yapısına sahip sert kaplamalardır. Yüksek sıcaklık oksidayon direnci ve yaşlanma kabiliyeti gibi üstün özelliklerinden dolayı, daha çok kesici takımlar ve kalıplar gibi yüksek aşınma ve oksidasyon direncinin gerektiği uygulamalarda kullanılırlar. Farklı PVD metotlarıyla üretilebilen TiAlN kaplamaların özelliklerini etkileyen en temel parametreler arasında; hedef bileşimi, gaz akış oranları, hedef gücü ve taban malzemesi bias voltajı gelmektedir. TiAlN kaplamaların özellikleri ile bu özellikler üzerine kaplama parametreleri ve hedef-taban malzemesi mesafesinin etkileri aşağıda alt başlıklar halinde özetlenmektedir.

4.2. TiAlN Kaplamaların Üretimi ve Özellikleri

TiAlN kaplamalar, çok çeşitli taban malzemeleri üzerine, farklı PVD teknikleri ile (katodik ark, manyetik alanda sıçratma vb.) ve farklı yöntemlerle üretilen alaşımlı veya tek saf metal katotlar (hedefler) kullanılarak üretilebilirler. Literatürde uygulamaya bağlı olarak farklı bileşim oranlı (atomik %Ti/%Al; 50/50, 72/28, 60/40, 36/64 vb.) TiAl hedeflerin kullanıldığı görülmektedir [1]. TiAlN kaplamaların üretiminde kullanılan tekniklerden biri de reaktif sıçratma tekniğidir. Reaktif sıçratma, genellikle inert bir çalışma gazı ile karıştırılan reaktif gaz atmosferinde metalik hedeflerden sıçratma ile bileşik ince filmlerin üretilebildiği bir tekniktir. Reaktif sıçratma işlemi oldukça karmaşık olup şu temel konuları içerir: (1) sıçratma işlemi, (2) plazma deşarj fiziği, (3) sıçratılan parçacıkların ve gazların taşınımı, (4) film büyüme kinetiği ve (5)

hedef ve film yüzeyindeki kimyasal etkileşimler [90]. Tablo 4.1'de, PVD metodu ile üretilen en yaygın kaplamaların temel özellikleri görülmektedir. TiAlN kaplamalar, 3600±400 HV gibi yüksek bir sertlik ve 800 °C gibi yüksek bir oksidasyon sıcaklığına sahiptirler [91]. TiAlN esaslı kaplamalarda taban malzemelerini genel olarak endüstriyel amaçlı takım ve kalıp malzemeleri oluşturur (Tablo 4.2) [1]. Oluşan filmin yapısını etkileyen temel parametreler; sıçratma oranı, hedef-taban malzemesi mesafesi, taban malzemesi sıcaklığı ve gaz basıncıdır [90].

Tablo 4.1. PVD Metodu ile Üretilen En Yaygın Kaplamaların Temel Özellikleri [91].

Kaplama	**TiN**	**TiCN**	**TiAlN ve AlTiN**	**CrN**	**ZrN**
Sertlik HV (0.05)	2900±200	4000±400	3600±400	2800±400	2800±200
Oksidasyon Sıc. (°C)	550	400	800	700	600
Sürtünme Katsayısı	0.65	0.45	0.42	0.55	0.61
Yüzey Pür. R_a (µm)	0.20	0.18	0.20	0.20	0.20
Kalınlık (µm)	2-3	2-5	2-5	3-5	2-3
Renk	Altın sarısı	Violet	Siyah/Füme	Gümüş grisi	Açık sarı

Tablo 4.2. TiAlN Kaplamaların En Çok Kullanıldığı Taban Malzemeleri [1].

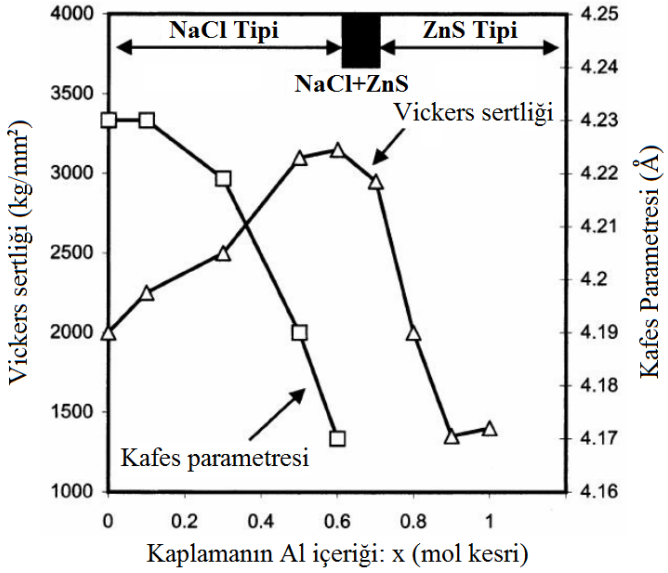
Taban Malzemesi	**Uygulama Alanı**
Yüksek hız çeliği (AISI M2)	Metal işleme
Alaşımlı çelik SKH 511	Metal işleme
WC-6 wt.%Co	Torna karbür uç
WC-15%TiC	Muhtelif karbür uçlar
WC-5.7 wt.%Co	Torna karbür uç
WC-7.5 wt.%Co	Torna karbür uç
Sıcak iş takım çeliği	Alüminyum ekstrüzyon kalıbı
Ti-6Al-4V alaşımı	Alüminyum döküm kalıbı
Maraging sıcak iş takım çeliği	Alüminyum döküm kalıbı

4.3. TiAlN Kaplamaların Özellikleri Üzerine Kaplama Parametreleri ile Hedef-Taban Malzemesi Mesafesinin Etkileri

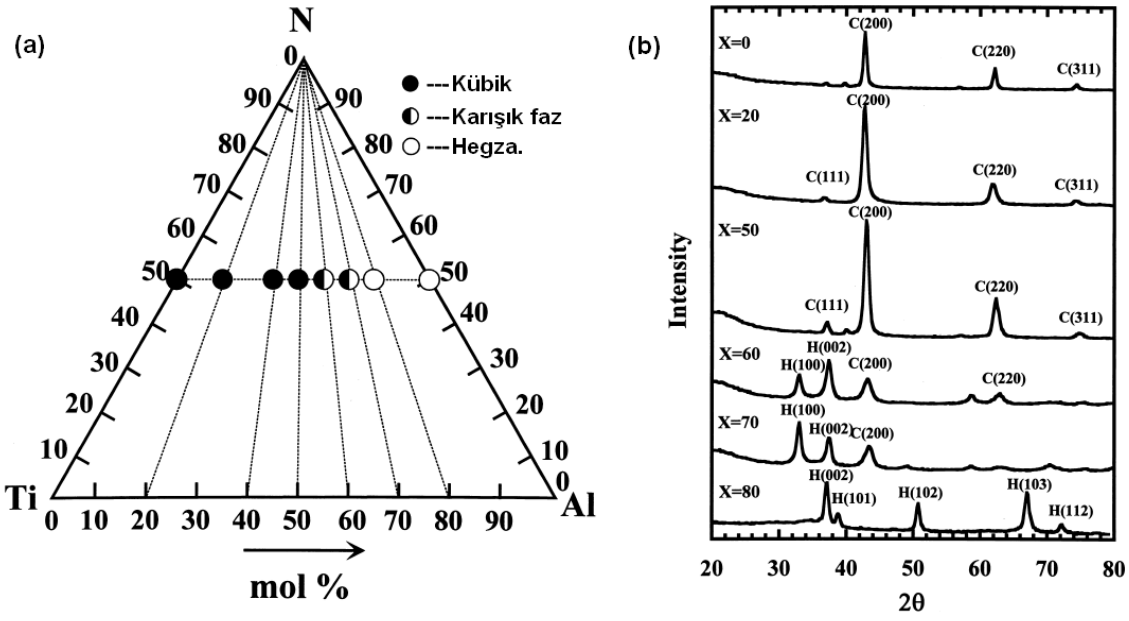
Kaplama sisteminde kontrol edilebilen parametreler genel olarak; hedef akım yoğunluğu, bias voltajı, ortam sıcaklığı, gaz kısmi basınçları ve hedef-taban malzemesi mesafesidir. Bu parametreler temel olarak kaplamanın bileşim, sertlik, aşınma

özellikleri ve morfolojisini etkiler. En temel kaplama parametrelerinin, TiAlN kaplamaların özelliklerine olan etkileri şu şekilde özetlenebilir:

1. Hedef Bileşiminin Etkisi: TiAlN esaslı kaplamalar, Al/Ti atomik oranının 0.49-1.29 arasında değiştirilmesi ile elde edilirler. Al/Ti atomik oranı 11/10 olduğunda maksimum sertliğin elde edildiği tespit edilmiştir. TiAl alaşımlı hedeflerde hedefin bileşimi kaplamanın bileşimini ve özelliklerini belirler. Literatürde atomik %50/%50 Ti/Al oranlı hedeflerle üretilen kaplamaların %72/%28 oranlılara göre daha yüksek aşınma direncine sahip oldukları ortaya konulmuştur. Kaplama sertliği de kaplamada mevcut Ti ve Al'un nispi oranına bağlıdır. $Ti_{1-x}Al_xN$ filmlerde Al miktarını x=0-1 arasında değiştirmek için farklı alüminyum içeriğine sahip alaşımlı hedefler kullanılır. Kaplama sertliği 19.6 GPa (2000 HV)'dan yavaş yavaş yükselerek %60 Al içeriğinde maksimum değer olan 31.4 GPa (3200 HV)'a ulaşır (Şekil 4.1). Daha fazla Al ilavesi kaplama sertliğini hızlı bir şekilde düşürür ve %90 Al içeriğinde 13.7 GPa (1400 HV) gibi bir değere ulaşılır. TiAlN kaplamaların bileşimi farklı bileşimdeki TiAl hedefler kullanılarak $Ti_{0.73}Al_{0.27}N$ ile $Ti_{0.42}Al_{0.58}N$ arasında değiştirilebilir [1]. $(Ti_{1-x}Al_x)N$ kaplamaların faz geçişleri Şekil 4.2a'da, Zhou ve arkadaşlarının [92] yaptıkları bir çalışmada, x'in 0-0.8 arasında değiştirilmesi ile üretilen $(Ti_{1-x}Al_x)N$ kaplamaların XRD analiz sonuçları ise Şekil 4.2b'de görülmektedir.

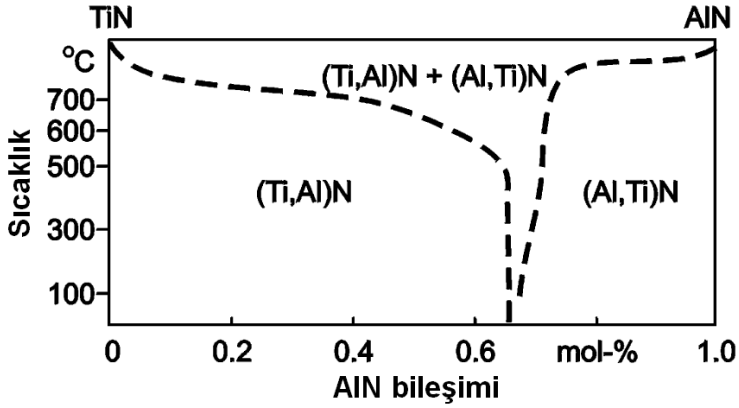


Şekil 4.1. $Ti_{1-x}Al_xN$ filmlerde kafes parametresi ve mikrosertliğin x ile değişimi [1].

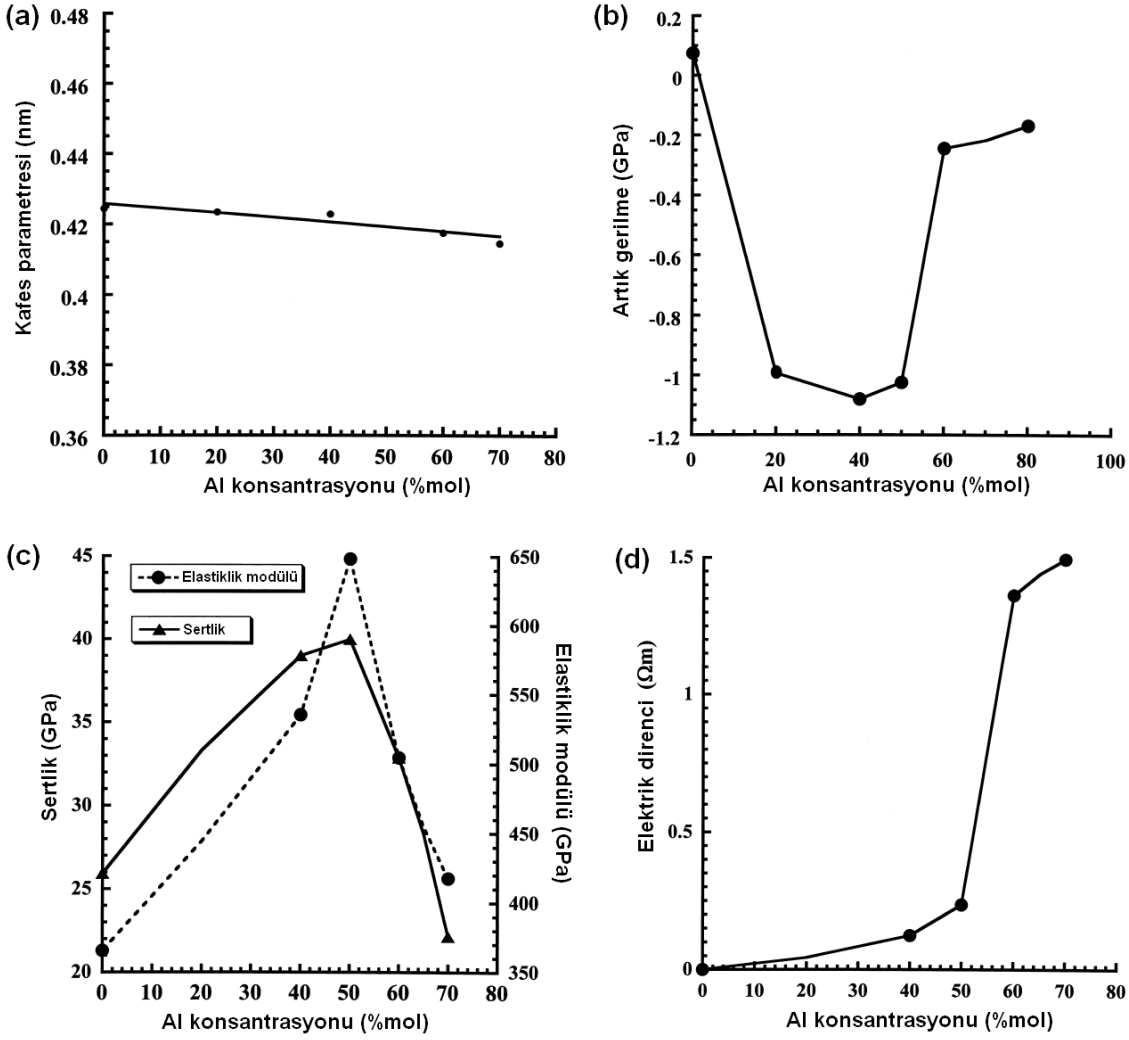


Şekil 4.2. $(Ti_{1-x}Al_x)N$ kaplamaların; a) faz kristal yapıları, b) x=0-0.8 için XRD analiz sonuçları [92].

Alüminyum konsantrasyonu (x) 0-0.6 arasında iken saf TiN'de görülen kübik B1 yapısının hâkim olduğu, 0.6-0.7 arasında ise kübik B1 yapısına ilaveten hegzagonal B4 yapısının da görüldüğü tespit edilmiştir. Alüminyum konsantrasyonunun 0.7'yi aşması ile de hegzagonal B4 yapılı tek faz hâkim olmaktadır. Ayrıca, x'in arttırılmasıyla B1 yapısındaki kafes parametresinin TiN için 4.2448 Å iken, $Ti_{0.3}Al_{0.7}N$'de 4.1462 Å'a lineer şekilde düştüğü tespit edilmiştir. Bu da, AlN'deki alüminyum ve azot atomlarının koordinasyon sayısı 4, TiN'deki titanyum ve azot atomlarının koordinasyon sayısı 6 olmasına rağmen, TiN kafesindeki titanyum atomlarının, daha küçük atomik yarıçapa sahip olan alüminyum atomlarıyla yer değiştirdiğini göstermektedir. Yapılan çeşitli hesaplamalarla, Ti-Al-N üçlü sisteminde B1(TiN)/B4(AlN) faz geçişi için kritik AlN bileşiminin yaklaşık %65 mol olduğu da tespit edilmiştir. Şekil 4.2a ve b'de görüldüğü gibi, B1 ve B4 fazları %60-%70 mol Al sahasında birlikte bulunmaktadır. Bu durum, muhtemelen kaplama esnasındaki yüksek taban malzemesi sıcaklığından kaynaklanmaktadır. Çünkü kritik bileşime yakın olan ve denge halinde bulunmayan B1 fazı, artan taban malzemesi sıcaklığıyla birlikte kararsız hale gelmektedir [92]. Metastabil TiN-AlN faz diyagramı Şekil 4.3'te, $(Ti_{1-x}Al_x)N$ kaplamalarda bazı özelliklerin Al konsantrasyonuna bağlı değişimi ise Şekil 4.4'te verilmektedir.

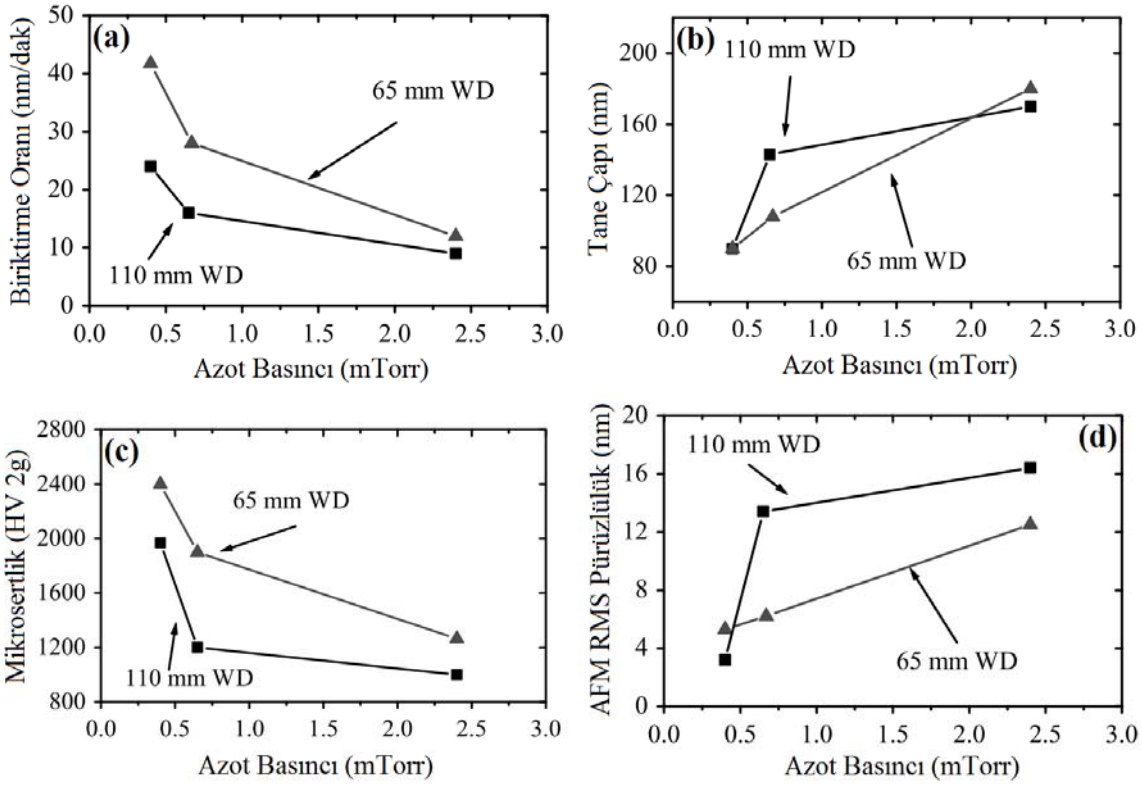


Şekil 4.3. Metastabil TiN-AlN faz diyagramı [93].



Şekil 4.4. $(Ti_{1-x}Al_x)N$ kaplamalarda; a) kafes parametresinin, b) artık gerilmenin, c) sertlik ve elastiklik modülünün, d) elektrik direncinin Al konsantrasyonuna bağlı olarak değişimi [92].

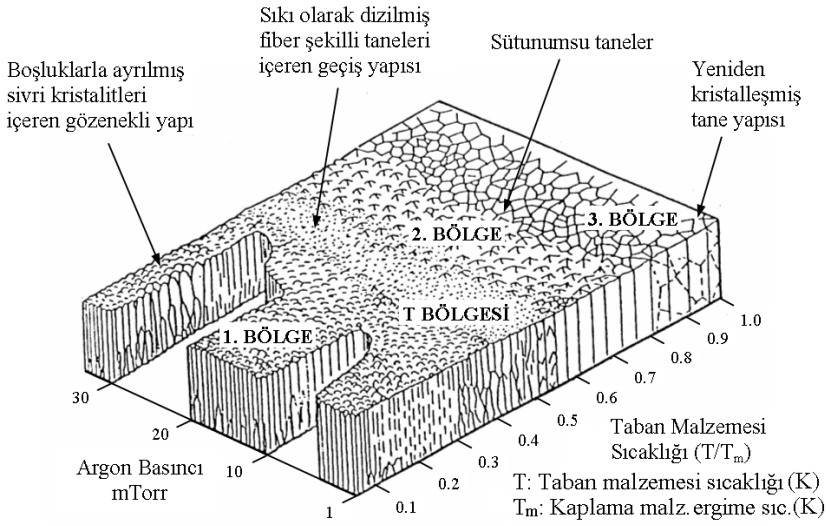
2. Gaz Basıncının Etkisi: Reaktif (azot) gaz basıncı da kaplama özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Özellikle yapışma üzerinde etkisi büyüktür. Azot basıncındaki küçük değişimler reaktif manyetik alanda sıçratma ile üretilen kaplamaların Al içeriğini değiştirir [1]. Manyetik alanda sıçratma ile üretilen kaplamaların biriktirme oranı, artan azot kısmi basıncı ile (absorbe olan azot oranı arttığından) azalır [1,61,62]. Ayrıca, tane çapı ve pürüzlülük değerlerinde de artış gözlenirken, sertlik değerlerinin düştüğü tespit edilmiştir (Şekil 4.5) [61,94].



Şekil 4.5. TiAlN kaplamaların, a) biriktirme oranı, b) tane çapı, c) mikrosertlik, d) pürüzlülük değerlerinin azot basıncına bağlı olarak değişimi (WD: hedef-taban malzemesi mesafesi) [61].

Azot kısmi basıncındaki sürekli bir değişim, oda sıcaklığında üretilen TiAlN kaplamaların kristal yapısında değişikliklere sebep olur. 0.025 Pa'dan daha düşük azot kısmi basınçlarında amorf bir TiAlN kaplama elde edilir. 0.025-0.075 Pa arasında amorf AlN fazı ile birlikte nano-kristal bir TiAlN kaplama yapısı elde edilir. 0.05-0.1 Pa arasında ise amorf AlN taneleri ile poli-nano kristalin yapıdan oluşan nano-kompozit bir film elde edilir. Bu yapısal değişiklikler film sertliğinde ciddi artışlara sebep olabilirler. Basınç ve sıcaklığın manyetik alanda sıçratma ile üretilen TiAlN kaplamaların yapısına

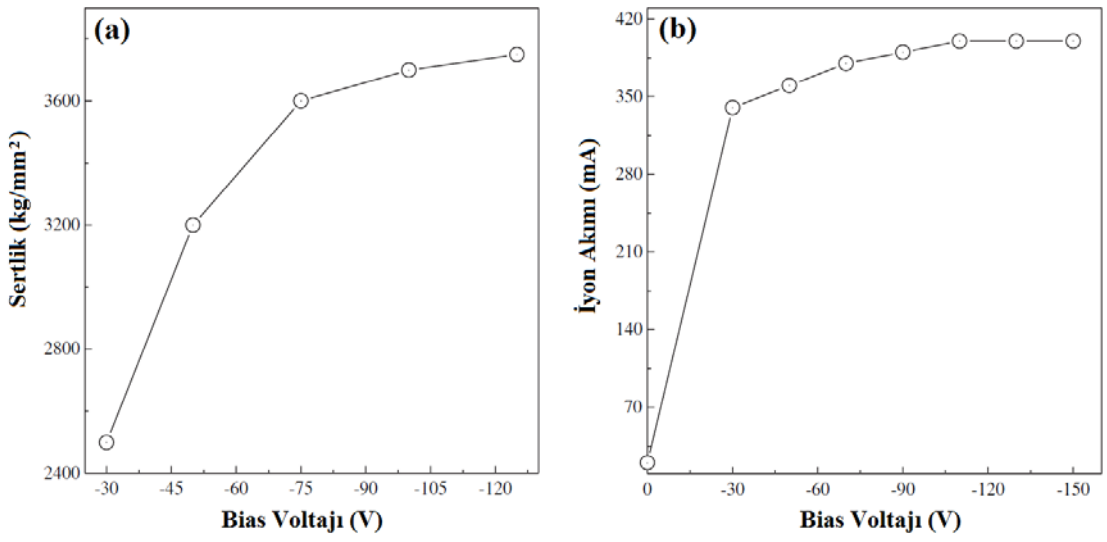
etkisi Thornton'un yapısal bölge modeli ile tahmin edilebilir (Şekil 4.6). Thornton'un modeli, argon basıncı ve T/T_m'nin (T taban malzemesi sıcaklığı, T_m kaplama ergime sıcaklığı) fonksiyonu olarak kaplamada dört yapısal form veya bölgenin oluşacağını ifade eder. Düşük taban malzemesi sıcaklıklarında, 1. Bölge'de oluşan kaplama morfolojisi gözeneklidir ve giderek incelerek en üstte kubbe şeklini alan, sonuçta da pürüzlü bir yüzey özelliği gösteren bir yapıya sahiptir. Bu morfoloji, düşük taban malzemesi sıcaklıklarındaki, atomların düşük yüzey difüzyonunun sonucudur. Daha yüksek sıcaklıklarda atom hareketliliği artar ve daha fazla çekirdek büyüyerek T Bölgesi ile gösterilen yoğun sütunumsu yapı oluşur. Daha yüksek sıcaklıklarda yüzeysel ve hacimsel difüzyonun artması ile daha kaba sütunumsu taneler çekirdeklenir ve büyür. 3. Bölge'deki daha yüksek sıcaklıklarda eş eksenli taneler meydana gelir. Sıcaklık arttıkça kaplama yüzeyinin pürüzlülüğünde bir azalma gözlenir [1].



Şekil 4.6. Silindirik manyetik alanda sıçratma kaynağı ile üretilen metal filmlerin mikroyapısı üzerine argon basıncı ve taban malzemesi sıcaklığının etkisi [1].

3. Taban Malzemesi Bias Voltajının Etkisi: Taban malzemesine uygulanan bias voltajı, nitrür esaslı filmlerin mekanik özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Genel olarak sertlik, bias voltajıyla artar ve yüksek bias değerlerinde ise bu artış azalır. Bias voltajı ile sertlikteki artış, film büyütme esnasındaki iyon bombardımanının boşluklu veya çatlaklı sınırlara sahip büyük tanelerin oluşmasını engellemesi ile açıklanabilir. Bunun sebebi, devamlı bir yeniden çekirdeklenme (re-nucleation)

işleminin meydana gelişidir. İyon bombardımanı, düşük sıcaklıklarda bile yapışma direnci yüksek filmlerin üretilebilmesini sağlar. Şekil 4.7'de, TiAlN kaplama sertliklerinin ve iyon akımlarının bias voltajı ile değişimi görülmektedir. -75 V bias voltajına kadar sertliğin önemli ölçüde arttığı, -75 V'tan sonra ise önemli bir değişikliğin olmadığı tespit edilmiştir. Benzer şekilde iyon akımlarının da -75 V bias voltajına kadar önemli ölçüde arttığı görülebilir. Barshilia ve arkadaşları [63], 9 sccm azot akışı ve -75 V bias voltajında üretilen TiAlN kaplamaların daha yüksek yapışma direnci ile sertlik değerleri gösterdiğini tespit etmişlerdir. Kaplama yapısı da taban malzemesine uygulanan bias voltajı ile önemli ölçüde değişir. Taban malzemesi bias voltajının artması ile taban malzemesinden geri saçılan hedef atomlarının sayısı artar. Ayrıca, Al atomları daha ağır olan Ti atomlarına göre daha fazla geri saçılabilir. Bias voltajının artması ile yüzey yapısı daha pürüzsüz bir hale gelir ve kaplama kesiti daha ince taneli ve daha az poroziteli bir görüntüye sahiptir. İnce taneli ve düşük poroziteye sahip bir yapı, koruyucu ve aşınma dirençli uygulamalarda arzu edilir [1]. Ayrıca, yüksek bias voltajı değerlerinde üretilen kaplamaların yapısında bulunan artık gerilme değerleri de genel olarak daha yüksektir [63,64].

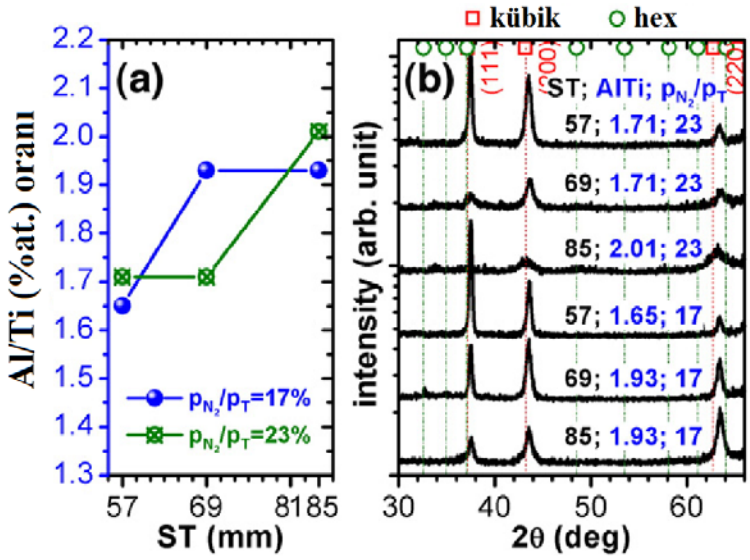


Şekil 4.7. a) TiAlN kaplamaların nano-sertliğinin, b) iyon akımının bias voltajı ile değişimi [63].

4. Hedef Akım Yoğunluğunun Etkisi: Hedef akım yoğunluğunun arttırılması, biriktirme oranını arttıran bir faktördür. Literatürde ayrıca hedef gücünün arttırılması ile kaplama mikrosertliğinin de arttığı tespit edilmiştir. Daha yüksek biriktirme oranlarında

üretilen kaplamalar, genelde yüksek artık gerilmelere ve yoğun yapılara sahiptirler. Bu iki etki yüksek sertliğe sebep olur. Güç yoğunluğunun artması kaplamanın metal/azot oranını arttırırken Al/Ti oranını azaltır. Daha yüksek güç yoğunluklarında, kaplama sütunlu tane yapısına sahiptir ve yapı gittikçe yoğun bir hale gelir [1].

5. Hedef-Taban Malzemesi Mesafesinin Etkisi: TiAlN kaplama özelliklerini etkileyen parametrelerden birisi de hedef-taban malzemesi mesafesidir. Hedef-taban malzemesi mesafesindeki değişimin etkileri, özellikle döner mekanizmalarla kaplanması gereken parçalarda ortaya çıkmaktadır. Hedef-taban malzemesi mesafesi, taban malzemesine ulaşan atomların enerjileri, dolayısıyla kaplamanın yapı ve özellikleri üzerinde belirleyici etkiye sahiptir [67]. Hedef-taban malzemesi mesafesindeki azalma genel olarak biriktirme oranı ve kaplama sertliğindeki artışı beraberinde getirir. Ayrıca, kısa hedef-taban malzemesi mesafelerinde üretilen kaplamaların genel olarak daha düşük yüzey pürüzlülüğü değerlerine sahip oldukları da tespit edilmiştir (Şekil 4.5) [61]. Bununla birlikte, Al/Ti oranlarının da artan hedef-taban malzemesi mesafesiyle artığı bilinmektedir. Şekil 4.8'de, Al/Ti oranları ile XRD sonuçlarının hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimleri verilmektedir. Hedef-taban malzemesi mesafesi ile gaz basınçlarının değişmesiyle, XRD piklerinin şiddetlerinde de değişimler gözlenmektedir [66]. Kısa hedef-taban malzemesi mesafesinin ayrıca, nano-yapılı kaplamaların üretiminde daha geniş bir azot basıncı sahasına imkân tanıdığı da tespit edilmiştir [61].



Şekil 4.8. a) Al/Ti oranı, b) XRD sonuçlarının, hedef-taban malzemesi mesafesine (ST) göre değişimi [66].

TiAlN esaslı kaplamalara çeşitli alaşım elementleri ilave ederek, özelliklerini ve farklı uygulamalardaki performanslarını arttırmak da mümkündür. TiAlN esaslı kaplamalara alaşım elemanlarının etkileri şu şekilde özetlenebilir: Cr oksidasyon ve korozyon direncini geliştirir. %3 Cr ilavesi geleneksel TiAlN kaplamaların oksidasyon direncini önemli ölçüde geliştirmektedir. Zr ilavesi Ti-N esaslı kaplamaların aşınma (yanal aşınma) direncini geliştirir. Zr ayrıca yüzey merkezli kübik TiN kafesini dengede tutar ve Al_2O_3 gibi kalıcı ve çok ince bir oksit tabakası oluşturur. Bu iki etki beraber Ti-Zr-N kaplamaların aşınma (yanal aşınma) direncini geliştirir. Si ilavesi, TiAlN kaplamaların sertliğini ve kimyasal reaksiyonlara direncini arttırır. Yüksek kimyasal kararlılık TiAlSiN kaplamaların yüksek hızlı işlemedeki kesme performansını geliştirir [1].

4.4. Nitrürleme+PVD Kaplama İşleminin (Dubleks İşlem) Etkileri ve Uygulama Alanları

Alüminyum alaşımlarının yüksek sıcaklıklarda yapılan ekstrüzyon işlemlerinde kullanılan kalıplar aşırı termal ve mekanik gerilmelere maruz kalırlar. Ayrıca, ekstrüzyon kalıbı ve ekstrüzyon ürünü arasındaki etkileşim bölgelerinde kayma sürtünmesi ve adhesif aşınma olayları meydana gelir [69]. Farklı yükleme koşullarından dolayı en çok karşılaşılan hasar mekanizmaları ısıl şok gerilmelerinin sebep olduğu termal yorulma ve sıvı metal eriyiği ile meydana gelen abrazif, adhezif, erozif aşınma ve korozyondur [70].

Kalıp performansını ve alüminyum ürün kalitesini iyileştirmek için kullanılan yöntemlerden biri de, sıcak iş takım çeliklerine uygulanan plazma nitrürleme işlemi ile arkasından uygulanan plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (PACVD) veya fiziksel buhar biriktirme (PVD) teknikleri kullanılarak yapılan kaplama işlemini içeren "dubleks" proseslerdir. Süper sert filmler ile çelik taban malzemeleri arasındaki sertlik farkı sistemin elastoplastik deformasyonunda farklılıkların olmasına sebep olur. Dolayısıyla sert filmlerin koruyucu etkisinde azalma gözlenir. Bunu önlemenin en yaygın yolu dubleks işlemin uygulanmasıdır [69]. Şekil 4.9'da, dubleks işlemle istenilen özelliklerin elde edilişi şematik olarak gösterilmektedir. Plazma nitrürleme işlemi ile elde edilen yük taşıma kapasitesindeki artış, PVD seramik kaplamanın yüksek aşınma direnci ile birleştiğinde istenilen özellikler elde edilmiş olur.



Şekil 4.9. Dubleks işlemle istenilen özelliklerin elde edilişi [87].

Ekstrüzyon kalıplarındaki aşınma sıcak alüminyum işleyen endüstrilerde önemli bir konudur. Yaklaşık 580-600 °C ve daha üst sıcaklıklar, yüksek basınçlar, oksitleyici atmosfer ve sert partiküllerin etkisi ağır çalışma koşullarını ortaya çıkarır. Yüksek sıcaklıklardan dolayı alüminyum ekstrüzyon kalıplarında daha çok sıcak iş takım çelikleri tercih edilir. Bu çelikler arasında en çok kullanılanı yüksek tokluk ve yumuşamaya karşı direnci olan AISI H13 çeliğidir [74,75]. Diğer taraftan, içerdikleri partiküllerin ve kaba alaşım karbürlerinin sayı ve büyüklüklerinin azaltılması ısıl yorulma ömürlerinin de iyileştirilmesine müsaade eder. Yüksek sıcaklıklarda temperleme sonucu kazandıkları iyi tokluk özellikleri ve makul sertliklerine (genellikle 48±2 HRC civarında) rağmen mekanik ve tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi ve ısıl çatlak oluşumuna karşı dirençli bir hale getirilmeleri için çeşitli yüzey işlemlerine ihtiyaç vardır [75]. Son yirmi yılda uygulanan yüzey mühendisliği teknikleri arasında, gaz, tuz banyosu ve plazma nitrürleme, PVD sert seramik kaplama ve dubleks işlemler en önemli yöntemler olarak öne çıkmaktadır [75,82].

Plazma nitrürleme işlemi, özel bileşik tabakaların sentezlenmesine müsaade eder (γ′-fazı, Fe_4N; ε-fazı, $Fe_{2-3}N$ ve γ′+ ε-fazı). Sert kaplamaların tribolojik performansı genelde taban malzemesinin elastik ve plastik deformasyonuyla sınırlıdır. Dubleks işlemlerle, aşınma, yorulma ve korozyon direncinde gelişmeler sağlanırken taban malzemesinin yük taşıma kapasitesi de arttırılır. Plazma difüzyon işlemi ile meydana gelen bileşik ve difüzyon tabakaları, sert kaplamaya mekanik destek sağlar ve yumuşak taban malzemelerinde karşılaşılan yumurta kabuğu etkisi azaltılır. Klimek ve arkadaşları

[70] X38CrMoV5-1 taban malzemeleri üzerine plazma nitrürleme ve PACVD metodu ile nano-yapılı ve nano-kompozit Ti(B,N) ve TiB_2 kaplamaları içeren dubleks işlemi gerçekleştirmişler ve alüminyum ekstrüzyon kalıpları ile yapılan uygulamalarda ürün yüzey kalitesi ve takım ömrü anlamında gelişmelerin olduğunu tespit etmişlerdir. Ayrıca, ürün kalitesini azaltan, zaman kaybına sebep olan ve çevreyi kirleten ayırıcı kimyasalların (parting agents) kullanımının da azaltılabileceğini tespit etmişlerdir. Fe_4N bileşiğini içeren veya yalnızca difüzyon tabakası bulunan taban malzemelerinde Ti(B,N) ve TiB_2 kaplamalarının yapışma seviyesinin daha yüksek olduğu da bulunmuştur [70].

Geleneksel nitrürlemeye göre dubleks işlem uygulanmış takımlarda takım ömrünün en az beş kat artması beklenir. Bunun sebebi, yüzeydeki PVD kaplama tabakasının hem mekanik aşınmaya hem de sıcak alüminyumun sebep olduğu korozyona karşı yüksek direnç göstermesidir. Sonunda kaplama tabakası kırılır ve yorulmadan dolayı delaminasyon gerçekleşir. Nitrürlenmiş taban malzemesi açığa çıktığında ise aşınmanın önemli ölçüde hızlanacağı unutulmamalıdır [74].

5. BÖLÜM

DENEYSEL ÇALIŞMA

5.1. Giriş

TiAl bileşik hedef (atomik %50 Ti-%50 Al) kullanılarak, sertleştirilmiş ve sertleştirilmiş+plazma nitrürlenmiş DIN X40CrMoV51 (AISI H13) numuneler ve silisyum yongalar üzerinde, manyetik alanda sıçratma tekniği ile farklı azot kısmi basınçları (0.3, 0.6, 1.2 mtorr = ~18.9, 21.1, 31.0 sccm), taban malzemesi bias voltajları (0, -100, -200 V) ve hedef-taban malzemesi mesafelerinde (6, 11, 16, 21 cm) üretilen TiAlN kaplamaların yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri incelenmiş ve söz konusu parametrelerin kaplama özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Bu maksatla, taban malzemelerinin hedeften farklı mesafelerde yerleştirilebilmelerini sağlayacak bir taban malzemesi tutucusu tasarlanarak kaplama sistemine monte edilmiştir. Karakterizasyon amacı ile mevcut CSEM nano-sertlik ölçüm cihazı, CSEM çizik test cihazı, CSEM calotest kaplama kalınlığı ölçüm cihazı, Mahr yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı, SEM, EDX, XRD ve AFM analiz teknikleri ile çok-geçişli (multi-pass) kayma aşınma sistemi kullanılmıştır. Farklı kaplama parametreleri ve hedef-taban malzemesi mesafelerinde üretilen kaplamalar birbirleriyle mukayese edilmiş, mekanik ve tribolojik açıdan en uygun kaplama tespit edilerek, mevcut uygulama sahaları için görüşler açıklanmıştır. Çalışmanın detayları alt başlıklar halinde özetlenmektedir.

5.2. Numune Hazırlama

5.2.1. Numune Özellikleri

Numuneler, alüminyum ekstrüzyon kalıplarında en çok kullanılan sıcak iş takım çeliklerinden DIN X40CrMoV51 (AISI H13) hadde mamulü silindirik malzemelerden yaklaşık 8 mm kalınlığında kesilerek hazırlanmıştır. Kaplamaların yapısal, kimyasal ve

çeşitli mekanik özelliklerini tespit etmek için ise, (100) kristal yönlenmesine sahip, 525±25 µm kalınlığında, tek yüzü parlatılmış "University Wafers" marka silisyum yongalar kullanılmıştır. 100 mm çapındaki silisyum levhalar, elmas kesici yardımıyla yaklaşık 2 cm x 2 cm boyutlarında kesilmiştir. Kullanılan H13 malzemenin kimyasal bileşimi Tablo 5.1'de, numune özellikleri ise Tablo 5.2'de özetlenmektedir.

Tablo 5.1. Deneysel Çalışmada Kullanılan H13 Malzemenin Kimyasal Bileşimi.

Elem. (%)	**C**	**Si**	**S**	**P**	**Co**	**Mn**	**Ni**	**Cr**	**Mo**	**V**	**W**	**Fe**
H13	0.3871	0.8388	0.0102	0.0142	0.0	0.3813	0.1389	5.0942	1.2063	1.0071	0.0	Kalan

Tablo 5.2. Deneysel Çalışmada Kullanılan Numunelerin Özellikleri.

Sıra No	**Malzeme Standardı**			**Numune Boyutu**		**Adet**
	AISI	**DIN**	**DIN**	**Çap (mm)**	**h (~mm)**	
1	H13	1.2344	X40CrMoV51	21	8	72
		Tip	**Yönlenme**	**Kalınlık (µm)**	**Direnci (ohm-cm)**	
2	Si-W	P	(100)	525±25	0-100	36

H13 numuneler, kesme işleminin ardından, 2'nci Hava İkmal Bakım Merkezi Komutanlığı'nda sertleştirme ısıl işlemi (yaklaşık; 815 °C'de 1 sa ön ısıtma, 995-1025 °C'de 12 dak havada sertleştirme+soğutma, 560 ve 540 °C'de 1'er sa temperleme), yan yüzeylerinin kumlanması ve düz yüzeylerinin taşlanması aşamalarından geçirilmişlerdir. Kumlamanın amacı, ısıl işlemin sebep olduğu kav ve oksit tabakasının kaldırılması, taşlamanın amacı ise çizik testlerinde ihtiyaç duyulan yüzey paralelliğinin sağlanması, ayrıca parlatma öncesi yüzey kalitesinin arttırılmasıdır. Taşlama işleminden sonra numunelerin tek yüzeyleri "Struers DAP-V" su zımparasında, 1200 kum SiC zımpara kâğıdı kullanılarak parlatılmıştır. H13 numunelerin sertleştirilmeden önceki ve sonraki sertlikleri ile parlatıldıktan sonraki yüzey pürüzlülükleri Tablo 5.3'te verilmektedir.

Tablo 5.3. H13 Numunelerin Sertleştirilmeden Önceki ve Sonraki Sertlikleri ile Parlatma İşleminden Sonraki Yüzey Pürüzlülükleri.

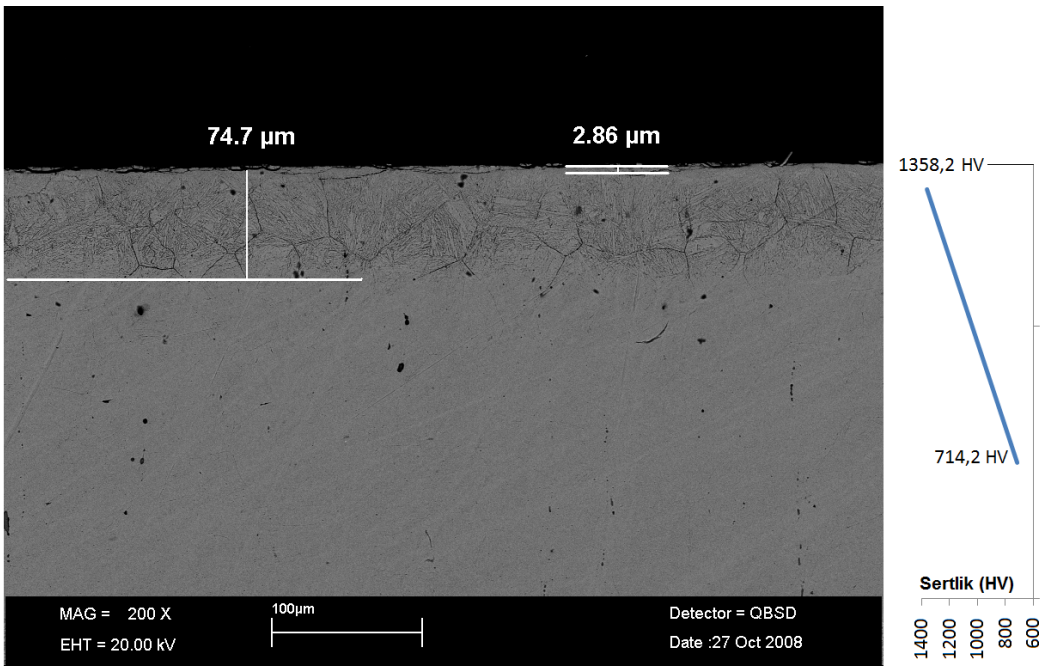
Malzeme	**Sertl. Önceki Sertlik**	**Sertl. Sonraki Sertlik**	**Yüzey Pürüz. R_a (µm)**
H13	61 HRA (21 HRC-239 HV)	76 HRA (50 HRC-513 HV)	0.05

5.2.2. Plazma Nitrürleme İşlemi

H13 malzemeden hazırlanan numunelerin yarısı, sertleştirme ve parlatma işlemlerinin ardından Bursa'da kurulu olan Er-mir Tekstil Şirketi'nde 10 sa süreyle plazma nitrürleme işlemine tabi tutulmuştur. Plazma nitrürleme işlem parametreleri Tablo 5.4'te özetlenmektedir. Nitrürlenen H13 çeliğinin kesit mikro yapısı SEM'de incelenmiş ve difüzyon ile beyaz tabaka kalınlıkları tespit edilmiştir. Şekil 5.1'de de görüldüğü gibi, plazma nitrürleme işlemi ile yaklaşık 75 µm kalınlığında bir difüzyon tabakası ile yaklaşık 2-3 µm arasında bir beyaz tabakanın oluştuğu görülmektedir. Ayrıca difüzyon tabakası ile ana malzeme sertlikleri numune kesitinden "Struers Duramin-5" marka mikro sertlik ölçüm cihazı ile 100 g yük altında ölçülmüştür. Sonuçlar Tablo 5.5'te ve Şekil 5.2'de özetlenmektedir. Plazma nitrürleme işlemi sonrası, 1358.2 HV difüzyon tabakası sertliği elde edilmiştir.

Tablo 5.4. Plazma Nitrürleme İşlem Parametreleri.

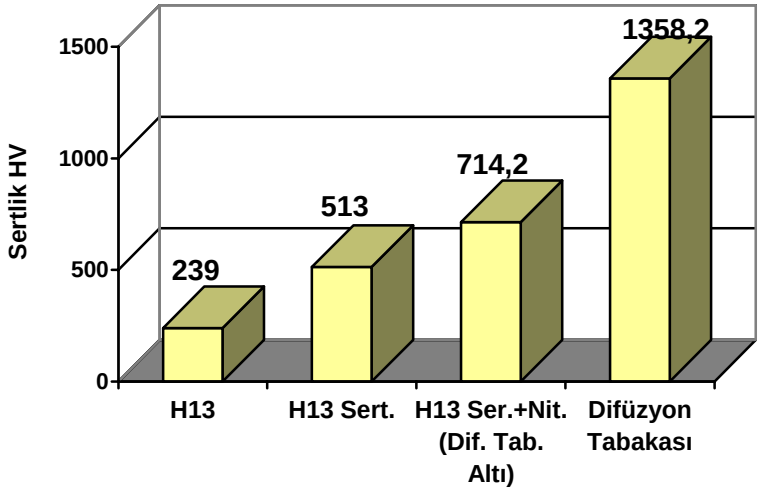
Süre (sa)	Sıcaklık (°C)	N_2/H_2 oranı	Basınç (Pa)
10	500	4/1	200



Şekil 5.1. Plazma nitrürlenmiş H13 çeliğinin kesit SEM görüntüsü.

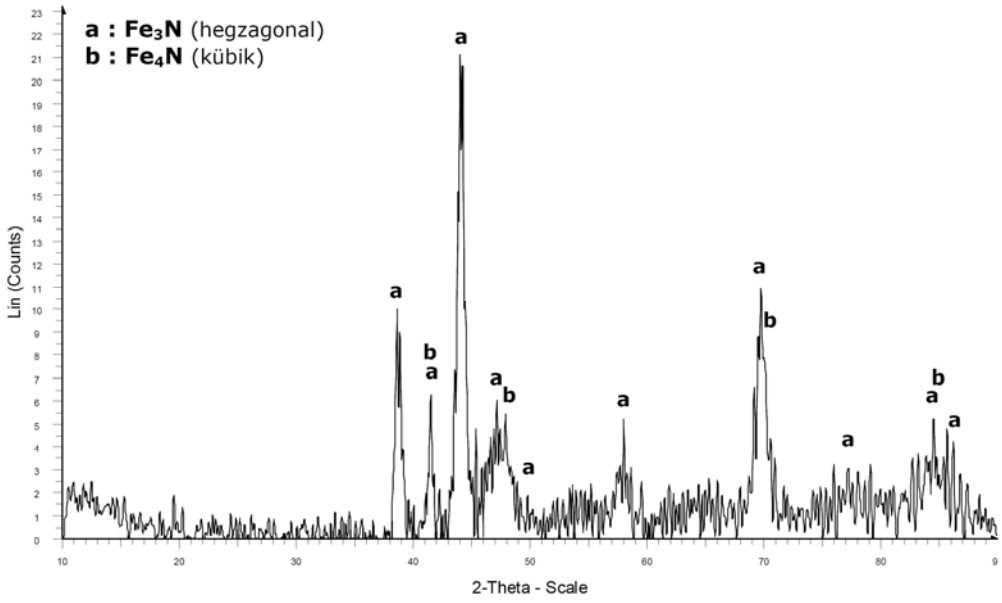
Tablo 5.5. Plazma Nitrürleme İşlemi Sonrası Numune Özellikleri.

Malzeme	Difüzyon tabakası kal. (µm)	Beyaz tabaka kalınlığı (µm)	Difüzyon tabakası sertliği (HV)	Dif. tabakası altı sertliği (HV)	Yüzey Pürüzlülüğü R_a (µm)
H13	74.7	2.86	1358.2	714.2	0.28



Şekil 5.2. Numune sertliğindeki değişim.

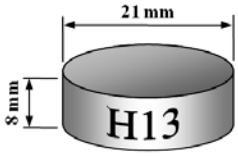
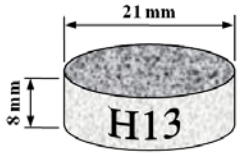
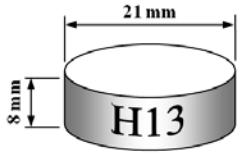
H13 malzemeden hazırlanan sertleştirilmiş+plazma nitrürlenmiş numuneler üzerindeki beyaz tabakanın XRD analiz sonuçlarına göre (Şekil 5.3), beyaz tabakanın hegzagonal Fe_3N ve kübik Fe_4N'den oluştuğu tespit edilmiştir.



Şekil 5.3. Nitrürlenmiş H13 numune üzerindeki beyaz tabakanın XRD grafiği.

Plazma nitrürleme işlemi sonrası R_a=0.28 µm olan yüzey pürüzlülüğü, numunelerin su zımparasında, 1200 kum SiC zımpara kâğıdı kullanılarak parlatılmasının ardından R_a=0.08 µm'ye düşürülmüştür. Sertleştirilmiş ve sertleştirilmiş+plazma nitrürlenmiş H13 numunelerin nihai boyutları ile uygulanan işlemler Tablo 5.6'da özetlenmektedir.

Tablo 5.6. Deneysel Çalışmada Kullanılan H13 Numunenin Şekli, Boyutları ve Uygulanan İşlemler.

İşlem / Malzeme	Sertleştirilmiş	Sertleştirilmiş + Plazma Nitrürlenmiş	Parlatılmış
H13			

5.2.3. PVD Kaplama İşlemi

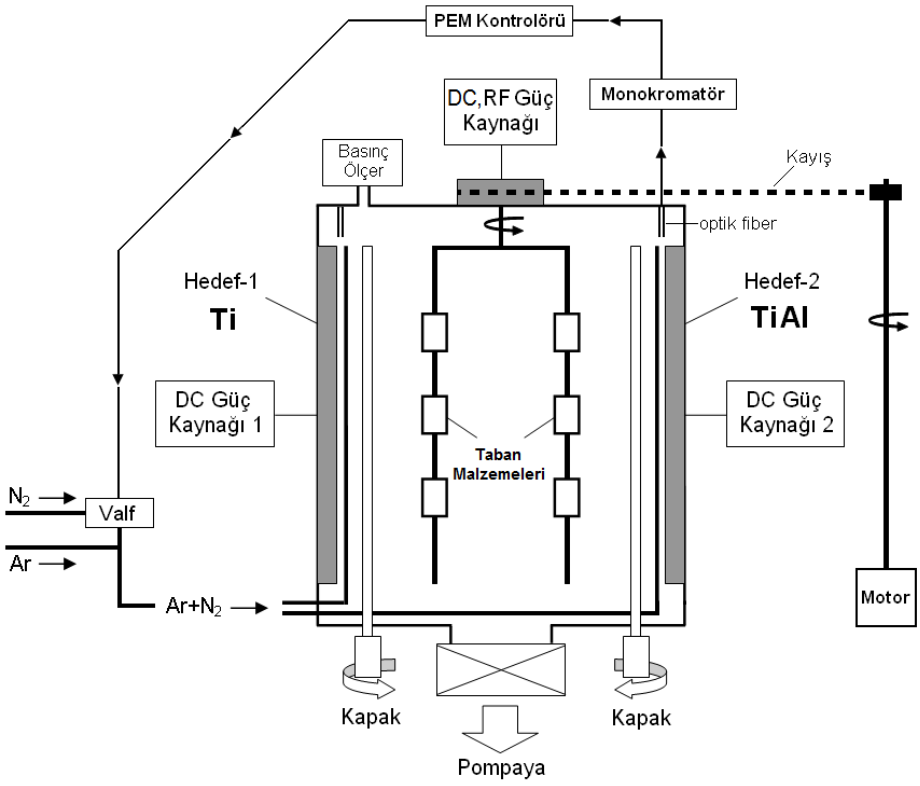
5.2.3.1. Manyetik Alanda Sıçratma Kaplama Sistemi

PVD kaplama işlemleri, Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Yüzey Teknolojileri Araştırma ve Uygulama Laboratuarı bünyesinde kurulu olan manyetik alanda sıçratma kaplama sisteminde gerçekleştirilmiştir. Sistem, root, rotary, mekanik ve difüzyon pompaları, vakum odası ve kontrol ünitesinden oluşmaktadır (Şekil 5.4 ve Şekil 5.5). Silindir şeklindeki paslanmaz çelik vakum odası (içten içe 300 mm x 600 mm) dikdörtgen prizma şeklinde (645 mm x 110 mm x 10 mm), yüksek saflığa sahip hedef malzemelerinin monte edilebildiği karşılıklı iki adet magnetrona sahiptir. Sistemde farklı gaz akışlarının kontrol edilebildiği 6 adet kütle akış metre, adaptif basınç kontrolörü ve reaktif gaz kontrolünü sağlayan optik emisyon spektrometresi bulunmaktadır. Kontrol birimi, 3 kW RF güç kaynağı ve kontrol ünitesi, 2 adet 12 kW DC güç kaynağı ve kontrol ünitesi, reaktif gaz kontrol birimi, gaz akış kontrol ünitesi, adaptif basınç kontrol ünitesi ile basınç ve sıcaklık ölçerlerden oluşmaktadır. Ayrıca, DC bias için harici bir güç kaynağı da mevcuttur. Kaplanacak parçalar devir ayarlı bir elektrik motoru yardımıyla tek ve çift eksenli olarak döndürülebilmekte olup ısıtma işlemi vakum odası içerisindeki rezistanslı ısıtıcılarla sağlanmaktadır. Sistem su soğutmalı olup, 40 kW'lık bir kesintisiz güç kaynağı ile çalışmaktadır. Tez çalışması kapsamında, 2 no'lu magnetrona (Şekil 5.5) monte edilen 10 mm kalınlığındaki TiAl

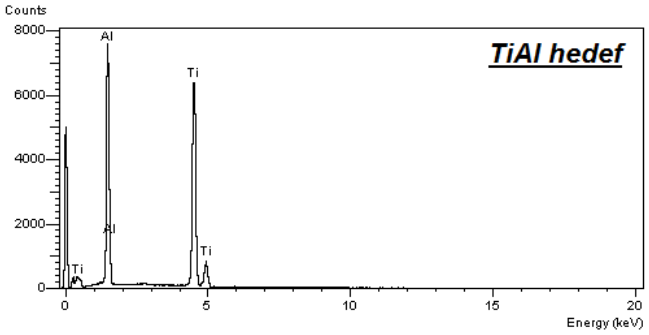
bileşik hedef (atomik %50 Ti-%50 Al) kullanılmış olup, kaplanacak parçalar hedefin önünde sabit tutulmuşlardır. Kullanılan hedefin EDX analiz sonucu elde edilen atomik bileşimi Şekil 5.6'da verilmektedir.



Şekil 5.4. Manyetik alanda sıçratma kaplama sistemi.



Şekil 5.5. Kaplama sistemi şematik görünümü.



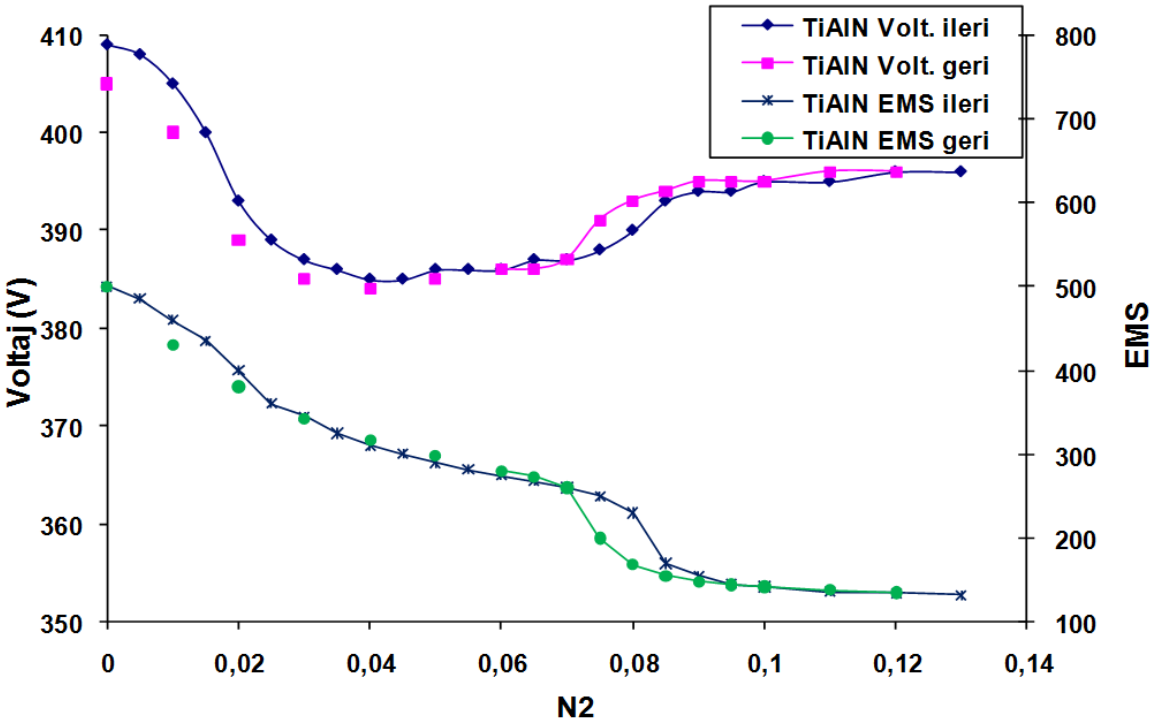
Analiz Sonuçları:

	ELEMENT	
Atomik %	**Ti**	**Al**
1	51.55	48.45
2	48.97	51.03
3	52.03	47.97
Ortalama	**50.85**	**49.15**

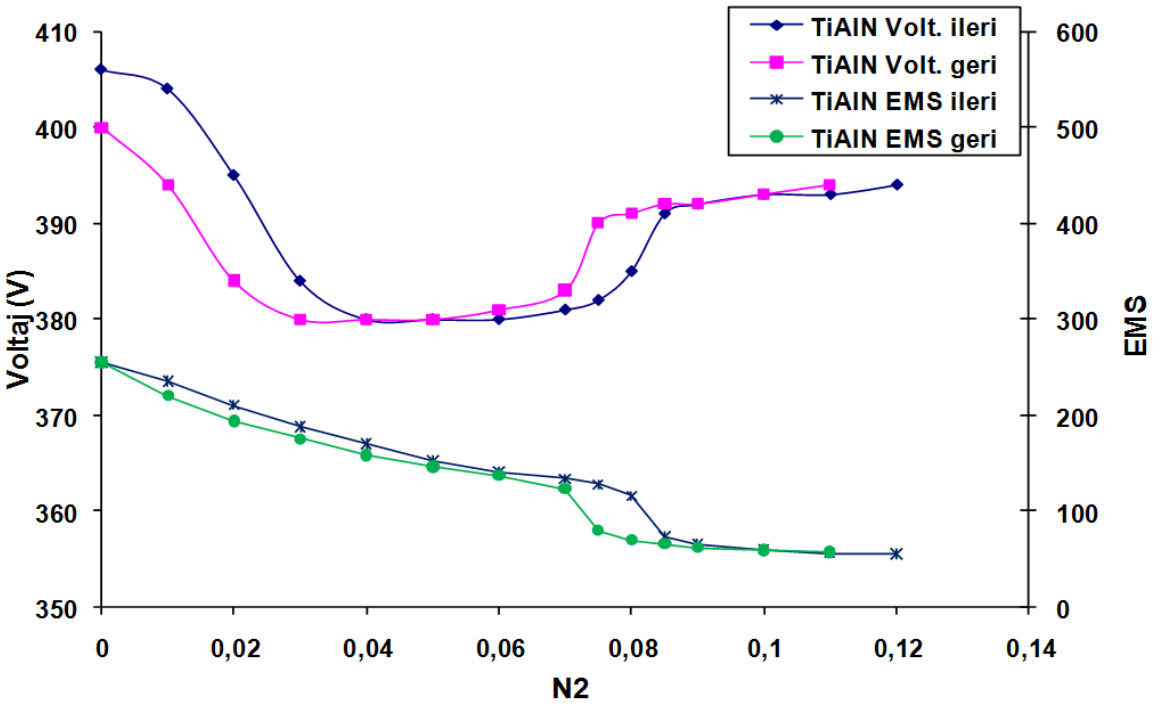
Şekil 5.6. Kullanılan TiAl bileşik hedefin EDX analiz sonuçları.

5.2.3.2. Gerçekleştirilen Ön Deneyler ve Histerizis Eğrileri

Reaktif sıçratma, birbirinden bağımsız birçok parametreye bağlı, karmaşık ve lineer olmayan değişimler gösterebilen bir proses olup, kontrolü için karmaşık kontrol elemanlarına ihtiyaç duyulur (optik emisyon spektrometresi-OES vb., bkz. Ref. [95]). Kullanılan reaktif gazın hedef tarafından tamamen tüketilmesiyle metalik yapıda bir kaplama elde edilir. Artan reaktif gazla birlikte, hedef yüzeyinde bileşik bir tabakanın oluştuğu ve bileşik kaplama tabakasının elde edildiği bölgeye "geçiş bölgesi" denir. Bu bölgeden sonra da biriktirme oranı düşer ve reaktif gaz basıncı artar. Plazmada kullanılan reaktif gaz, hedef yüzeyi ile reaksiyona girerek bileşik tabaka oluşturabilir ve bu olay "hedef zehirlenmesi" olarak isimlendirilir. Hedefin zehir bölgesinde olduğu bu bölge ise "reaktif bölge" olarak adlandırılır. Geri dönüşte ise eğri, hedef yüzeyinde oluşan bileşik tabakadan dolayı aynı yörüngeyi takip etmez (histerizis etkisi). Her bir bölgede üretilen kaplamaların stokiyometrisi ve özelliklerinde de değişiklikler gözlenir. Reaktif bölgede üretilen kaplamaların biriktirme oranları düşüktür, fakat yüksek sertlik değerlerine ulaşılır. Histerizisle ilgili detaylı bilgiye [96-99] no'lu referanslardan ulaşılabilir. Belirlenen parametrelerde kaplama işlemine geçilmeden önce, TiAl bileşik hedefin; metalik, geçiş ve reaktif kaplama bölgeleri hakkında fikir sahibi olmak amacıyla bir dizi test gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla, 2500 W hedef gücünde, voltaj ve EMS (plazma emisyonu) değerlerinin azot akış oranına göre değişimleri tespit edilmiş, artan ve azalan azot miktarlarına göre eğrinin ileri ve geri yöndeki değişimleri iki farklı OES değeri (Al için 396, Ti için 503.5) için çizilmiştir (Şekil 5.7 ve Şekil 5.8). OES ayarı Al: 396 ve Ti: 503.5 için histerizis bölgelerinin hemen hemen aynı olduğu, voltaj eğrilerinde ise önce bir azalma, ardından da bir artış olduğu dikkat çekmektedir.



Şekil 5.7. TiAl (%50 Ti-%50 Al) bileşik hedefin voltaj-EMS-azot histerizis eğrisi (OES ayarı Al: 396, basınç: 3 mtorr, POS 390, N_2:1/150 sccm).

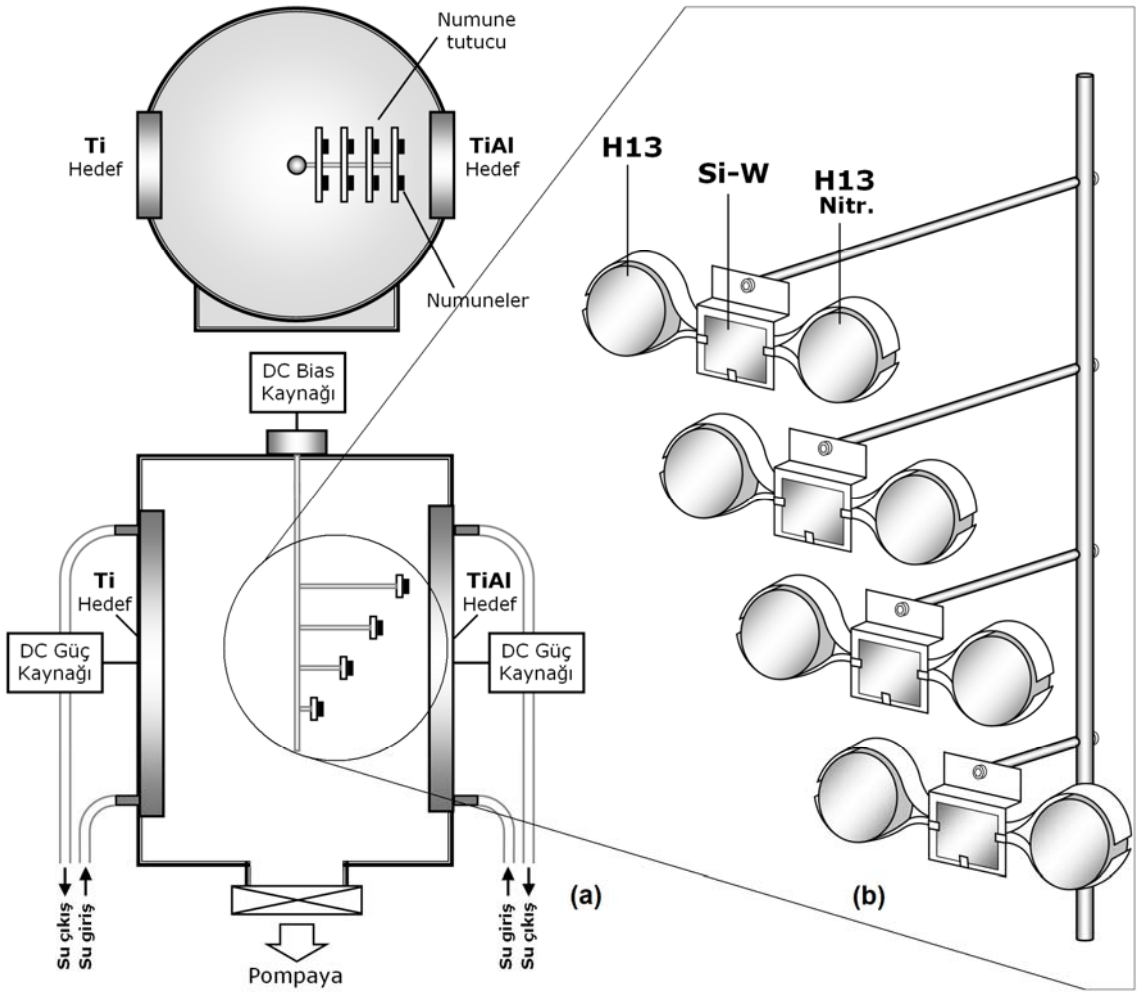


Şekil 5.8. TiAl (%50 Ti-%50 Al) bileşik hedefin voltaj-EMS-azot histerizis eğrisi (OES ayarı Ti: 503.5, basınç: 3 mtorr, POS 355, N_2:1/150 sccm).

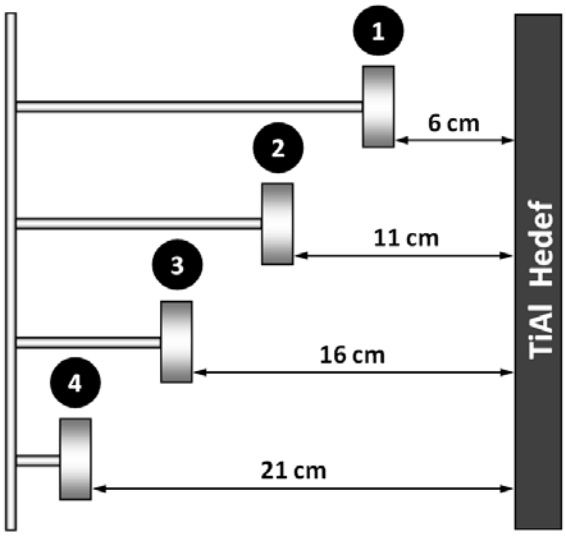
5.2.3.3. Kaplama Sistematiği

Hazırlanan H13 numuneler ve silisyum yongalar "Bandelin Sonorex RK 255-H" marka ultrasonik banyoda, sırasıyla 15 dakika saf aseton ve 15 dakika da saf etil alkolle yıkanmışlar ve ardından saf su ile durulanarak kurutulmuşlardır. Numunelerin hedefe, 6, 11, 16 ve 21 cm mesafelerde yerleştirilebilmeleri için paslanmaz çelik malzemeden tasarlanan taban malzemesi tutucusu ve tutucunun kaplama odası içerisindeki konumu Şekil 5.9'da şematik olarak gösterilmektedir. Hedefe olan her bir uzaklık için, 1 adet sertleştirilmiş H13 numune, 1 adet sertleştirilmiş+nitrürlenmiş H13 numune ve 1 adet silisyum yonga şekildeki gibi taban malzemesi tutucusuna yerleştirilmiş ve tutucunun TiAl hedef önünde sabit durması sağlanmıştır. Kaplama işlemi boyunca kullanılmayan Ti hedef (1. magnetron) kapağı kapalı konumda tutulmuştur. Numunelerin TiAl hedefe olan uzaklıkları Şekil 5.10'da görülmektedir.

Kaplama işlemi şu şekilde özetlenebilir: Manyetik alanda sıçratma kaplama sistemi vakum odası, mevcut mekanik, root ve difüzyon pompaları ile $4.5x10^{-5}$ mbar (0.034 mtorr) basınç değerine kadar vakumlandıktan sonra 5 mtorr argon basıncında (~25 sccm) ve 4500 W hedef gücünde yaklaşık 5 dakika hedef temizliği ve ardından yine 5 mtorr basınç, 150 W hedef gücü ve -750 V taban malzemesi voltajında yaklaşık 25 dakika DC taban malzemesi temizliği işlemleri gerçekleştirilmiştir. TiAlN kaplamanın taban malzemelerine yapışma direncini arttırmak maksadıyla 4000 W hedef gücü ve 15 sccm argon akışında 30 saniye TiAl kaplama işlemi yapılmış ve ardından yine 4000 W hedef gücünde 45 dakika TiAlN kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Kaplama işlemi, 0.3, 0.6 ve 1.2 mtorr azot basınçları ile 0, -100 ve -200 V bias voltajları için tekrarlanmıştır. Seçilen azot basınçları için tüm kaplamalar, Bölüm 5.2.3.2'de bahsedilen reaktif bölgede gerçekleştirilmiştir. Düz yüzeylerin kaplanacak olmasından dolayı, taban malzemesi tutucusu kaplama boyunca döndürülmeyerek TiAl hedef önünde sabit tutulmuş, böylece biriktirme oranının arttırılarak kaplama süresinin kısaltılabilmesi sağlanmıştır. Farklı azot kısmi basınçlarını (0.3, 0.6, 1.2 mtorr) ayarlayabilmek için "VAT PM-3 basınç kontrolörü" kullanılmış olup, argon basıncı 1.5 mtorr'da sabit tutulmuştur. Toplam çalışma basınçları ($Ar+N_2$ basıncı) sırasıyla; 1.8, 2.1 ve 2.7 mtorr'dur. Kaplama boyunca ortam sıcaklığı 80 °C'de tutulmuş olup, kaplama odası çeperleri su ile soğutulmuştur. Kaplama parametreleri Tablo 5.7'de özetlenmektedir.



Şekil 5.9. a) Vakum odası kesit görüntüsü, b) taban malzemesi tutucusu.



Şekil 5.10. Numunelerin TiAl hedefe olan uzaklıkları.

Tablo 5.7. Kaplama Parametreleri.

Kapl. No	Bias Voltajı (-V)	N_2 Basıncı (mtorr)	N_2 Basıncı (Pa)	TiAl Hedef Gücü (W)	Hedef Voltajı (V)	Hedef Akımı (A)	TiAl Kaplama Süresi (sn)	TiAlN Kaplama Süresi (dak)
1	0	0.3	0.04	4000	434	9.21	30	45
2		0.6	0.08		433	9.25		
3		1.2	0.16		417	9.60		
4	100	0.3	0.04	4000	423	9.46	30	45
5		0.6	0.08		432	9.27		
6		1.2	0.16		422	9.49		
7	200	0.3	0.04	4000	434	9.23	30	45
8		0.6	0.08		424	9.44		
9		1.2	0.16		420	9.53		

5.3. Kaplama Karakterizasyonu

5.3.1. Karakterizasyon Test Cihazları

Kaplama karakterizasyonu amacıyla kullanılan test cihazları, CSEM Calotest kaplama kalınlığı ölçüm cihazı, CSEM nano-sertlik test cihazı ve CSEM Revetest çizik test cihazıdır. CSEM Calotest kaplama kalınlığı ölçüm cihazı, genellikle 10-30 mm çaplı bir bilyenin merkezi etrafında döndürülerek, 1 μm elmas pasta yardımıyla kaplanmış numuneyi aşındırması ve elde edilen izden kaplama kalınlığının geometrik olarak hesaplanması esasına göre çalışır. Cihaz, 0-900 dev/dak mil dönme hızı ile 10 sn-9 dak aralığında elektronik bir zamanlayıcıya sahip olup, cihazla 0.5-50 μm arası tek ve çok tabaka kaplama kalınlıkları yüksek hassasiyette hesaplanabilir. Kaplama kalınlıkları SEM ile ölçülmüş olup, Calotest ile de yakın sonuçlar elde edilerek doğrulanmıştır. CSEM nano-sertlik test cihazı, çok düşük batma derinlikleri ile ince kaplamaların sertliklerinin ve mekanik özelliklerinin taban malzemesinden bağımsız olarak ölçülebilmesini sağlayan bilgisayar kontrollü bir cihazdır (Şekil 5.11). Maksimum 300 mN yükleme kapasitesi olan cihaz, uygulanan yük ile nanometre mertebesindeki batma derinliğinin yüke bağlı değişim grafiğini çizerek, kullanılan Vickers veya Berkovich ucun temas alanına göre kaplamanın sertlik değeri ve elastiklik modülünü otomatik olarak hesaplar. CSEM Revetest çizik test cihazı, Rockwell-C profiline sahip, 120° tepe açılı elmas bir ucun kaplanmış bir numuneyi artan bir normal yük altında çizmesiyle kaplama hasarının meydana geldiği kritik yük (L_c) değerlerinin akustik emisyon ve sürtünme kuvveti dedektörleriyle tespit edilmesini sağlayan bilgisayar kontrollü bir cihazdır (Şekil 5.12). Elde edilen kritik yük değerleri ve optik olarak gözlenen hasar

mekanizmaları birlikte değerlendirilerek, kaplamanın taban malzemesine yapışma mukavemeti hakkında fikir sahibi olunur. Cihazla uygulanabilen maksimum normal yük 200 N, çizme hızı 0.4-600 mm/dak, maksimum çizik uzunluğu 70 mm ve maksimum batma derinliği 1 mm'dir. Kaplama karakterizasyonu için ayrıca, Mahr yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı, SEM, EDX, XRD ve AFM analiz teknikleri ile çok-geçişli kayma aşınma sistemi ve Rugosimeter aşınma profili ölçme cihazı kullanılmıştır.



Şekil 5.11. CSEM nano-sertlik test cihazı.



Şekil 5.12. CSEM Revetest çizik test cihazı.

5.3.2. Karakterizasyon Test Sonuçları

5.3.2.1. Kaplama Kalınlıkları ve Biriktirme Oranları

Kaplama kalınlıkları, silisyum yongaların kırık kesitleri SEM'de incelenerek tespit edilmiş ve biriktirme oranları 45.5 dakika kaplama süresi dikkate alınarak (TiAl ilk tabaka kalınlığı da toplam TiAlN kaplama kalınlığına ilave edilerek), nm/dak cinsinden hesaplanmıştır. Kaplama kalınlıkları, ayrıca CSEM Calotest kaplama kalınlığı ölçüm cihazı ile de örnek numuneler üzerinde ölçülerek doğrulanmıştır. SEM fotoğraflarından, TiAl alt tabaka kalınlıkları yaklaşık olarak, hedef-taban malzeme mesafesi 6 cm için 303 nm, 11 cm için 170 nm, 16 cm için 125 nm ve 21 cm için 105 nm olarak hesaplanmıştır. Bu değerler, toplam kaplama kalınlıklarının yaklaşık %10'una tekabül etmektedir. Kaplamaların kalınlıkları ve biriktirme oranları Tablo 5.8'de özetlenmektedir. Tablo 5.8'deki konum numaraları "1": 6 cm, "2": 11 cm, "3": 16 cm ve "4": 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesini göstermektedir. Tablodan da görüldüğü gibi, kaplama kalınlıkları 0.81-5.50 μm (biriktirme oranları 17.8-120.9 nm/dak) arasında değişmektedir. Elmas kesici yardımı ile çizildikten sonra kırılan, 0 V ile -100 V bias voltajlarında üretilen kaplamaların olduğu silisyum yonga kesit SEM görüntüleri Şekil 5.13'te görülmektedir. Fotoğraflardan, kaplama kalınlıklarının kesit boyunca sabit olduğu ve kaplamaların genel olarak sütunsal bir yapıya sahip oldukları görülebilir.

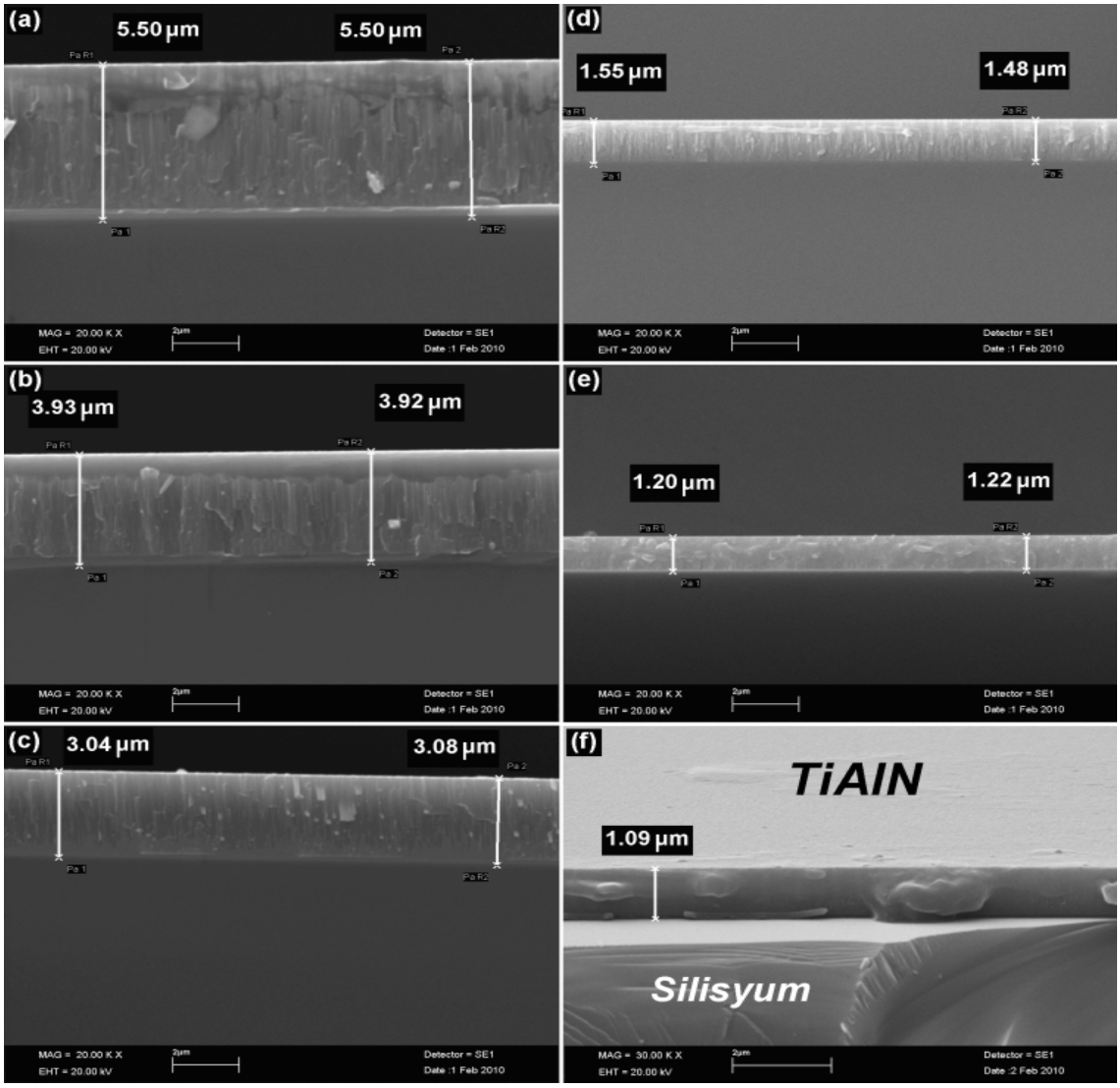
Şekil 5.14a'da, -100 V bias-1.2 mtorr azot basıncında, 16 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde üretilen TiAlN kaplamanın kırık kesit SEM görüntüsü ile Şekil 5.14b'de, -200 V bias-1.2 mtorr azot basıncında, 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde üretilen TiAlN kaplamanın kırık kesit SEM görüntüsü görülmektedir. Kaplamaların nispeten düzgün bir yüzey yapısı ve düşük bir yüzey pürüzlülüğüne sahip oldukları görülse de, bu konu detaylı olarak Bölüm 5.3.2.4'te ele alınacaktır. Şekil 5.15'te ise, -200 V bias-1.2 mtorr azot basıncında, kaplama kalınlıklarının hedef-taban malzemesi mesafelerine göre değişimi görülmektedir. Silisyum yonga üzerinde yapılan kaplama kalınlığı taramasında, kaplama kalınlıklarının homojen olduğu görülmüştür. Biriktirme oranlarının, kaplama parametreleri ile hedef-taban malzemesi mesafelerine göre değişim grafikleri Şekil 5.16-Şekil 5.17'de verilmektedir. Grafiklerden, biriktirme oranlarının hedeften uzaklaştıkça azaldığı görülmekte olup, ayrıca azot basıncının düşmesiyle de,

biriktirme oranının arttığı tespit edilmiştir. Bu sonuç, Wuhrer ve arkadaşlarının [61] bulduğu sonuçlarla uyum içerisindedir. Yüksek azot basınçlarında, hedef zehirlenmesi, ayrıca atomik çarpışma ve yansımalar ortalama serbest yolun (mean free path) azalmasına, dolayısıyla taban malzemesine ulaşan atomların sayı ve kinetik enerjilerinde azalmaya sebep olur. Bu da, artan azot basınçları ile birlikte biriktirme oranının azalmasına yol açar [61].

Tablo 5.8. TiAlN Kaplamaların Kalınlıkları ve Biriktirme Oranları.

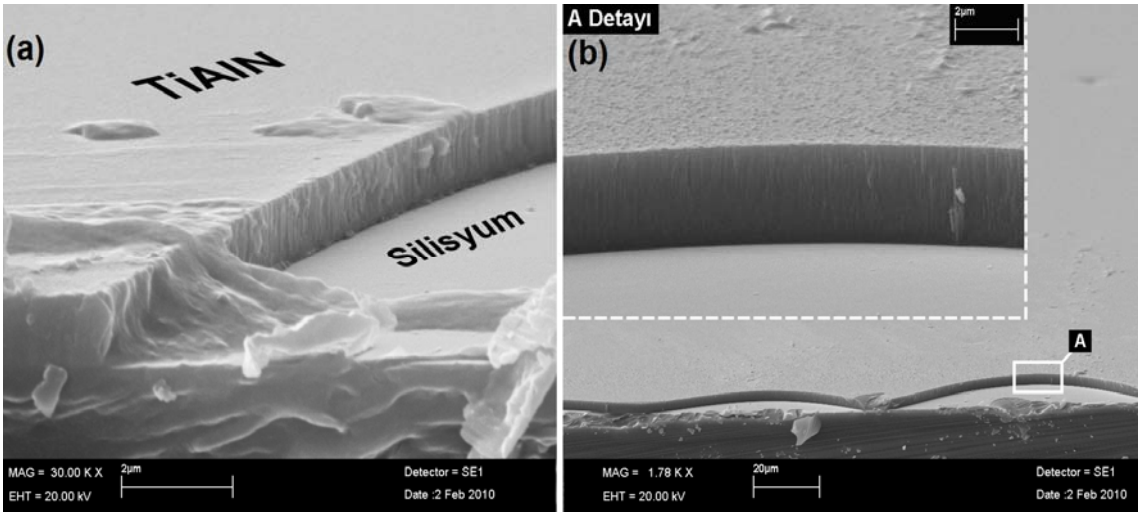
Kaplama No	Bias Voltajı (-V)	N_2 Basıncı (mtorr)	Konum*	Kaplama Kalınlığı (µm)	Biriktirme Oranı (nm/dak)
1	0	0.3	1	5.50	120.9
			2	2.38	52.3
			3	1.92	42.2
			4	1.20	26.4
2	0	0.6	1	3.93	86.4
			2	1.92	42.2
			3	1.29	28.4
			4	0.95	20.9
3	0	1.2	1	3.06	67.3
			2	1.52	33.4
			3	1.31	28.8
			4	0.89	19.6
4	100	0.3	1	4.05	89.0
			2	2.22	48.8
			3	1.52	33.4
			4	1.00	22.0
5	100	0.6	1	3.52	77.4
			2	2.05	45.1
			3	1.21	26.6
			4	0.93	20.4
6	100	1.2	1	3.33	73.2
			2	1.69	37.1
			3	1.09	24.0
			4	0.86	18.9
7	200	0.3	1	4.71	103.5
			2	2.21	48.6
			3	1.54	33.8
			4	1.07	23.5
8	200	0.6	1	3.65	80.2
			2	1.88	41.3
			3	1.42	31.2
			4	0.81	17.8
9	200	1.2	1	3.02	66.4
			2	1.66	36.5
			3	1.23	27.0
			4	0.82	18.0

***** Konum numaraları: "**1**": 6 cm, "**2**": 11 cm, "**3**": 16 cm, "**4**": 21 cm

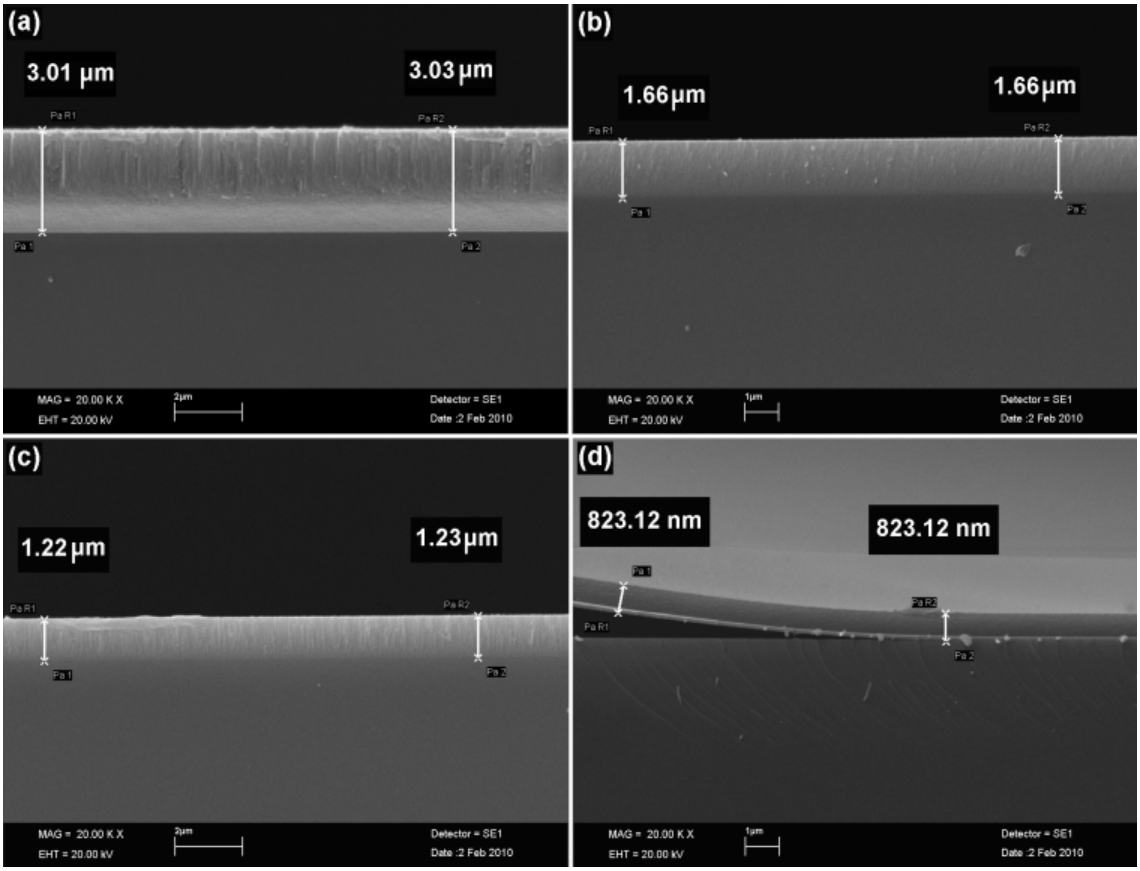


Şekil 5.13. 0 V bias-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde; a) 0.3 mtorr, b) 0.6 mtorr, c) 1.2 mtorr azot basıncında ve -100 V bias-16 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde; d) 0.3 mtorr, e) 0.6 mtorr, f) 1.2 mtorr azot basıncında üretilen TiAlN kaplamanın kırık kesit SEM görüntüleri ve kaplama kalınlıkları.

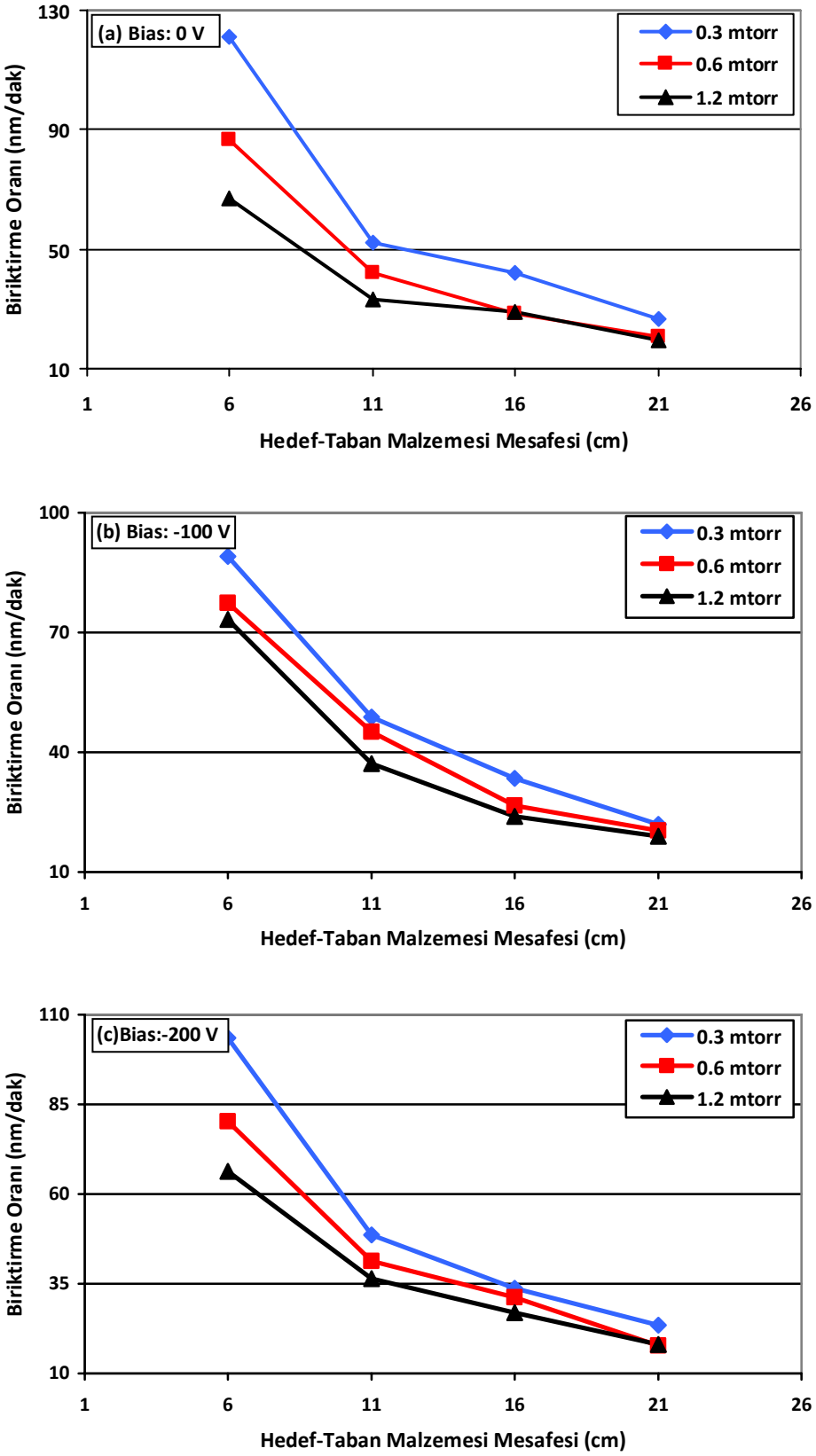
0.3 mtorr azot basıncı en yüksek biriktirme oranını vermektedir. 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde biriktirme oranının diğer mesafelere göre önemli ölçüde yüksek olduğu tespit edilmiş olup, 11-21 cm mesafelerdeki azalma daha düşük seviyede olup değişim nispeten lineerdir. Bias voltajı ile ciddi bir değişime rastlanılmamıştır. Grafikler incelendiğinde, kaplama kalınlıkları, dolayısıyla biriktirme oranları üzerinde etkili olan parametrelerin hedef-taban malzemesi mesafesi ve azot basıncı olduğu söylenebilir. Bu durum özellikle, geometrik olarak karmaşık parçaların döner mekanizmalarla kaplanacağı uygulamalarda önem arzetmektedir.



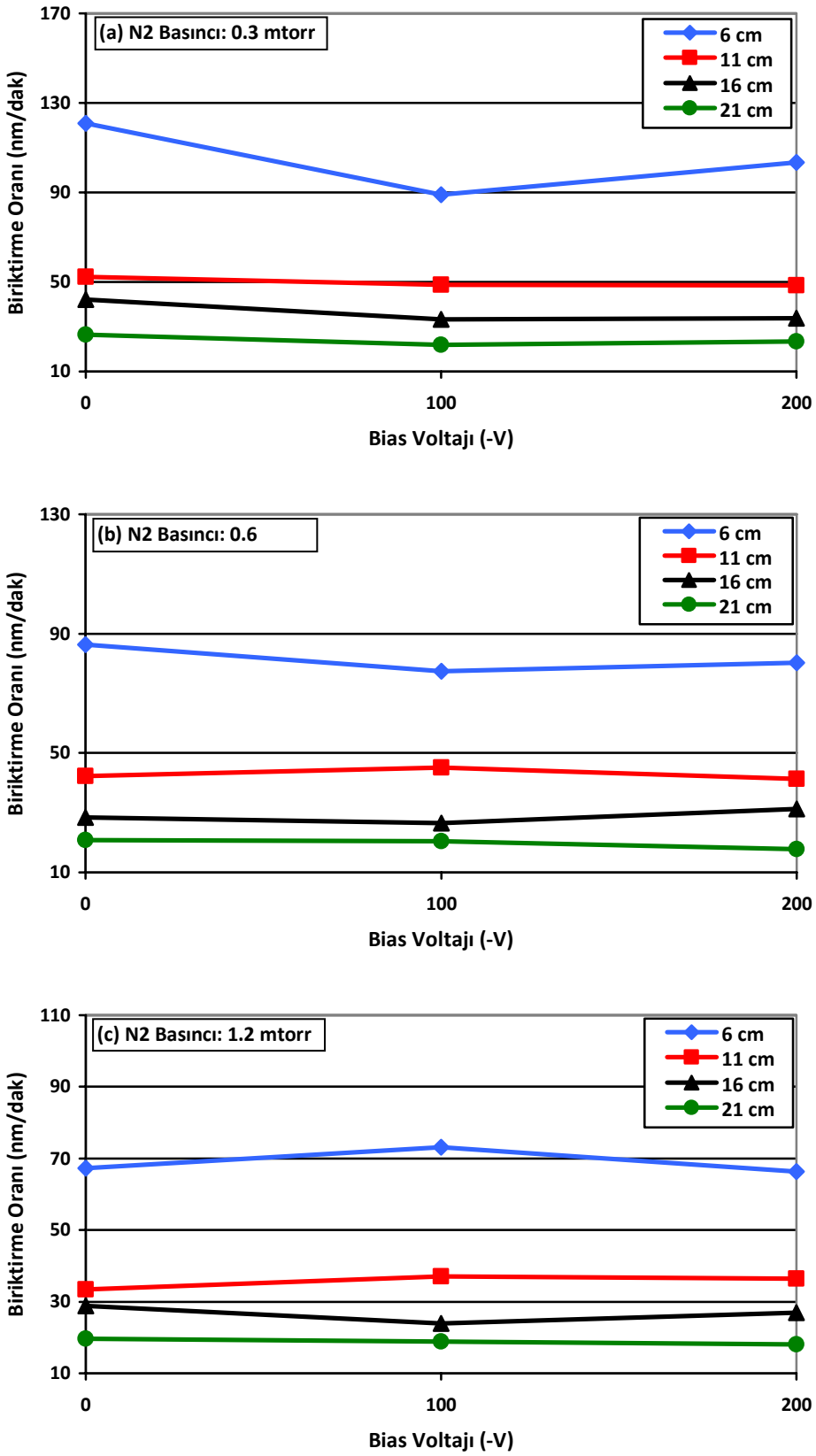
Şekil 5.14. a) -100 V bias-1.2 mtorr azot basıncında, 16 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, b) -200 V bias-1.2 mtorr azot basıncında, 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde üretilen TiAlN kaplamaların kırık kesit SEM görüntüleri.



Şekil 5.15. -200 V bias-1.2 mtorr azot basıncında; a) 6 cm, b) 11 cm, c) 16 cm, d) 21 cm hedef-taban malzemesi mesafelerinde üretilen TiAlN kaplamanın kırık kesit SEM görüntüleri ve kaplama kalınlıkları.



Şekil 5.16. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, biriktirme oranının hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi.



Şekil 5.17. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, biriktirme oranının taban malzemesi bias voltajına göre değişimi.

5.3.2.2. Kaplama Bileşimleri ve Faz Yapıları

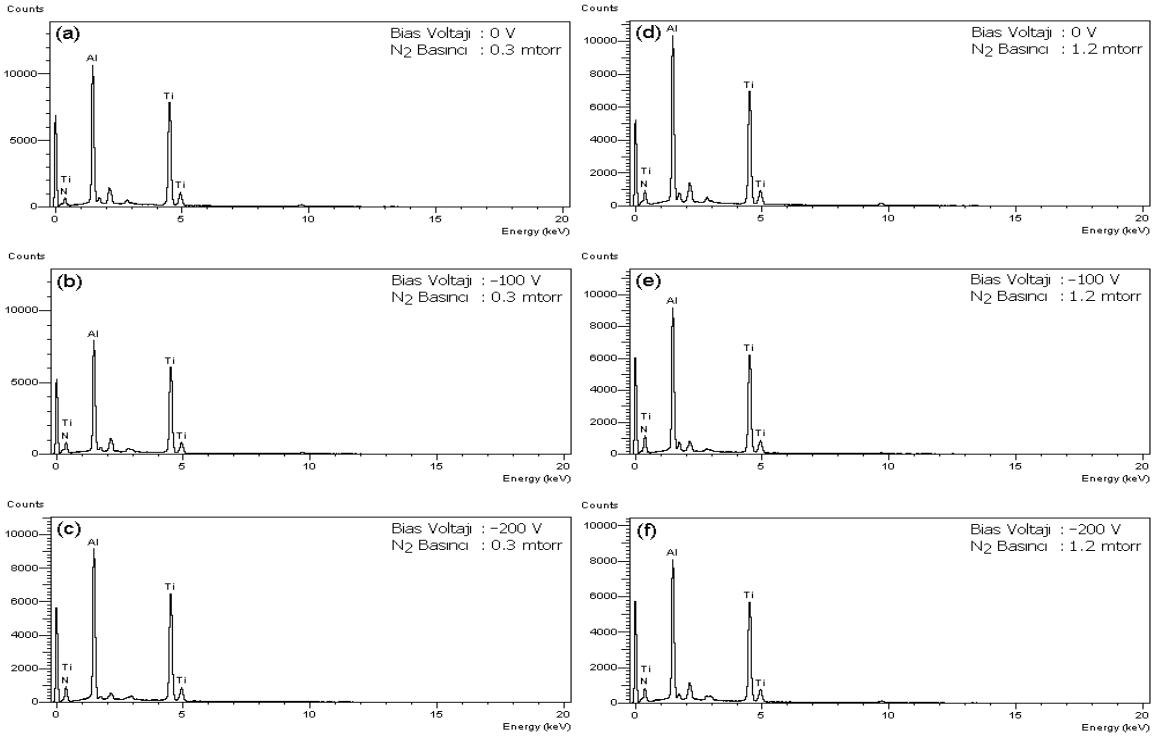
TiAlN kaplamaların % atomik Ti ve Al bileşimleri, kırık Si yongaların kesitinden EDX yöntemiyle, 20.00 kV voltaj değerinde ölçülmüş olup, sonuçlar Tablo 5.9'da özetlenmektedir. Ti ve Al atomik bileşimleri, üç farklı bölgeden alınan analiz sonucunun ortalaması olup, sonuçlar $Ti_{1-x}Al_xN$'e göre normalize edilmiştir.

Tablo 5.9. TiAlN Kaplamaların % Atomik Bileşimleri ve Al/Ti Oranları.

Kaplama No	Bias Voltajı (-V)	N_2 Basıncı (mtorr)	Konum*	% Atomik Bileşim**		Al/Ti Oranı	% Atomik N_2***
				Ti	Al		
1	0	0.3	1	47.70	52.30	1.096	51.44
			2	41.16	58.84	1.430	48.33
			3	46.02	53.98	1.173	51.61
			4	44.66	55.34	1.239	49.65
2	0	0.6	1	46.56	53.44	1.148	50.78
			2	46.64	53.36	1.144	52.89
			3	42.83	57.17	1.335	50.93
			4	42.91	57.09	1.330	55.08
3	0	1.2	1	45.91	54.09	1.178	52.05
			2	45.05	54.95	1.220	51.65
			3	42.92	57.08	1.330	52.83
			4	43.71	56.29	1.288	49.31
4	100	0.3	1	50.10	49.90	0.996	52.85
			2	46.00	54.00	1.174	54.38
			3	47.41	52.59	1.109	48.57
			4	48.35	51.65	1.068	48.60
5	100	0.6	1	47.75	52.25	1.094	51.41
			2	48.32	51.68	1.070	55.96
			3	45.80	54.20	1.183	52.61
			4	45.79	54.21	1.184	49.13
6	100	1.2	1	46.29	53.71	1.160	54.76
			2	46.97	53.03	1.129	54.50
			3	44.20	55.80	1.262	51.95
			4	46.09	53.91	1.170	47.18
7	200	0.3	1	46.88	53.12	1.133	50.53
			2	43.72	56.28	1.287	53.80
			3	45.09	54.91	1.218	51.67
			4	44.65	55.35	1.240	49.72
8	200	0.6	1	48.15	51.85	1.077	51.09
			2	47.57	52.43	1.102	54.49
			3	48.73	51.27	1.052	48.92
			4	43.85	56.15	1.281	55.93
9	200	1.2	1	47.94	52.06	1.086	51.75
			2	48.86	51.14	1.047	56.12
			3	46.98	53.02	1.129	50.10
			4	45.39	54.61	1.203	51.69

* Konum numaraları: "**1**": 6 cm, "**2**": 11 cm, "**3**": 16 cm, "**4**": 21 cm
** $Ti_{1-x}Al_xN$'e göre değerler, *** $Ti_xAl_yN_z$'e göre değerler

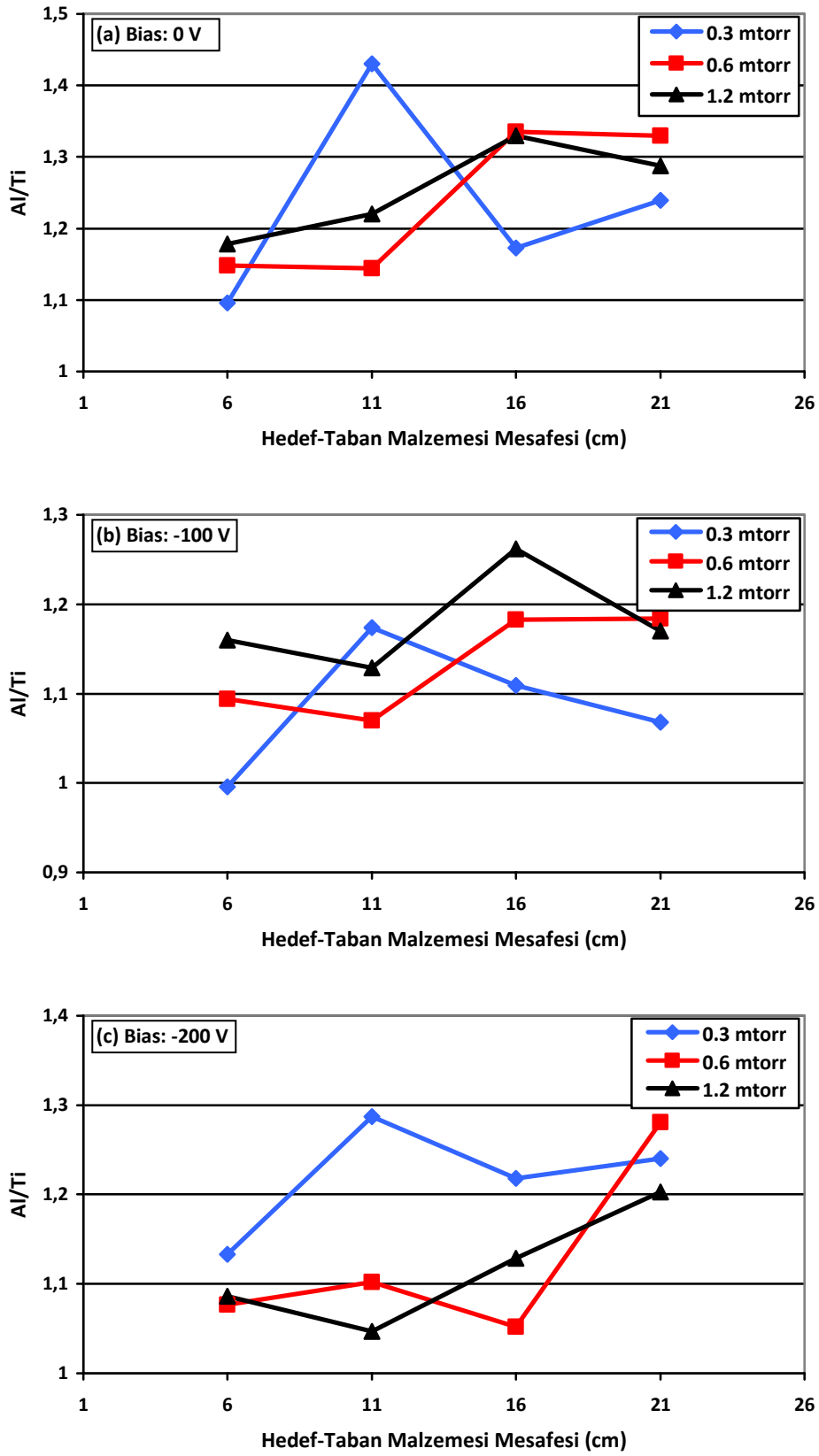
0.3 mtorr ve 1.2 mtorr azot basınçlarında üretilen TiAlN kaplamaların örnek EDX grafikleri Şekil 5.18'de, Al/Ti oranlarının, kaplama parametreleri ile hedef-taban malzemesi mesafelerine bağlı olarak değişim grafikleri Şekil 5.19-Şekil 5.20'de verilmektedir.



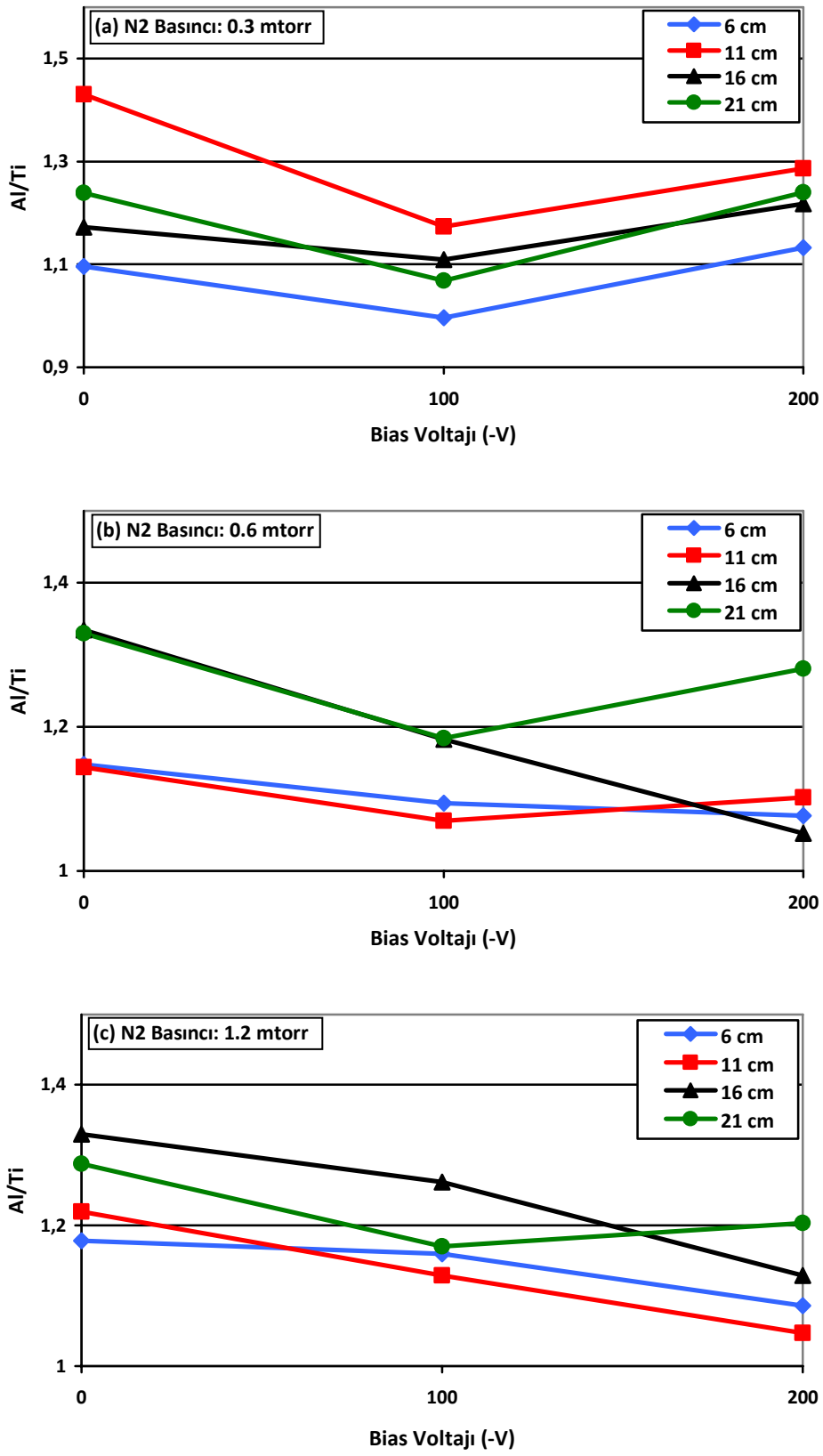
Şekil 5.18. 0.3 mtorr azot basıncında; a) 0 V, b) -100 V, c) -200 V bias voltajları ile 1.2 mtorr azot basıncında; d) 0 V, e) -100 V, f) -200 V bias voltajlarında üretilen TiAlN kaplamaların EDX grafikleri (hedef-taban malzemesi: 6 cm).

EDX yöntemi, yarı-kantitatif bir yöntem olup, azot gibi düşük atom ağırlığına sahip elementlerin bileşimlerini hassas olarak tespit etmede yeterli değildir. Bununla birlikte yöntem, Ti ve Al bileşimlerini karşılaştırma maksatlı olarak ölçmede kullanılabilir [100]. Azot oranları silisyum yongaların yüzeyinden 11.00 kV'ta ölçülmüş olup, 3 ölçüm sonucunun ortalaması alınmıştır (Şekil 5.21-Şekil 5.22). EDX yöntemi, azot elementinin bileşimini hassas olarak tespit edemese de, aynı şartlarda gerçekleştirilen ölçümlerde tespit edilen değerler karşılaştırma maksatlı olarak kullanılmıştır. Kullanılan bileşik hedefin %50 Ti-%50 Al bileşimine sahip olmasından dolayı Al/Ti oranlarının da 0.996-1.430 arasında değiştiği tespit edilmiştir. Hedef bileşimi ile kaplama bileşimi arasındaki bu farkın, bileşik hedef içeriğinde bulunan Al ve Ti bölümlerinin farklı zehirlenme oranlarından kaynaklandığı bilinmektedir [66]. Kaplama işlemi sonrası

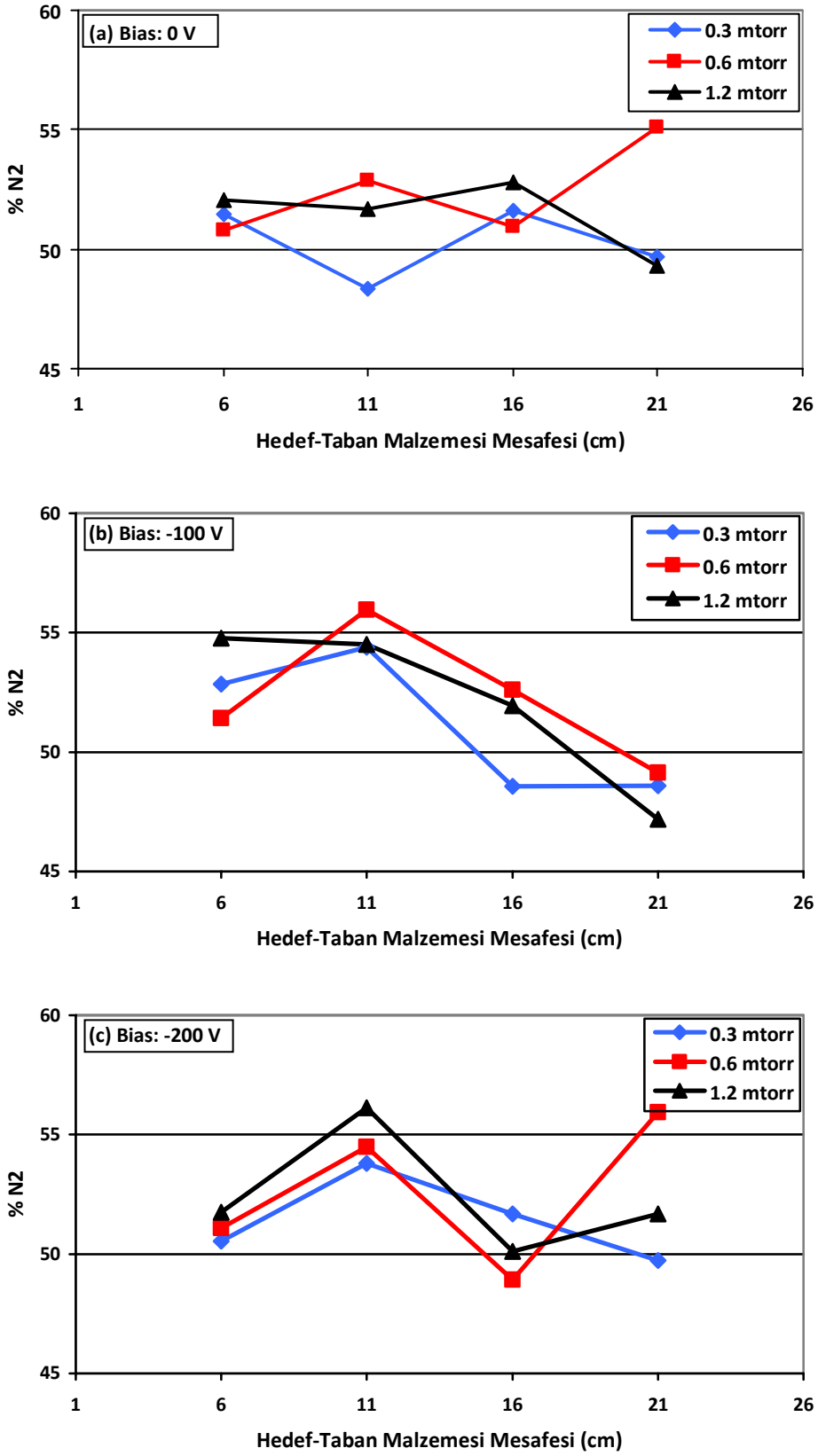
hedef yüzeyinin erozyona uğrayan kısımlarının, bileşik hedef yerine, tekli saf Ti ve Al hedefler kullanıldığında gözlenen mat ve homojen görünümde değil, kırçıllı ve parlak olduğu da tespit edilmiştir. Al/Ti oranının 1'den büyük olması, aynı kaplama şartlarında TiAl hedeften, daha düşük yoğunluğa sahip Al'un sıçratma oranının Ti'dan daha fazla olduğunu göstermektedir. Böylece kaplama bileşimindeki Al miktarı da artmaktadır. Grafiklerden, Al/Ti oranlarının genel olarak, artan hedef-taban malzemesi mesafesine göre artış eğiliminde olduğu tespit edilmiş olup, bu sonuç Chen ve arkadaşlarının [66] buldukları sonuçlarla uyum içerisindedir. İyon enerjilerinin yüksek olduğu kısa hedef-taban malzemesi mesafelerinde, hedef atomlarının taban malzemesinden yansıma ihtimali daha fazladır. Ayrıca, daha hafif olan Al atomları, ağır Ti atomlarından çok daha fazla geri yansırlar. Kısa hedef-taban malzemesi mesafesinde üretilen kaplamalar daha düşük Al içeriğine sahiptirler. Ayrıca, 0.3 mtorr azot basıncında 6 cm'den 11 cm'ye olan artışın maksimum seviyede olduğu, aynı basınçta 16 cm'de ise bu değerin düştüğü tespit edilmiştir. 0.3 mtorr azot basıncı ve 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde gözlenen bu artış, 0.6 ve 1.2 mtorr azot basınçları için gözlenmemiştir. En yüksek Al/Ti oranına, 0 V bias, 0.3 mtorr azot basıncı ve 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde ulaşılmıştır. Al/Ti oranları, 0.3 mtorr azot basıncında, 0 V biastan -100 V biasa geçerken düşmekte, -200 V biasta ise tekrar artmaktadır. 0.6'dan 1.2 mtorr azot basıncına doğru ise bu eğilim azalmakta ve -100 V biastan sonra da Al/Ti oranlarında azalma gözlenmektedir. Sadece 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde üretilen TiAlN kaplamada farklılık gözlenmekte ve -100 V'tan -200 V bias voltajına geçerken Al/Ti oranı da artmaktadır. Sonuç olarak, hedef-taban malzemesi mesafesinin artmasıyla Al/Ti oranının arttığı, genel olarak bias voltajının artmasıyla da bu değerin azaldığı görülmektedir. Bunun sebebi yine yüksek enerjilerde taban malzemesinden geri yansıyan hafif Al atomlarının sayısının Ti'dan fazla oluşudur [1]. Ayrıca, 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesinin, 0.3 mtorr azot basıncı için kritik bir nokta olduğu da söylenebilir. Kaplamaların sahip olduğu azot miktarlarının %47.18-%56.12 arasında değiştiği tespit edilmiştir. Azot miktarları, $Ti_xAl_yN_z$'e göre normalize edilen değerler olup (x+y+z=%100), en yüksek azot miktarının 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesi, 1.2 mtorr azot basıncı, -200 V bias voltajında elde edildiği görülmektedir. Azot miktarlarında, kaplama parametrelerine bağlı olarak çok belirgin bir değişim gözlenmemiş olmakla birlikte, genel olarak artan hedef-taban malzemesi mesafesi ile birlikte bir azalma, artan azot basınçları ile birlikte ise bir artışın olduğu söylenebilir.



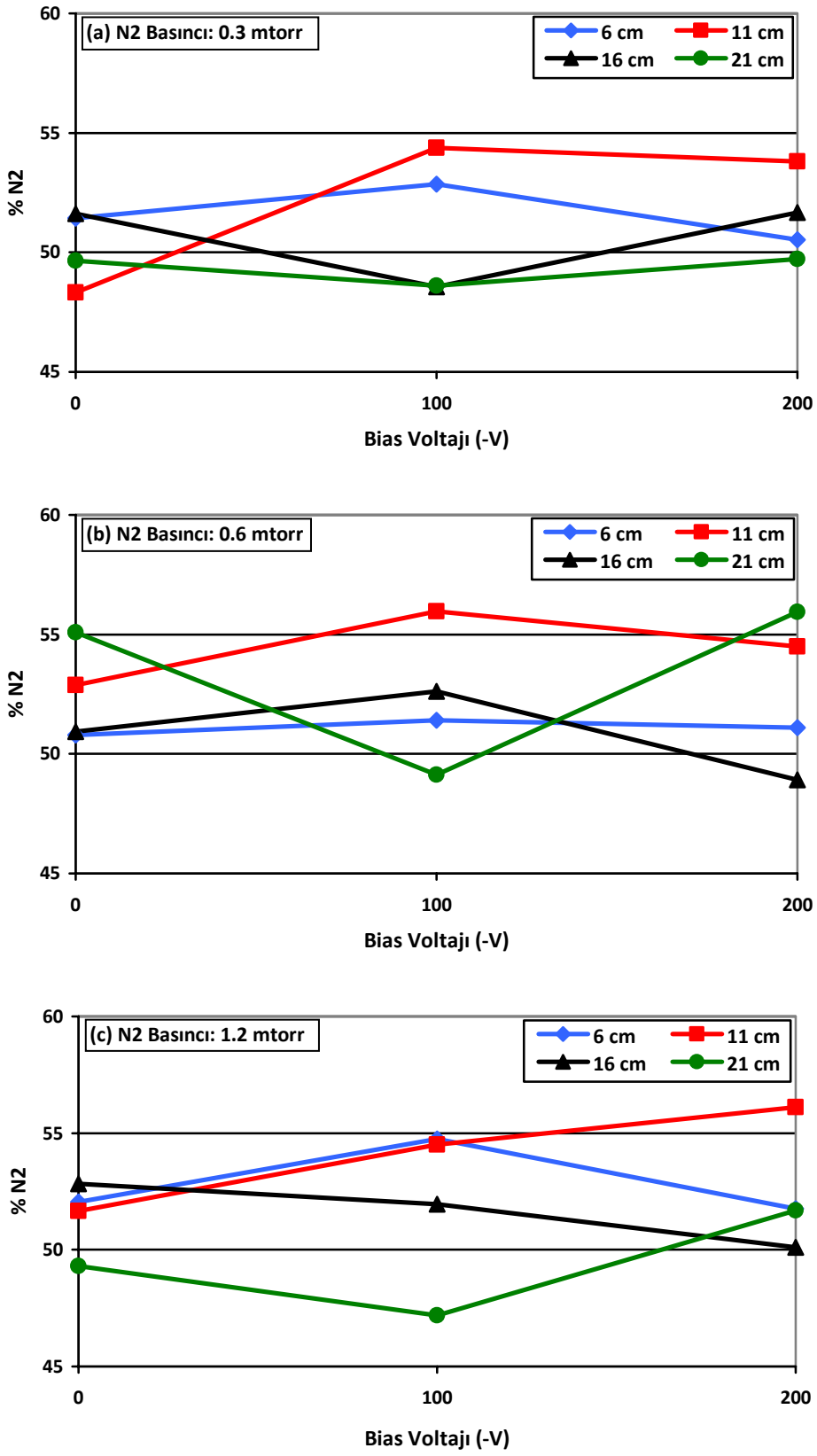
Şekil 5.19. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, Al/Ti oranının hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi.



Şekil 5.20. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, Al/Ti oranının taban malzemesi bias voltajına göre değişimi.

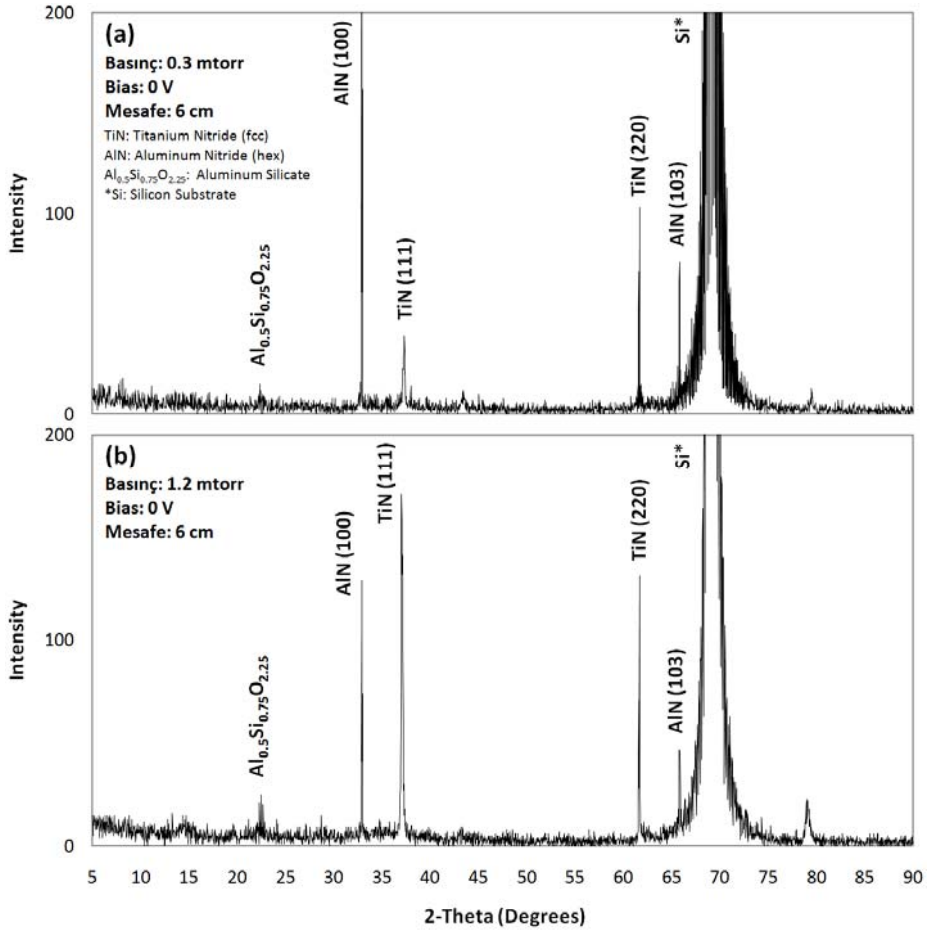


Şekil 5.21. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, % azot miktarının hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi.

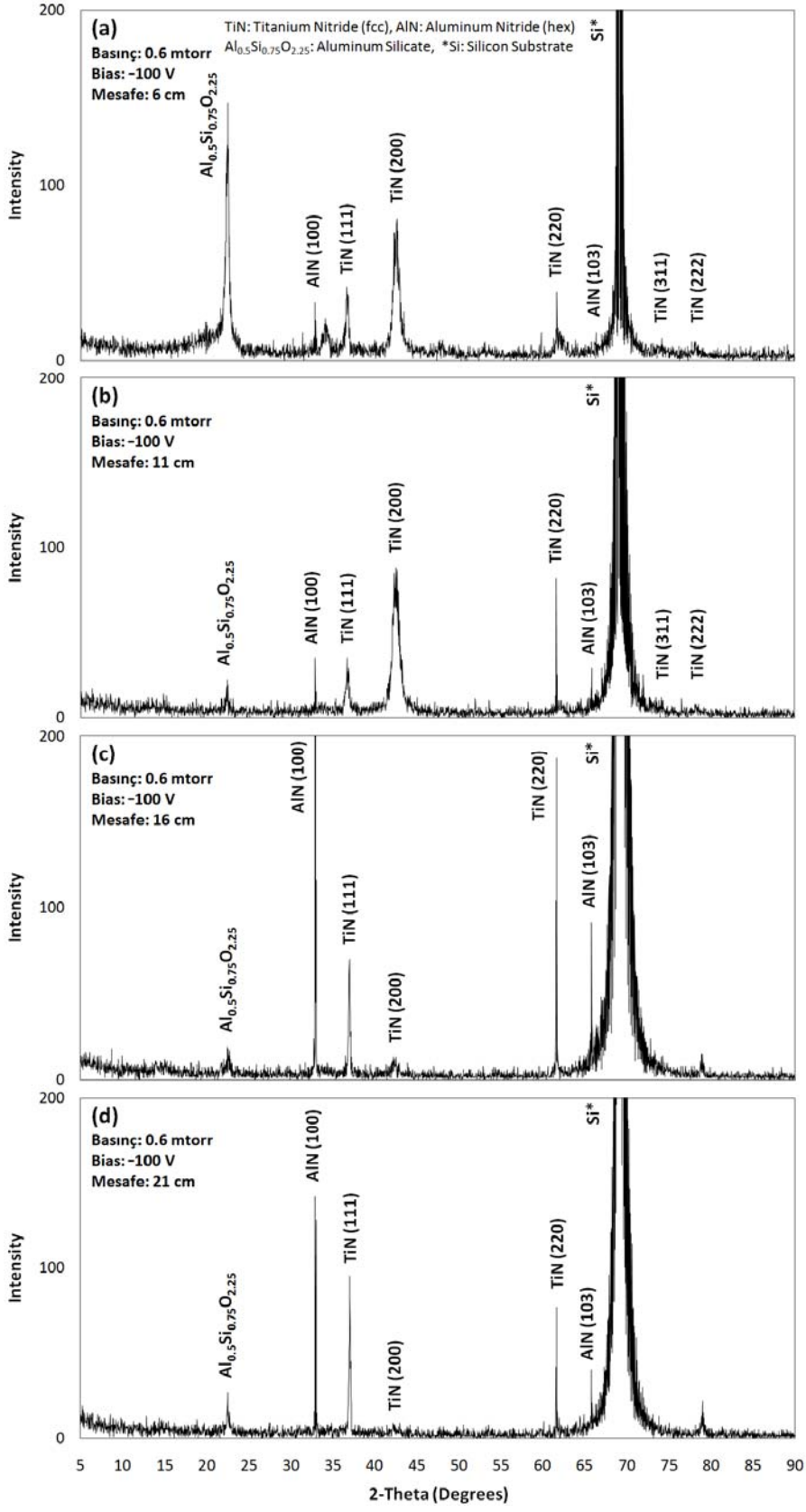


Şekil 5.22. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, % azot miktarının taban malzemesi bias voltajına göre değişimi.

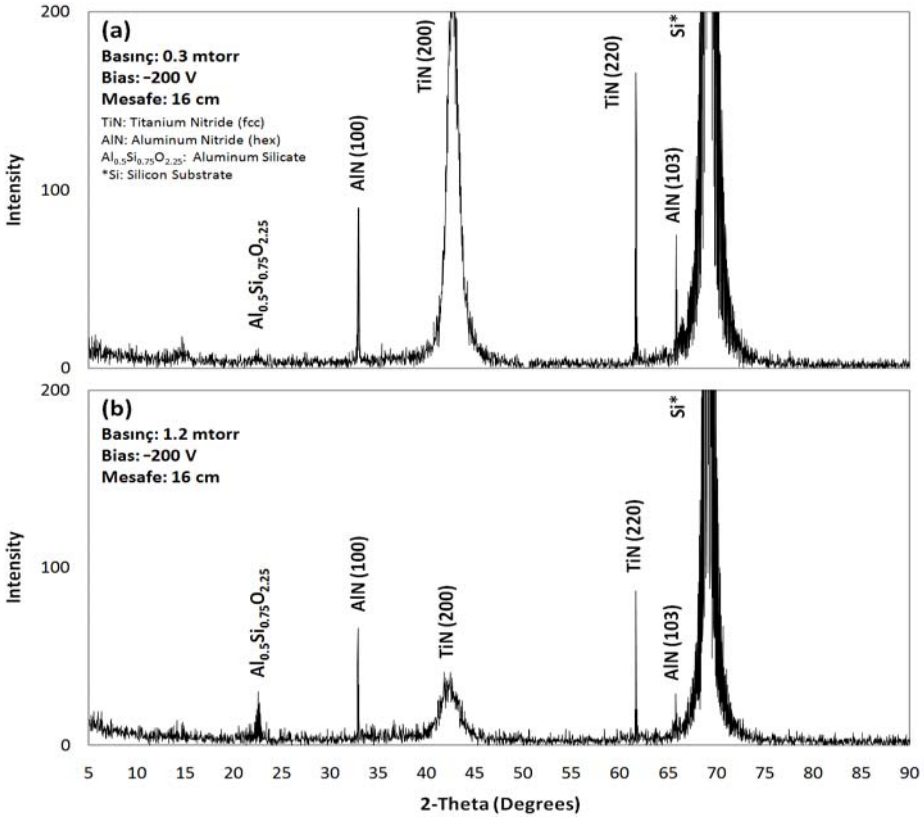
Bu durum, azot gazının hedefe yakın bir bölgeden verilmesi sonucu, düşük atom ağırlığına sahip azot atomlarının uzak mesafeler için katedeceği serbest yolun azalması şeklinde açıklanabilir. Ayrıca, kaplama odasındaki artan azot basıncının kaplama içeriğindeki azot miktarını da arttırması beklenir. Bias voltajı ile ciddi bir değişim gözlenmemiş olmakla birlikte, genel olarak 6 ve 11 cm hedef-taban malzemesi mesafelerinde, biasın 0'dan -100 V'a artmasıyla azot miktarı da artmakta, -200 V biasta ise tekrar azalmaktadır (Şekil 5.22). Bunun aksine, 21 cm hedef taban malzemesi mesafesinde ise 0'dan -100 V'a bir düşüş, -200 V'ta artış dikkat çekmektedir. Sonuç olarak, 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesinin kaplamaların azot miktarları için de kritik bir nokta olduğu söylenebilir. Kaplamaların faz yapıları XRD yöntemiyle silisyum yongalar üzerinden incelenmiş olup, farklı parametrelerde üretilen kaplamaların XRD analiz sonuçları Şekil 5.23-Şekil 5.25'te verilmektedir.



Şekil 5.23. 0 V bias-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, a) 0.3 mtorr, b) 1.2 mtorr azot basıncında üretilen TiAlN kaplamaların XRD analiz sonuçları.



Şekil 5.24. -100 V bias-0.6 mtorr azot basıncında, a) 6 cm, b) 11 cm, c) 16 cm, d) 21 cm hedef-taban malzemesi mesafelerinde üretilen TiAlN kaplamaların XRD analiz sonuçları.



Şekil 5.25. -200 V bias-16 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, a) 0.3 mtorr, b) 1.2 mtorr azot basıncında üretilen TiAlN kaplamaların XRD analiz sonuçları.

XRD analiz sonuçlarından kaplamaların genel olarak, (200), (220), (111), (311) ve (222) kristal yönlenmelerine sahip kübik TiN (a=4.24173 Å) ile (100) ve (103) kristal yönlenmelerine sahip hegzagonal AlN'den (a=3.11400, c=4.98600 Å) oluştuğu görülmektedir. Ayrıca, alüminyum silikat ($Al_{0.5}Si_{0.75}O_{2.25}$) bileşiği de tespit edilmiştir. Şekil 5.23'te, 0 V bias voltajı, 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, 0.3 ve 1.2 mtorr azot basınçlarında üretilen TiAlN kaplamaların XRD analiz sonuçları görülmektedir. Şekilden, azot basıncının 0.3'ten 1.2 mtorr'a arttırılmasıyla, AlN (100) ve AlN (103) pik şiddetlerinin azaldığı, TiN (111) yönlenmesinin ise şiddetlendiği görülmektedir (numune üzerinden alınan kaplama sertliğinin de 1877 HV'den, 2325 HV'e yükseldiği tespit edilmiştir).

-100 V bias voltajı ve 0.6 mtorr azot basıncında, hedef-taban malzemesi mesafesine göre yapılan incelemede ise (Şekil 5.24), genel olarak hedef-taban malzemesi mesafesinin artmasıyla, AlN (100), AlN (103), TiN (111) ve TiN (220) pik şiddetlerinin arttığı, bunun yanında TiN (200) pik şiddetinin ise azaldığı tespit edilmiştir. Şekil

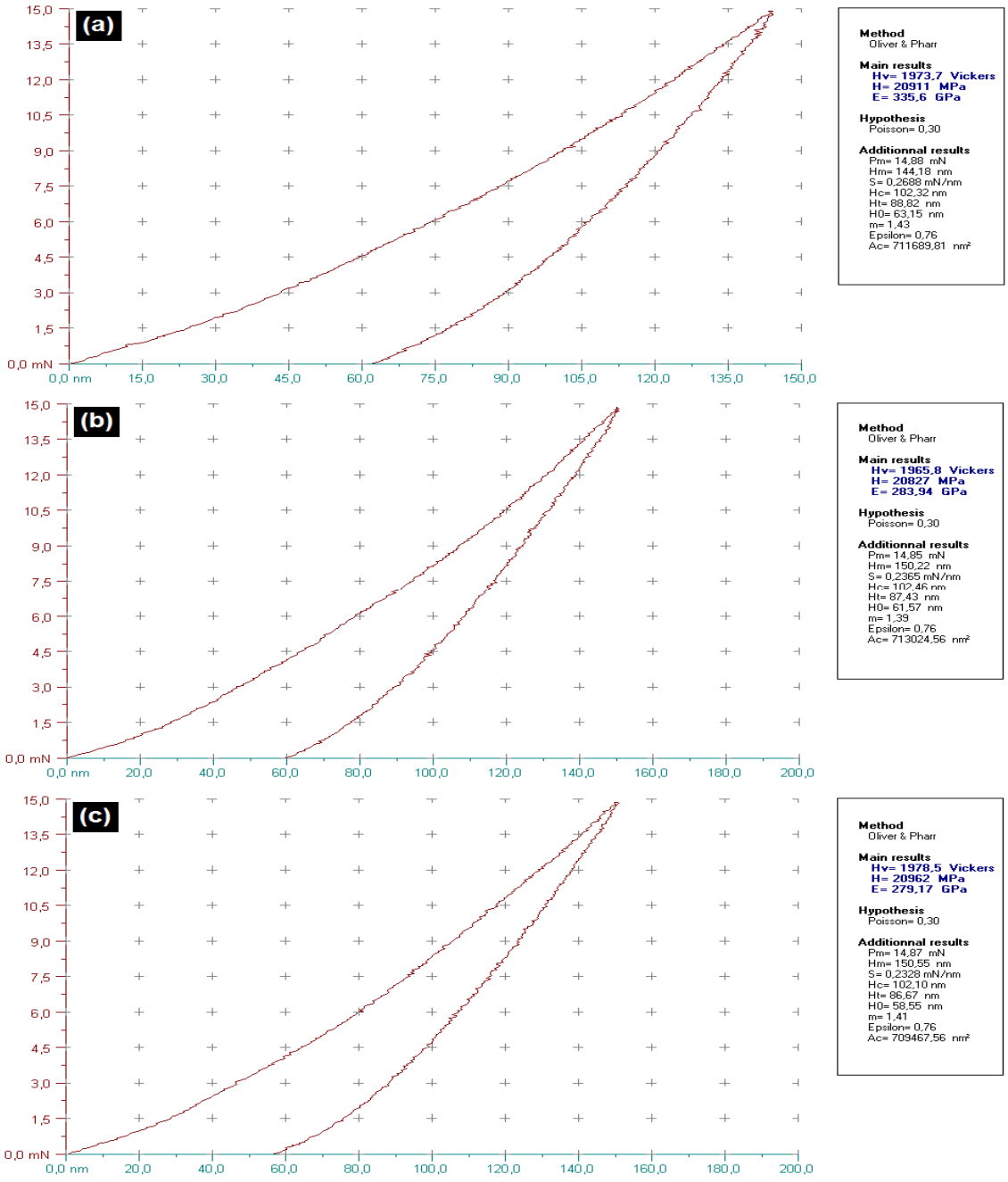
5.25'te ise -200 V bias voltajı, 16 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, 0.3 ve 1.2 mtorr azot basınçlarında üretilen TiAlN kaplamaların XRD analiz sonuçları görülmektedir. 0 V bias voltajı, 0.3 mtorr azot basıncında oluşmayan TiN (200) yönlenmesinin, -200 V bias voltajında oluştuğu görülmektedir. Bias voltajı, iyon enerjileri üzerinde kuvvetli bir etkiye sahip olup, artan iyon enerjileri ile (111) yönlenmesinin (200) yönlenmesine değiştiği bilinmektedir [101]. Yüksek bias voltajları ile kısa hedef-taban malzemesi mesafelerinde (200) yönlenmesinin şiddetinin arttığı görülmektedir. Ayrıca, -200 V bias voltajında, basıncın artmasıyla (Al/Ti oranının azalmasıyla) birlikte pik şiddetlerinin de azalma eğiliminde olduğu tespit edilmiştir. Sonuç olarak, kısa hedef-taban malzemesi mesafesi ve yüksek bias voltajının yüksek iyon enerjileri ile tercihli bir (200) yönlenmesi üzerinde etkili olduğu bulunmuştur.

5.3.2.3. Kaplama Sertlikleri ve Elastiklik Modülleri

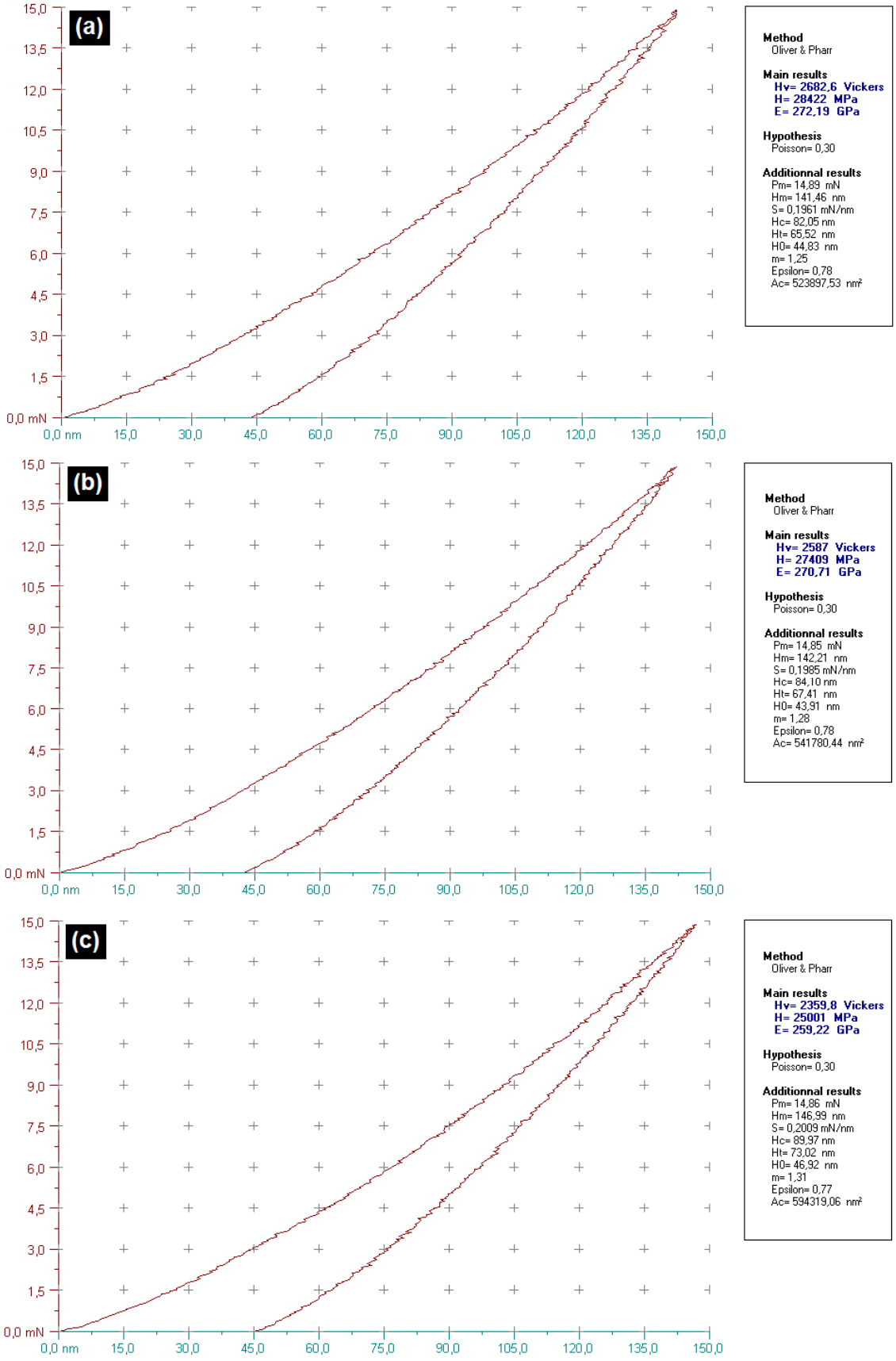
TiAlN kaplamaların sertlikleri ve elastiklik modülleri, CSEM nano-sertlik ölçüm cihazı kullanılarak, kare tabanlı elmas Vickers ucu (α=136°) ile Oliver-Pharr metoduna uygun olarak silisyum yongalar üzerinden ölçülmüştür. Taban malzemesinden kaynaklanabilecek etkileri ortadan kaldırmak amacı ile batma derinliği kaplama kalınlığının yaklaşık %10'unu geçmeyecek şekilde 15 mN olarak seçilmiştir. Yükün etkinleşme ve boşalma hızları 30 mN/dak olarak ayarlanmıştır.

Nano-sertlik değerleri, silisyum referans numune (E=72 GPa) ile kalibre edilen cihazın çizdiği "yük (mN)/batma derinliği (nm)" eğrilerinden otomatik olarak hesaplanmış olup, elastiklik modülü değerleri de ν=0.30 [15] poisson oranı için yine otomatik olarak hesaplanmıştır. Şekil 5.26-Şekil 5.28'de, 0, -100 ve -200 V bias voltajları için örnek yük (mN)/batma derinliği (nm) eğrileri görülmektedir. Tüm sonuçlar, Tablo 5.10'da özetlenmiş olup, her bir değer farklı bölgelerden alınan 4-10 ölçüm sonucunun ortalamasıdır. Sertliğin (H) elastiklik modülüne (E) oranı (H/E-plasticity index) malzemelerin aşınma dirençlerini, sadece sertliğe nazaran daha iyi tahmin etmek için kullanılabilen bir parametre olup, H/E değerleri de her bir kaplama için hesaplanmıştır (Tablo 5.10). Sertlik ve elastiklik modülü değerlerinin, kaplama parametreleri ile hedef-taban malzemesi mesafelerine bağlı olarak değişim grafikleri Şekil 5.29-Şekil 5.32'de verilmektedir. Nano-sertlik ölçüm sonuçlarına göre, sertliklerin 1329-2916 HV, elastiklik modüllerinin ise 179.1-340.0 GPa arasında değiştiği görülmektedir.

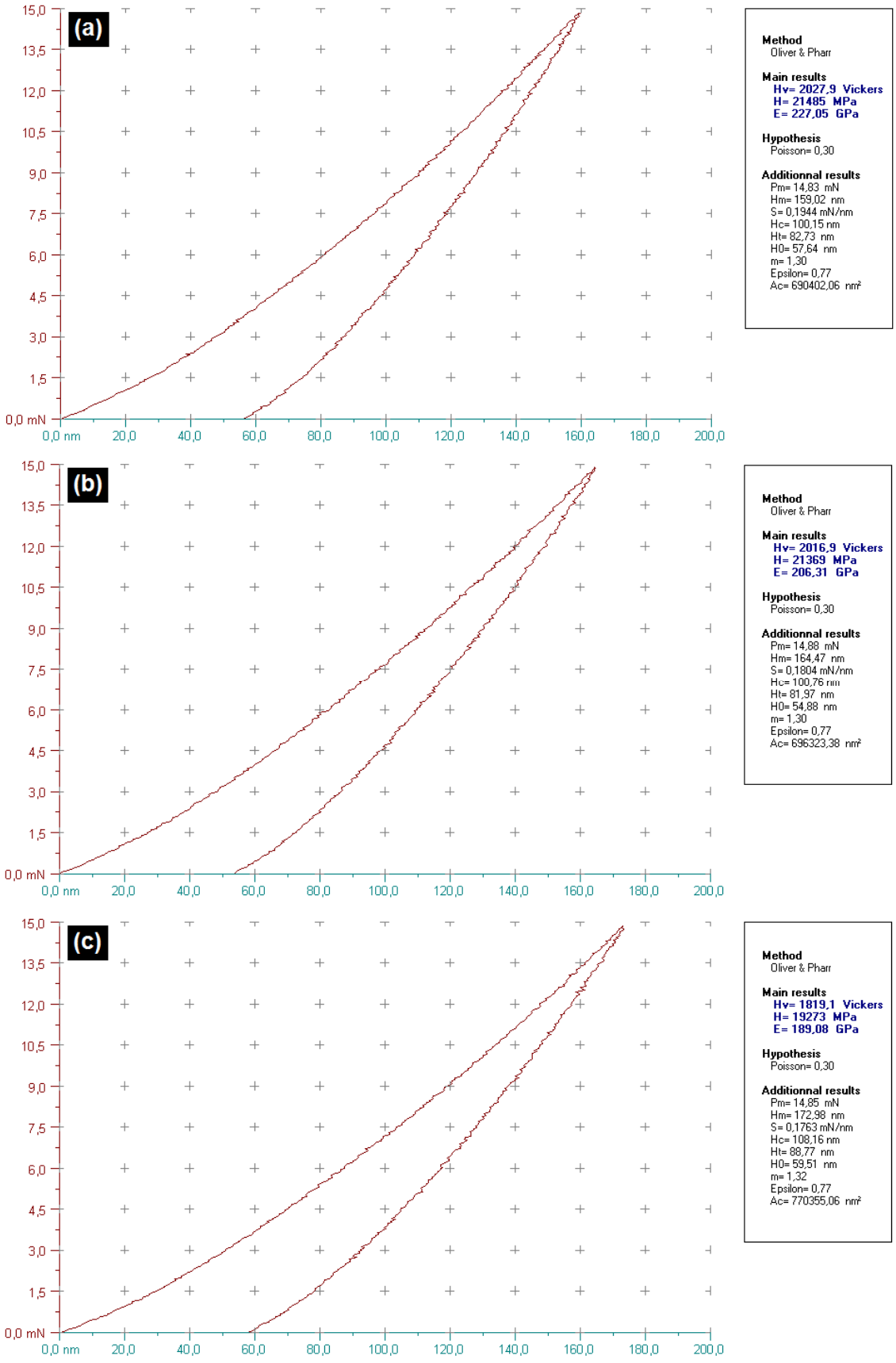
Sertleştirilmiş ve sertleştirilmiş+nitrürlenmiş H13 numuneler üzerinden alınan ölçümlerde de yakın sonuçlar elde edilmiştir (-100 V bias voltajı, 0.6 mtorr azot basıncı için, sırasıyla sertleştirilmiş ve sertleştirilmiş+nitrürlenmiş numuneler üzerindeki kaplama sertlikleri, hedef taban malzemesi mesafesine göre şu şekilde sıralanabilir: 6 cm için 2571, 2662 HV, 11 cm için 2560, 2703 HV, 16 cm için 2016, 1959 HV ve 21 cm için 1613, 1819 HV).



Şekil 5.26. 0 V bias voltajı ve 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesi için yük (mN)/batma derinliği (nm) eğrileri: a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr.



Şekil 5.27. -100 V bias voltajı ve 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesi için yük (mN)/batma derinliği (nm) eğrileri: a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr.



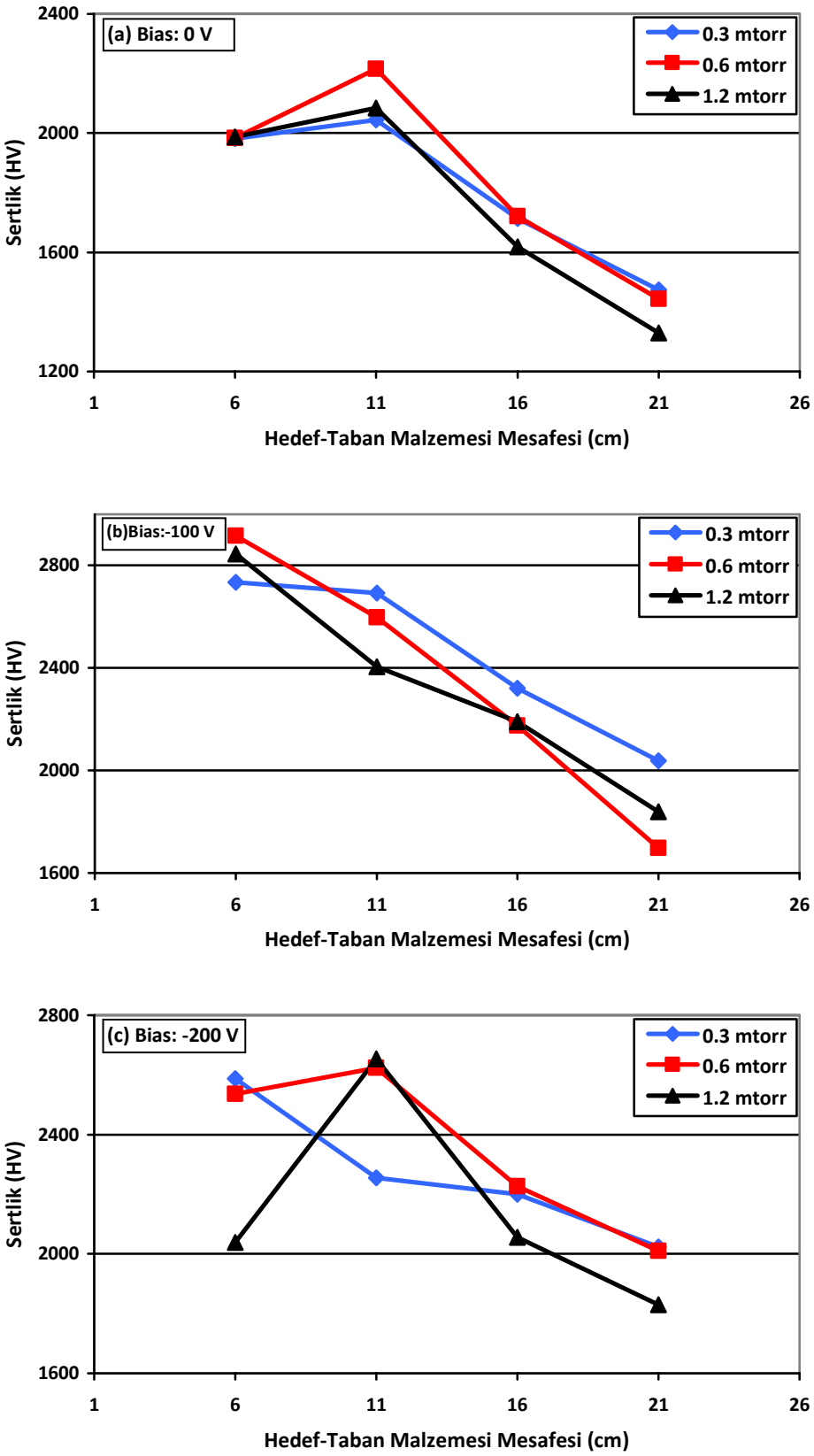
Şekil 5.28. -200 V bias voltajı ve 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesi için yük (mN)/batma derinliği (nm) eğrileri: a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr.

Tablo 5.10. TiAlN Kaplamaların Nano-Sertlik, Elastiklik Modülü ve H/E Değerleri.

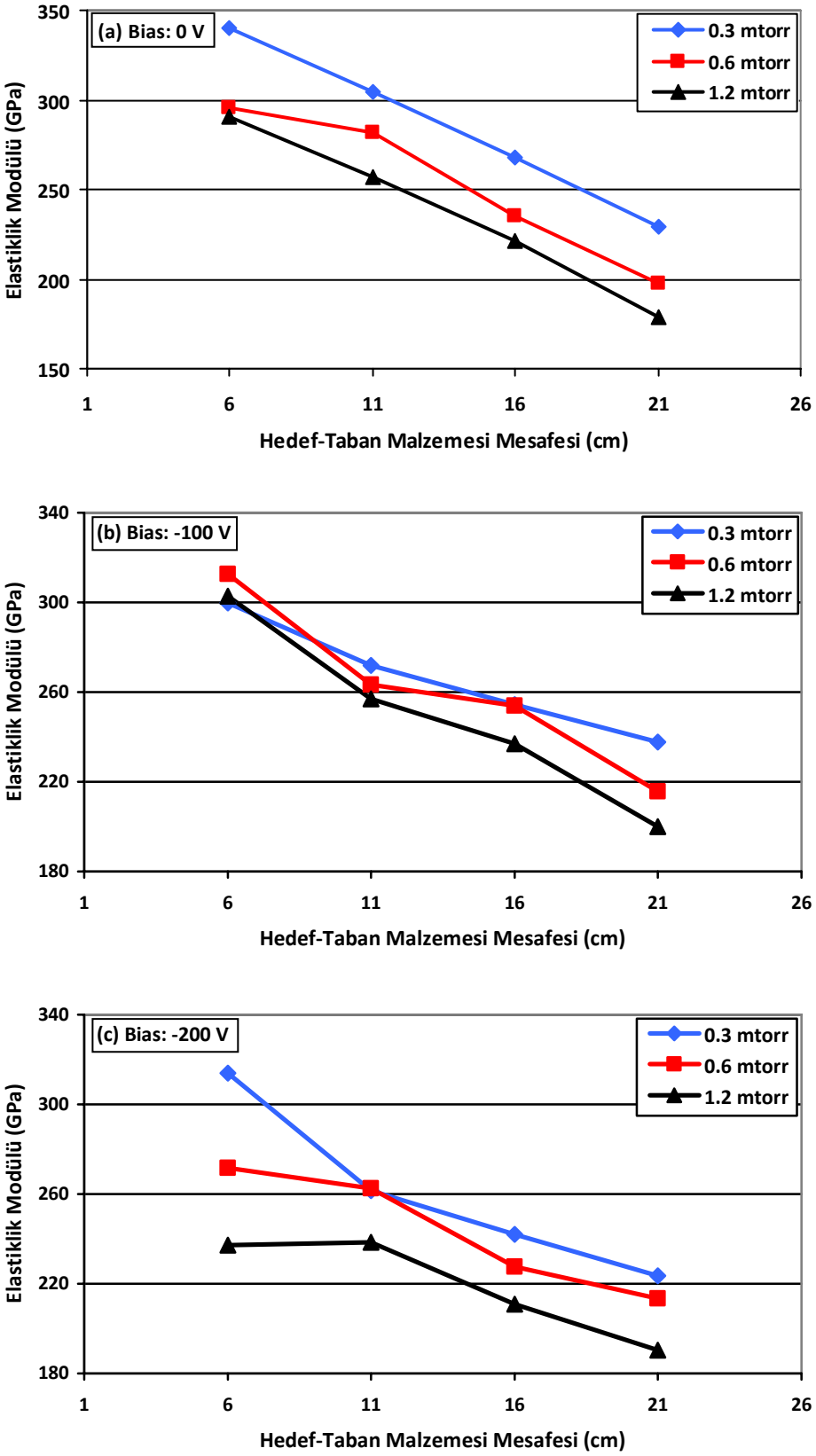
Kaplama No	Bias Voltajı (-V)	N_2 Basıncı (mtorr)	Konum*	Nano-Sertlik (HV)	Sertlik H (GPa)	Elastiklik Modülü, E (GPa)	H/E
1	0	0.3	1	1982	21.00	340.0	0.062
			2	2045	21.67	304.2	0.071
			3	1713	18.15	268.0	0.068
			4	1474	15.61	228.8	0.068
2	0	0.6	1	1983	21.01	295.7	0.071
			2	2216	23.48	281.3	0.083
			3	1721	18.23	235.2	0.078
			4	1444	15.30	197.8	0.077
3	0	1.2	1	1987	21.05	290.7	0.072
			2	2084	22.08	256.7	0.086
			3	1618	17.14	221.7	0.077
			4	1329	14.08	179.1	0.079
4	100	0.3	1	2734	28.96	299.8	0.097
			2	2693	28.53	271.8	0.105
			3	2322	24.60	254.4	0.097
			4	2038	21.60	237.7	0.091
5	100	0.6	1	2916	30.90	312.7	0.099
			2	2598	27.52	263.3	0.105
			3	2176	23.06	253.8	0.091
			4	1697	17.98	215.8	0.083
6	100	1.2	1	2846	30.16	302.9	0.100
			2	2406	25.49	256.9	0.099
			3	2190	23.21	236.9	0.098
			4	1838	19.47	200.1	0.097
7	200	0.3	1	2587	27.41	314.0	0.087
			2	2256	23.90	261.6	0.091
			3	2200	23.31	242.0	0.096
			4	2023	21.44	223.6	0.096
8	200	0.6	1	2536	26.87	271.6	0.099
			2	2623	27.79	262.5	0.106
			3	2227	23.59	227.6	0.104
			4	2011	21.30	213.3	0.100
9	200	1.2	1	2039	21.60	237.3	0.091
			2	2654	28.12	238.6	0.118
			3	2055	21.77	211.0	0.103
			4	1829	19.38	190.3	0.102

* Konum numaraları: "**1**": 6 cm, "**2**": 11 cm, "**3**": 16 cm, "**4**": 21 cm

Grafiklerden, kaplama sertliğinin ve elastiklik modülünün, hedeften uzaklaştıkça azaldığı tespit edilmiştir. Bu sonuç, Wuhrer ve arkadaşlarının [61] bulduğu sonuçlarla uyum içerisinde olup, hedefe daha yakın olan numunelerin daha yüksek enerjili atomların bombardımanına maruz kalmasına ve bu sebeple de daha yoğun bir içyapıya sahip olmalarına dayandırılmıştır. Elastiklik modülü değerleri, basınç düştükçe artarken, sertlik değerlerindeki artış 16 ve 21 cm mesafede görülmektedir.

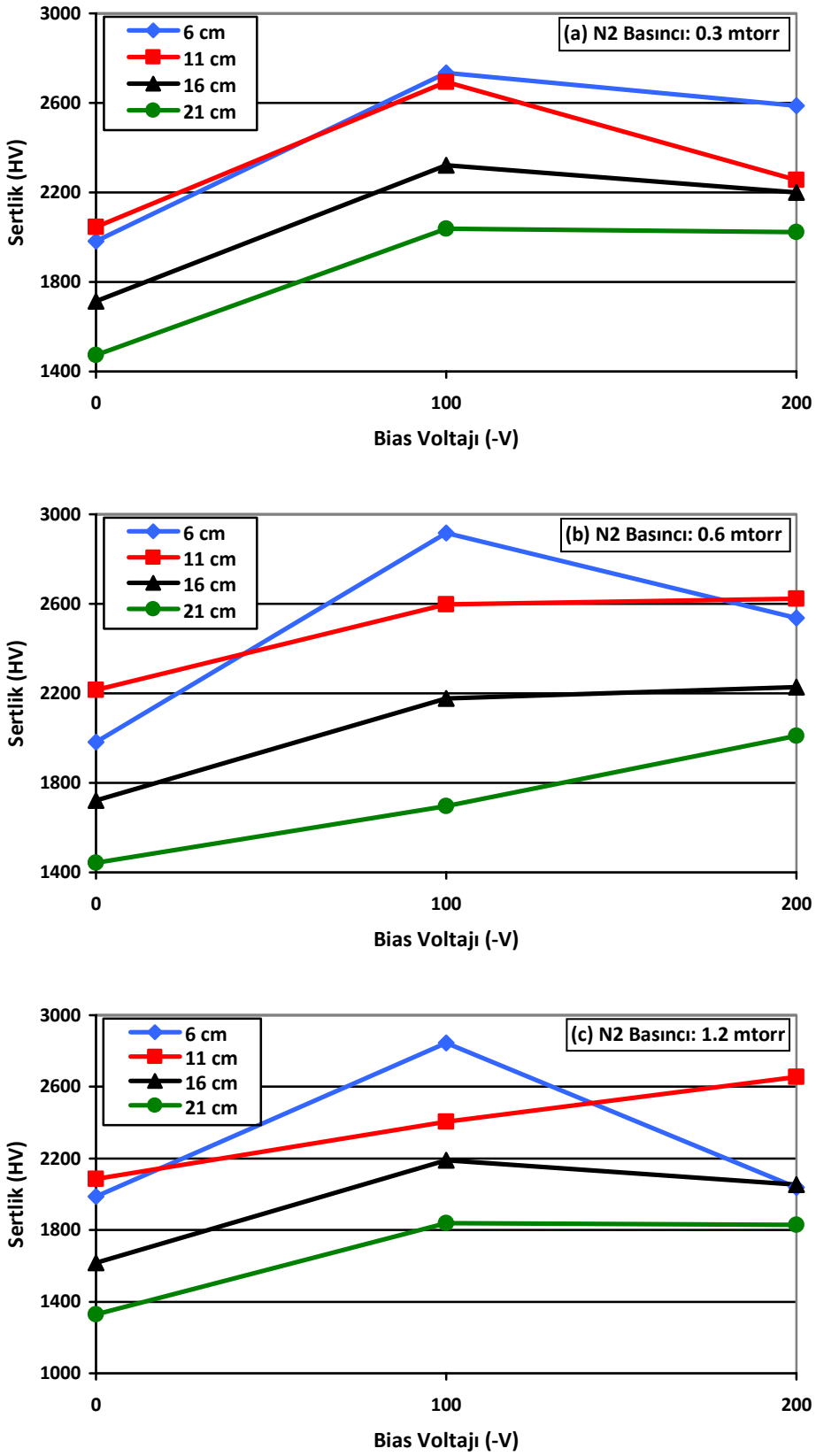


Şekil 5.29. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, sertliğin hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi.

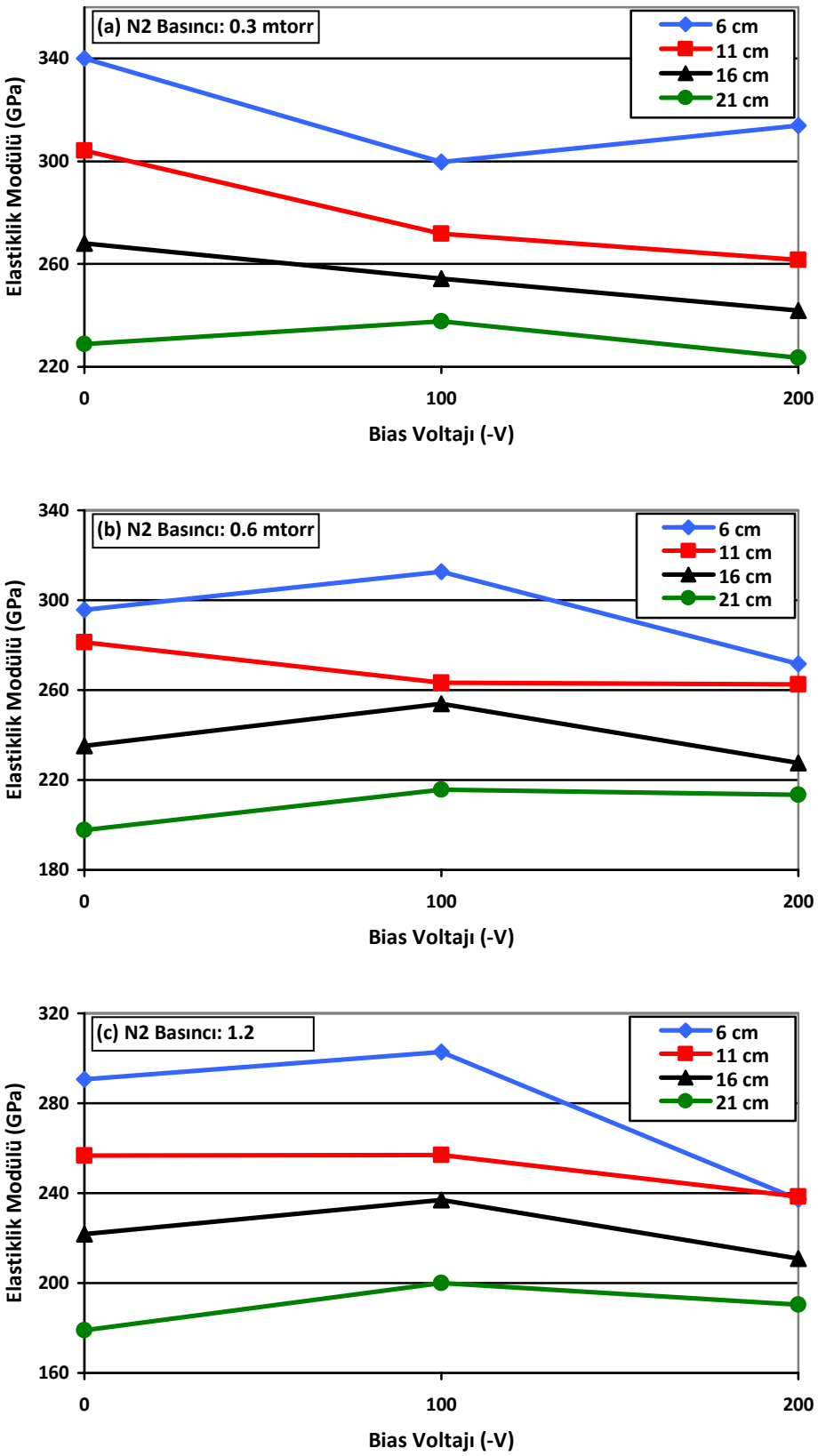


Şekil 5.30. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, elastik modülünün hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi.

Kaplama bileşimlerindeki değişimde olduğu gibi, 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesi, sertlik değerleri için de kritik bir noktaya işaret etmektedir. -100 V bias voltajında, 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, 0.6 ve 1.2 mtorr azot basıncında sertlikte önemli bir değişim gözlenmiyorken, 0 ve -200 V bias voltajlarında, bu noktada sertlik değerlerinin artış eğiliminde olduğu ve 0.3 mtorr azot basıncındaki sertliğin de üzerine çıktıkları tespit edilmiştir. 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde meydana gelen bu kırılma, 0.3 mtorr azot basıncı için düşük seviyededir. Elastiklik modülü değerlerinde ise benzer bir kırılmaya rastlanılmamıştır. Düşük basınç değerlerinde yüksek olan sertlik ve elastiklik modülü, taban malzemesine ulaşan atomların sahip oldukları yüksek kinetik enerji ile açıklanabilir. Genel olarak, bias voltajının artmasıyla sertliğin de arttığı söylenebilir. Bununla birlikte, 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesi için maksiumum sertliğin -100 V bias voltajında olduğu, -200 V bias voltajında sertliğin tekrar düştüğü de görülmektedir. Elastiklik modüllerinde ise -100 V'taki artış, 0.6 ve 1.2 mtorr azot basınçlarında ortaya çıkmaktadır. Sertliğin, aşınma davranışını etkileyen en önemli malzeme özelliklerinden biri olduğu bilinse de, elastiklik modülünün de aşınma üzerinde etkili bir parametre olduğu konusunda yaygın bir görüş hâkimdir. Sertliğin (H) elastiklik modülüne (E) oranı (H/E-plasticity index), birçok yazar tarafından aşınma direnci için, tek başına sertliğe nazaran daha tutarlı bir ölçüt olarak kabul görmüştür. Genel olarak, yüksek sertliğe sahip malzemeler yüksek elastiklik modülüne de sahiptirler. Bununla birlikte, bazı polimerik malzemelerin (elastomerler vb.) oldukça düşük elastiklik modülü değerlerine sahip olmalarına rağmen, darbe ve erozyon aşınma dirençleri oldukça yüksektir. Bunun sebebi, deformasyona karşı yüksek elastik gerinim (elastic strain) gösterebilmeleridir. Kaplamalar için de aynı görüş savunulmuş ve yüksek H/E değerlerinin aşınma direncini geliştirdiği belirtilmiştir [102]. 0 V bias voltajında, kaplamaların düşük sertlik değerlerine sahip olmalarıyla birlikte, ayrıca H/E değerlerinin de -100 ve -200 V'a göre daha düşük seviyelerde olduğu görülmüş olup, buna göre daha düşük bir aşınma direncine sahip olmaları da beklenilebilir. Sonuç olarak, hedef-taban malzemesi mesafesinin, kaplama sertliği ve elastik özellikleri üzerinde önemli bir faktör olduğu tespit edilmiştir. Hedef-taban malzemesi mesafesi ile azot basıncı azaldıkça ve bias voltajı arttıkça sertlik de artmaktadır. Bu durum, yüksek biriktirme enerjilerinin, çekirdekleşme oranını arttırmasına ve daha küçük tane boyutuna sahip sıkı bir kaplama mikroyapısı meydana getirmelerine bağlanmaktadır [61].



Şekil 5.31. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, sertliğin taban malzemesi bias voltajına göre değişimi.



Şekil 5.32. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, elastiklik modülünün taban malzemesi bias voltajına göre değişimi.

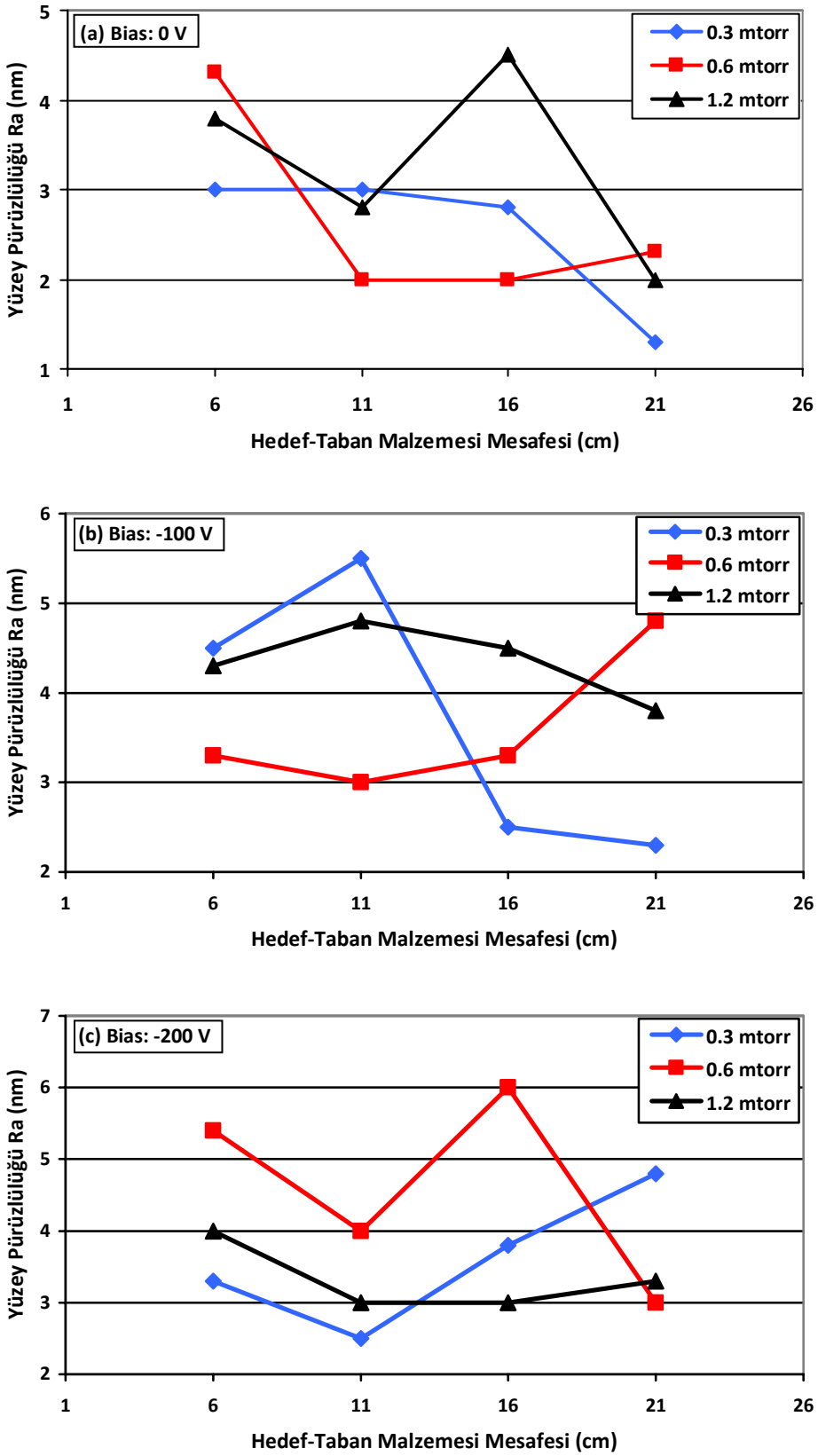
5.3.2.4. Kaplama Yüzey Pürüzlülükleri ve AFM Analizleri

TiAlN kaplamaların yüzey pürüzlülükleri, "Mahr-Perthometer S2" marka yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı ile silisyum yongalar (R_a=4.75 nm) üzerinden ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülükleri (R_a ve R_z) Tablo 5.11'de, yüzey pürüzlülüklerinin (R_a) kaplama parametreleri ile hedef-taban malzemesi mesafelerine bağlı olarak değişim grafikleri Şekil 5.33-Şekil 5.34'te, AFM analizleri ise Şekil 5.35-Şekil 5.36'da verilmektedir.

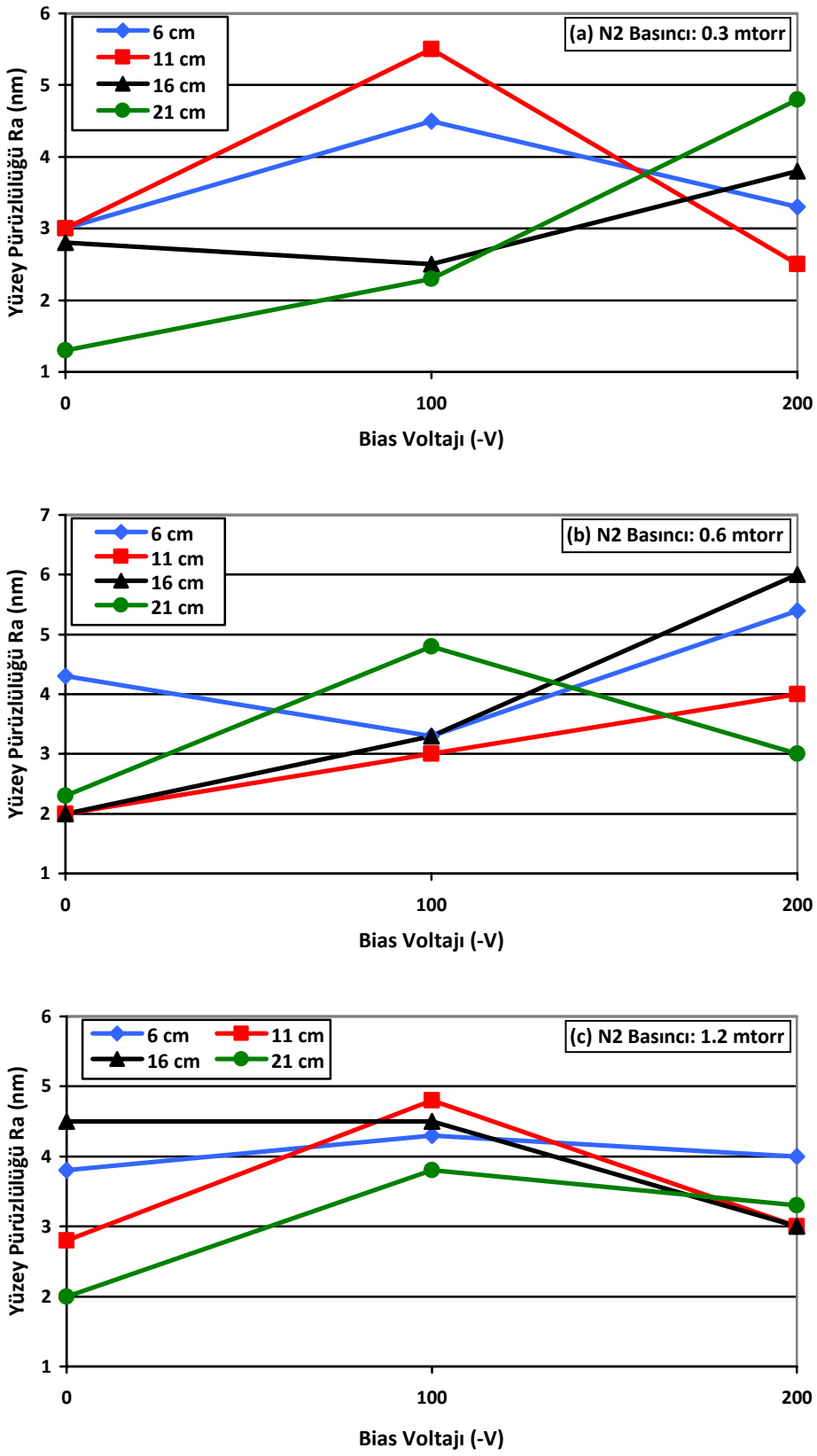
Tablo 5.11. TiAlN Kaplamaların Yüzey Pürüzlülükleri.

Kaplama No	Bias Voltajı (-V)	N_2 Basıncı (mtorr)	Konum*	Yüzey Pürüzlülüğü R_a (nm)	Yüzey Pürüzlülüğü R_z (nm)
1	0	0.3	1	3.0	59.3
			2	3.0	46.0
			3	2.8	61.5
			4	1.3	11.3
2	0	0.6	1	4.3	66.5
			2	2.0	17.3
			3	2.0	16.0
			4	2.3	19.3
3	0	1.2	1	3.8	53.8
			2	2.8	28.3
			3	4.5	74.3
			4	2.0	19.0
4	100	0.3	1	4.5	57.8
			2	5.5	44.8
			3	2.5	28.0
			4	2.3	18.0
5	100	0.6	1	3.3	59.3
			2	3.0	43.8
			3	3.3	44.5
			4	4.8	127.0
6	100	1.2	1	4.3	66.3
			2	4.8	44.3
			3	4.5	58.8
			4	3.8	40.5
7	200	0.3	1	3.3	73.5
			2	2.5	22.0
			3	3.8	41.3
			4	4.8	64.4
8	200	0.6	1	5.4	71.4
			2	4.0	65.3
			3	6.0	68.2
			4	3.0	28.0
9	200	1.2	1	4.0	46.8
			2	3.0	55.3
			3	3.0	31.5
			4	3.3	31.5

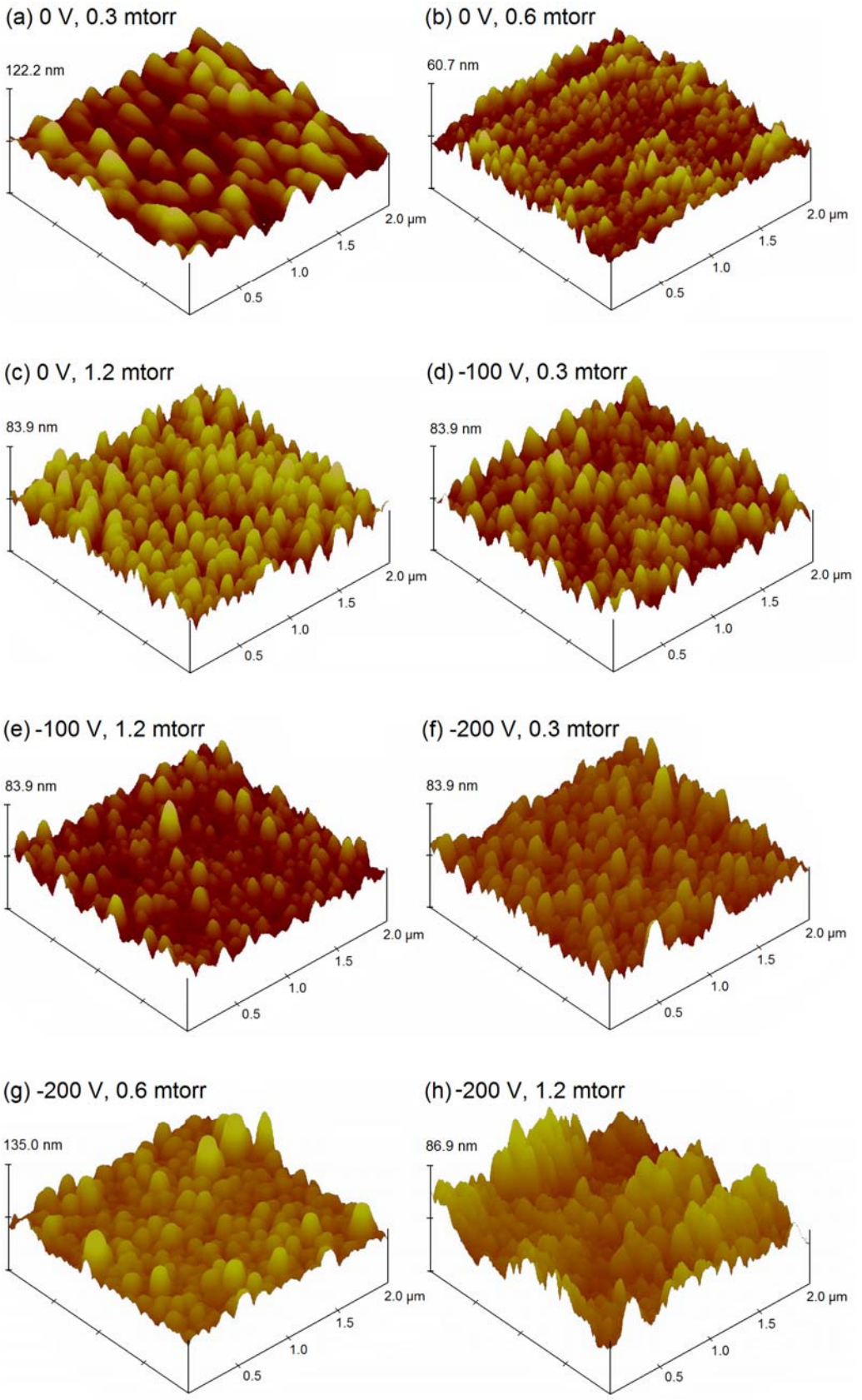
***** Konum numaraları: "**1**": 6 cm, "**2**": 11 cm, "**3**": 16 cm, "**4**": 21 cm



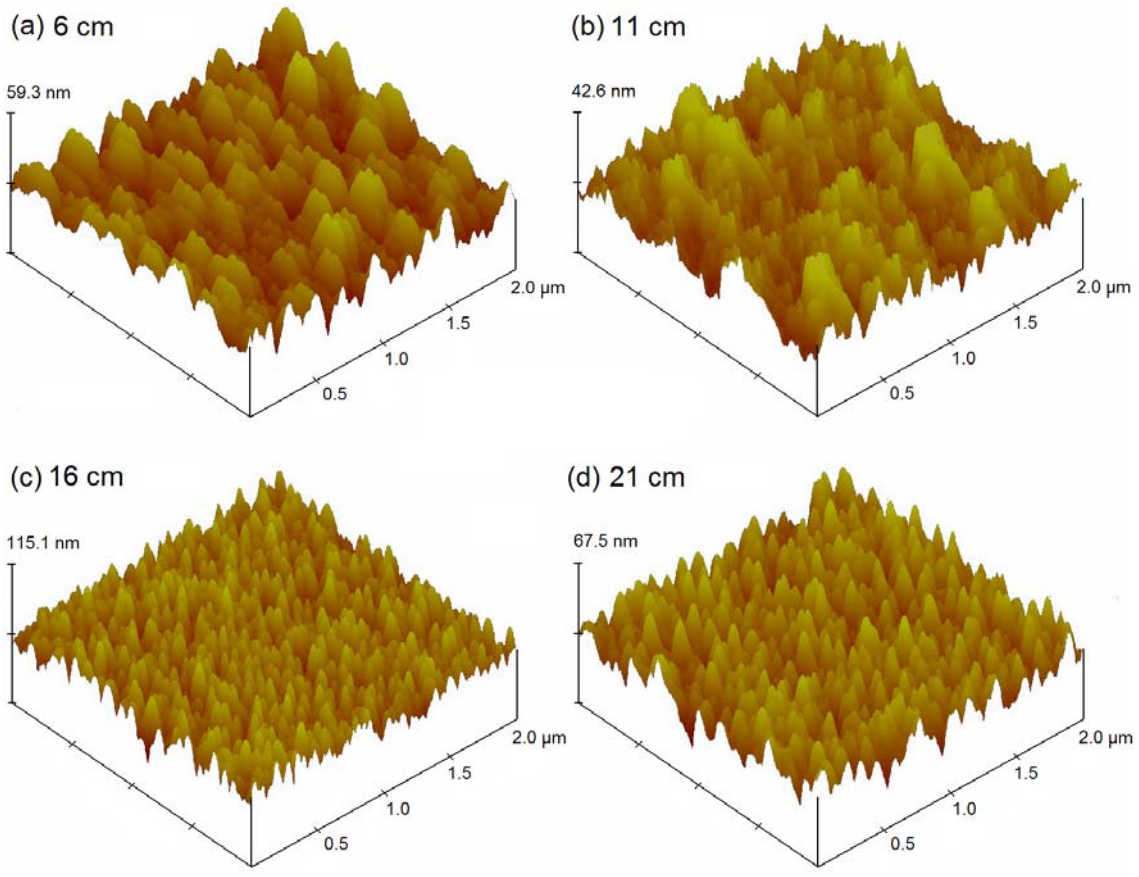
Şekil 5.33. a) 0, b) -100, c) -200 V bias voltajında, yüzey pürüzlülüğünün hedef-taban malzemesi mesafesine göre değişimi.



Şekil 5.34. a) 0.3, b) 0.6, c) 1.2 mtorr azot basıncında, yüzey pürüzlülüğünün taban malzemesi bias voltajına göre değişimi.



Şekil 5.35. TiAlN kaplamaların 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesindeki üç boyutlu yüzey yapıları: Kaplama no a) 1, b) 2, c) 3, d) 4, e) 6, f) 7, g) 8, h) 9 (Ref. Tablo 5.11).



Şekil 5.36. -100 V bias voltajı-0.6 mtorr azot basıncında üretilen TiAlN kaplamaların üç boyutlu yüzey yapıları: Hedef-taban malzemesi mesafesi a) 6 cm, b) 11 cm, c) 16 cm, d) 21 cm.

Yüzey pürüzlülüğü değerleri, farklı yerden alınan 4 ölçüm sonucunun ortalaması olup, R_a cinsinden yüzey pürüzlülükleri, 1.3-6.0 nm arasında değişmektedir. Grafiklerden çok belirgin bir yönlenme gözlenmese de, genel olarak 6 cm'den 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesine geçilirken yüzey pürüzlülüklerinde bir azalmanın olduğu, 0 ve -100 V bias voltajı ile 0.6 mtorr azot basıncında, 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesinden sonra ise yüzey pürüzlülüklerinde artış olduğu dikkat çekmektedir. Benzer durum, -200 V bias voltajında da gözlenmiştir. 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesine kadar düşen yüzey pürüzlülükleri, bu mesafeden sonra genel olarak artış göstermektedir.

Bias voltajı ve azot basıncı ile de belirgin bir değişim gözlenmemiştir. Pürüzlülük bias voltajı ile genel olarak artmakta ise de, 0.3 mtorr azot basıncı, 6 ve 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesi ile 1.2 mtorr azot basıncında, -100 V bias voltajı -200 V'a göre

daha yüksek yüzey pürüzlülükleri vermektedir. Literatürde, kısa hedef-taban malzemesi mesafesi, yüksek bias voltajı ve düşük azot basınçlarında yüzey pürüzlülüğünün azalma eğiliminde olduğu bildirilmektedir [1,61]. Yüzey pürüzlülüğü değerlerinde, kaplama parametrelerine göre çok belirgin bir yönlenmenin gözlenemeyişinin, ölçüm yönteminin hassasiyetinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Kaplamaların üç boyutlu yüzey yapıları, silisyum yongalar üzerinden AFM analiz tekniği ile de incelenmiştir (Şekil 5.35-Şekil 5.36). Şekillerden, kaplamaların SEM görüntülerinden de anlaşılacağı üzere sütunsal bir yapıya sahip oldukları ve yüzeylerinde bu sütunumsu yapının sebep olduğu tomurcuklu yapının oluştuğu görülmektedir. Bu yapı, kaplama biriktirme yönüne dik doğrultuda homojen bir şekilde dağılmaktadır. AFM analizlerinden ayrıca kaplamaların gözeneksiz ve mikro-çatlaksız bir yüzey yapısına sahip olduğu görülmektedir. 0 V bias voltajında üretilen kaplamaların sütun genişliğinin nispeten daha fazla olduğu tespit edilmiştir. -100 ve -200 V bias voltajlarında üretilen kaplamaların ise artan iyon bombardımanından dolayı daha sıkı bir mikro yapıya sahip oldukları tespit edilmiştir. Bu durum, artan sertlik değerleriyle de doğrulanmıştır.

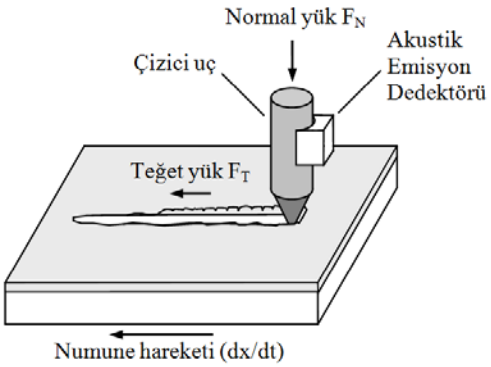
5.4. Çizik Testleri

5.4.1. Çizik Test Yöntemi

Kaplamaların taban malzemesine yapışma mukavemetlerinin bilinmesi, kaplamaların dayanımı hakkında fikir sahibi olabilmemizi sağlar. Bu konudaki en önemli test; çizik testidir. Çizik testi, kaplama ve ana malzeme arasındaki arayüzeyde gerilmeler oluşturmaktan ibarettir. Bu da, elmas bir ucun numune yüzeyine F_N normal kuvveti ile bastırılmasıyla gerçekleştirilir. Numunenin sabit hızla yer değiştirmesiyle de, arayüzeyde meydana gelen gerilmeler kaplamanın tabaka halinde veya parçalanarak ayrılmasına sebep olur. Belirgin bir hasarın meydana geldiği en küçük yük, “kritik yük” (L_c) olarak isimlendirilir.

Ticari olarak mevcut olan çizik test cihazları, üç farklı etkiyi - teğet yük değişimleri, akustik emisyon dalgalanmaları ve mikroskobik deformasyonları - eşzamanlı kaydederek, L_c üzerinden birbirleriyle ilişkisi olan verilerin alınmasını sağlar. Çizik testinde, genellikle Rockwell-C profiline sahip elmas bir uç kullanılarak, numune üzerinde boydan boya kaplama kalkana kadar çizikler oluşturulur. Bu çizikler, ya sabit

hızla veya kademeli olarak artan yükler altında meydana getirilir. Belirli bir yük değerine ulaşıldığında, çizik bölgesinde hasar oluşur. Kaplamanın taban malzemesine yapışma mukavemeti, kritik yükle karakterize edilir ve bu değer ne kadar yüksek ise yapışma mukavemetinin de o kadar yüksek olduğu söylenebilir. Şekil 5.37'de çizik test yöntemi şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 5.37. Çizik test yöntemi.

Çizik testi, yapışma mukavemeti hakkında karşılaştırmalı bir bilgi verir. Yapışma ile ilgili sayısal bir model oluşturmak son derece zordur. Çünkü L_c, deney koşulları ve kaplama-taban malzemesi sistemi tarafından belirlenen çeşitli parametrelere bağlıdır. Son yıllarda L_c'yi belirlemek için, mikroskopla (SEM veya optik mikroskop) çizik yüzeyinin incelenmesinin yanısıra, akustik emisyon ve sürtünme kuvveti ölçüm teknikleri geliştirilmiş olmasına rağmen, kaplama yapışmasının değerlendirilmesi amacıyla benzer taban malzemesi ve kaplama özelliklerine sahip numuneler kullanılarak karşılaştırma yapılmaktadır. Tez çalışması kapsamında, deney sayısını optimum seviyeye indirerek uç aşınmasını azaltmak ve parametrelerin veya etkileşimlerinin etki seviyelerini tespit edebilmek için çizik ve aşınma testleri L16 tam eşlendirmeli deney modeline uygun olarak tasarlanmıştır.

5.4.2. İki Düzeyli Dört Faktörlü L16 (2^4) Tam Eşlendirmeli Deney Tasarımı

Deney tasarımı ilk kez 1920'lerde, istatistik biliminin babası sayılan İngiliz istatistikçi Sir Ronald Fisher tarafından, tarım alanında araştırmalar yaparken bulunmuş ve geliştirilmiştir. Herhangi bir deneyde, sonuç değere etki eden faktörler ve bu faktörlerin düzey sayıları ile ilgili standart yaklaşımlar geliştirilmiştir. Deney tasarımında, faktör

sayısı k=4 ve her faktör için düzey sayısı 2 olarak seçilen deneyler L16 deneyleri olarak adlandırılır. Deneyde etkileri incelenecek dört faktör, alfabenin büyük harfleri A, B, C ve D ile adlandırılır. İki düzeyli deneylerde bütün faktörlerin düzey sayıları a=b=c=d=2'dir. L16 deneyi için faktörler ve düzeyleri teorik olarak Tablo 5.12'de gösterilmektedir. İki düzeyli deneyler, deneylerin en basitleridir. Basitliklerine karşın, düşük maliyetle, çok sayıda faktörün aynı anda incelenmesini mümkün kılarlar. Bu bakımdan deney tasarımında çok önemli bir yer tutarlar. Tam eşlendirmeli (kombinezonların tümünün denendiği) L16 deneyinde, denenecek düzey kombinezon sayısı a.b.c.d=2.2.2.2=16'dır. Düzey kombinezonlarını gösteren bu matrise L16 dizayn matrisi denir (Tablo 5.13).

Tablo 5.12. L16 Faktör Düzeyleri.

	FAKTÖRLER			
Düzeyleri	**A**	**B**	**C**	**D**
Alt	-1	-1	-1	-1
Üst	+1	+1	+1	+1

Tablo 5.13. L16 Dizayn Matrisi [103].

Stan-dart Sıra	**Gözlem Değeri, Y**	**ETKİLER**														
		A	**B**	**C**	**D**	**AB**	**AC**	**AD**	**BC**	**BD**	**CD**	**ABC**	**ABD**	**ACD**	**BCD**	**ABCD**
1	a	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+
2	b	-	-	-	+	+	+	-	+	-	-	-	+	+	+	-
3	c	-	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	+	-
4	d	-	-	+	+	+	-	-	-	-	+	+	+	-	-	+
5	e	-	+	-	-	-	+	+	-	-	+	+	+	-	+	-
6	f	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-	+
7	g	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-	-	+	+	-	+
8	h	-	+	+	+	-	-	-	+	+	+	-	-	-	+	-
9	j	+	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	-	-
10	k	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-	+	-	-	+	+
11	l	+	-	+	-	-	+	-	-	+	-	-	+	-	+	+
12	m	+	-	+	+	-	+	+	-	-	+	-	-	+	-	-
13	n	+	+	-	-	+	-	-	-	-	+	-	-	+	+	+
14	o	+	+	-	+	+	-	+	-	+	-	-	+	-	-	-
15	p	+	+	+	-	+	+	-	+	-	-	+	-	-	-	-
16	r	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Kolon No		**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**	**10**	**11**	**12**	**13**	**14**	**15**

L16 dizayn matrisinin 15 kolonu vardır. Bunlardan ilk dördü (A, B, C, D) faktörlerin ana etkilerini, geri kalanları ise (AB, AC, …, ABCD) faktörler arası etkileşimleri temsil eder ve bu etkilerin hesabı için kullanılır. Etkileşim'in tanımı şöyle yapılabilir: Bir faktörün (örneğin A), sonuç değerine olan etkisi, diğer faktörün (örneğin B) hangi değerde bulunduğuna bağlı ise, "iki faktör arasında etkileşim var" denir. İki düzeyli deneylerde, düzeylerin birine "alt düzey", diğerine "üst düzey" denmektedir. Genellikle alt düzeyler "-", üst düzeyler "+" işaretiyle temsil edilir. Y kolonu gözlem değerlerini, yani seçilen parametrelerde yapılan deney sonuçlarını göstermektedir. Parametrelerin etki değerleri belirli yöntemlerle hesaplandıktan sonra normal olasılık grafiği (NOG) çizilerek parametrelerin önem dereceleri incelenir. Bunun için, yatay ekseni etki değerlerini, düşey ekseni ise sıra numaralarını veren standart bir şablondan faydalanılır. Etki değerleri sıra numaralarına göre grafiğe işaretlendikten sonra, sıfıra en yakın 3-4 nokta dikkate alınarak, bu noktalardan uzaklığı en az olan bir doğru çizilir. Etkilerin istatistiksel önemi, çizilen doğruya göre belirlenir. Önemli noktalar, ya grafiğin alt tarafında doğrunun solunda, ya da grafiğin üst tarafında doğrunun sağında kalan noktalardır. Noktaların önem derecesi, doğrudan olan uzaklıkları ile orantılıdır. Etkileşimlerin yorumu ise, etkileşim grafikleri yardımıyla yapılır. Faktör sayısı k=3 ve her faktör için düzey sayısı 2 olarak seçilen deneyler ise L8 deneyleri olarak adlandırılır. L16 dizayn matrisi, pratikte en çok kullanılan dizaynlardan biridir. Tez kapsamında, çizik ve aşınma testleri için yukarıda teorisi ana hatlarıyla açıklanan L16 deney sistemi kullanılmış olup, diğer deney sistemleri ve normal olasılık grafiğinin kuramsal temelleri ile ilgili detaylı bilgiye [103] no'lu referanstan ulaşılabilir.

5.4.3. Çizik Testi Sonuçları

Çizik testlerinde, 200 μm uç yarıçapına, 120° tepe açısına sahip Rockwell-C tipi elmas konik uç kullanılmış olup, çizik boyu 15 mm olarak ayarlanmıştır. Yük uygulama hızı dL/dt=100 N/dak, çizme hızı dx/dt=10 mm/dak ve maksimum çizme kuvveti 150 N'dur (çizme süresi 1.5 dak). Akustik emisyon şiddeti 0.1-1.2 arasında değiştirilerek uygun emisyon grafiklerinin elde edilebilmesi sağlanmıştır. Çizik testleri için L16 deney sistemi kullanılmış olup, 0-(-)200 V bias voltajı, 0.3-1.2 mtorr azot basıncı, 6-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesi ve taban malzemesine uygulanan işlem (sertleştirme-sertleştirme+nitrürleme) faktör düzeyleri olarak seçilmiştir. Her bir numuneden 2 adet

ölçüm alınmış olup, kritik yük değerlerinin ortalaması alınmıştır. Kritik yükler, ilk atmaların başladığı nokta (L_{c1}) yerine (akustik emisyon eğrileriyle tespit edilmiştir), kaplamanın taban malzemesinden tamamen kalktığı ve taban malzemesinin açığa çıktığı bölgenin (L_{c2}) optik olarak belirlenmesiyle tespit edilmiş olup, sürtünme kuvveti ve akustik emisyon grafikleriyle de bu bölgeler doğrulanmıştır. Test sonuçları Tablo 5.14'te özetlenmekte olup, örnek bir akustik emisyon-yük-sürtünme kuvveti grafiği Şekil 5.38'de görülmektedir. Çizik testine ait diğer akustik emisyon-yük-sürtünme kuvveti grafikleri ise Ek-1'de verilmektedir. Şekil 5.39-Şekil 5.44'te, farklı parametrelerle üretilen TiAlN kaplamaların çizik izi optik mikroskop görüntüleri görülmektedir (çizme yönü oklarla belirtilmektedir).

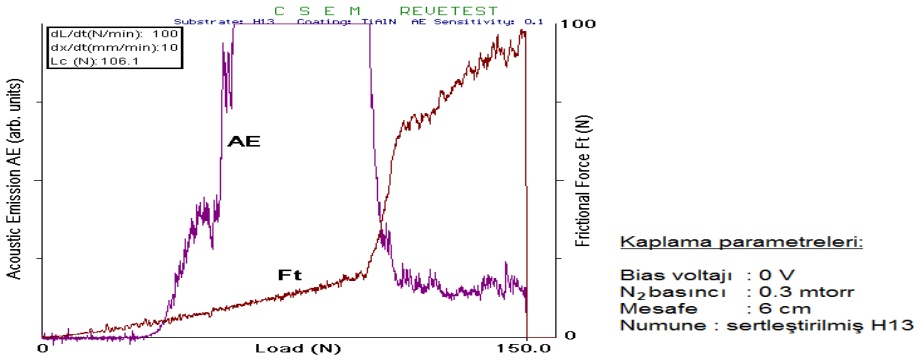
Tablo 5.14. TiAlN Kaplamaların Çizik Testi Sonucu Elde Edilen Kritik Yük (L_c) Değerleri.

Sıra No	Bias Voltajı (-V)	N_2 Basıncı (mtorr)	Hedef-Taban Malzemesi Mesafesi (cm)	Taban Malz. Uygulanan İşlem	Kritik Yükler* L_{c1}-L_{c2} (N)		
					1. Ölçüm	2. Ölçüm	Ortalama
1	0	0.3	6	Sertleştirme	31.3-106.1	22.7-109.9	27.0-108.0
2	0	0.3	6	Sert.+Nitrür.	25.8-120.7	30.7-138.0	28.3-129.4
3	0	0.3	21	Sertleştirme	23.1-90.4	20.1-88.9	21.6-89.7
4	0	0.3	21	Sert.+Nitrür.	41.4-131.8	47.4-95.3	44.4-113.6
5	0	1.2	6	Sertleştirme	29.8-48.0	16.9-99.8	23.4-73.9
6	0	1.2	6	Sert.+Nitrür.	13.9-127.0	24.2-135.4	19.1-131.2
7	0	1.2	21	Sertleştirme	29.9-81.8	9.0-80.5	19.5-81.2
8	0	1.2	21	Sert.+Nitrür.	10.9-89.3	3.8-129.7	7.4-109.5
9	200	0.3	6	Sertleştirme	19.1-51.1	17.0-58.3	18.1-54.7
10	200	0.3	6	Sert.+Nitrür.	17.9-146.1	13.9-146.8	15.9-146.5
11	200	0.3	21	Sertleştirme	13.8-90.1	17.0-91.6	15.4-90.9
12	200	0.3	21	Sert.+Nitrür.	40.0-122.2	33.2-130.9	36.6-126.6
13	200	1.2	6	Sertleştirme	18.3-59.8	16.0-57.2	17.2-58.5
14	200	1.2	6	Sert.+Nitrür.	13.0-127.8	10.6-92.5	11.8-110.2
15	200	1.2	21	Sertleştirme	12.7-77.2	13.6-84.6	13.2-80.9
16	200	1.2	21	Sert.+Nitrür.	8.5-97.9	10.1-93.3	9.3-95.6

* Yükleme hızı: 100 N/dak, çizme hızı: 10 mm/dak, maksimum yük: 150 N, çizme boyu: 15 mm

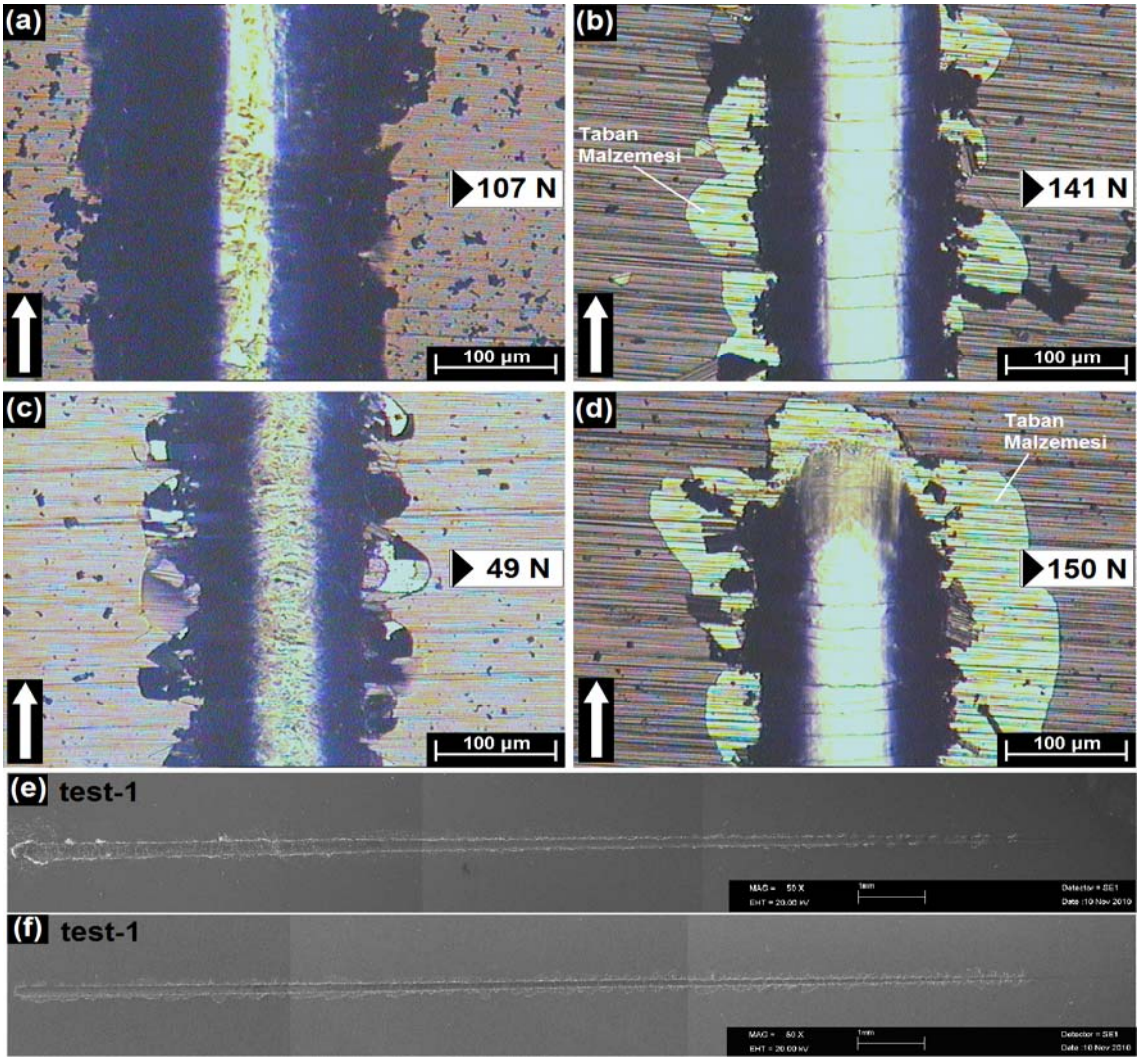
Elde edilen ortalama L_c değerleri 54.7-146.5 N arasında değişmekte olup, genel olarak kaplamaların taban malzemelerine yapışma dirençlerinin yüksek olduğu söylenebilir. Yine de çizik test sonuçlarının çok çeşitli faktörlerden etkilendiği ve benzer şartlarda karşılaştırma maksatlı kullanıldığı da unutulmamalıdır. Optik mikroskop görüntülerine bakıldığında, kaplamada ilk atmaların çizik izi kenarlarında başlamasına ve optik

emisyon sinyalleriyle de bu durumun doğrulanmasına rağmen, kaplamanın tamamen taban malzemesinden ayrıldığı ve plastik deformasyonun başladığı noktanın ilerleyen kuvvet değerlerinde ortaya çıktığı görülmektedir (L_{c2}). Bu bölge grafiklerde de, sürtünme kuvvetinin şiddetli değişim gösterdiği noktaya tekabül etmekte olup, elmas ucun farklı bir malzemeye (taban malzemesine) daldığının da göstergesidir. Aynı anda akustik emisyon sinyalinde de düşme meydana gelmekte ve taban malzemesinin plastik deformasyonu başlamaktadır.

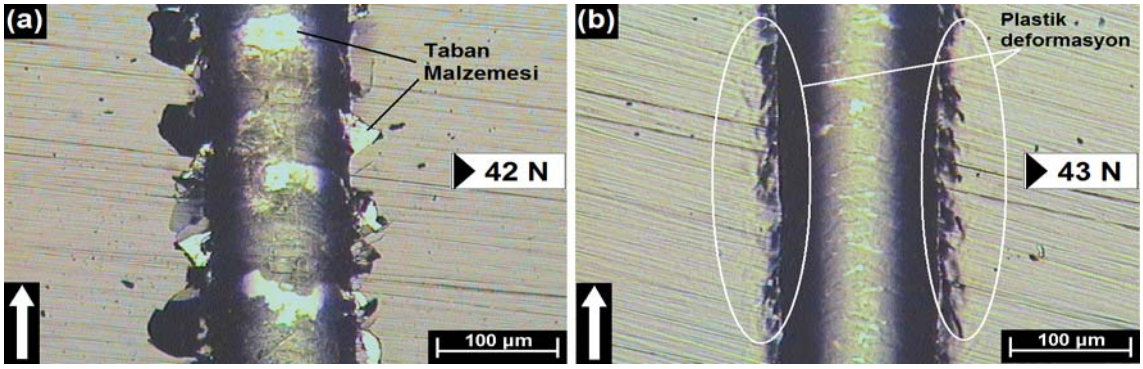


Şekil 5.38. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin çizik testi sonucu elde edilen akustik emisyon-yük-sürtünme kuvveti grafiği.

Herhangi bir kaplama-taban malzemesi çifti için, çizik testinde karşılaşılan hasar mekanizmaları, test yüküne, kaplama kalınlığına, kaplama yapısında bulunan artık gerilmelere ve taban malzemesi özelliklerine (sertlik vb.) bağlıdır. Ayrıca, uç yarıçapı, kayma hızı gibi test parametreleri de önemli etkenlerdendir [104]. Yapılan optik mikroskop çalışmalarında, çizik izi kenarlarında meydana gelen atmaların çizik sonuna doğru daha da arttığı tespit edilmiştir. Özellikle kaplama kalktıktan sonra çizik izi içerisinde yarım ay şeklinde çatlaklara da rastlanmıştır (Şekil 5.39b-d). Bu çatlaklar, çekme gerilmelerinin sebep olduğu deformasyonlardır (tensile cracking). Şekil 5.40'ta, 0 V bias, 1.2 mtorr azot basıncında, 6 cm ve 21 cm hedef taban malzemesi mesafesinde sertleştirilmiş H13 numune üzerinde üretilen TiAlN kaplama için çizik izi optik mikroskop görüntüleri verilmektedir. 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde üretilen kaplamada, ince filmlerde en çok karşılaşılan hasar mekanizmalarından kırışma (buckling) hasarı gözlenmiştir. Kırışma, çizik ucunun önünde bası gerilmelerinden dolayı meydana gelen yarım ay şeklindeki çatlaklardır (Şekil 5.40b). Gerilme, arayüzey kusurlarını içeren bazı bölgelerde kaplamanın kırışmasına sebep olur.



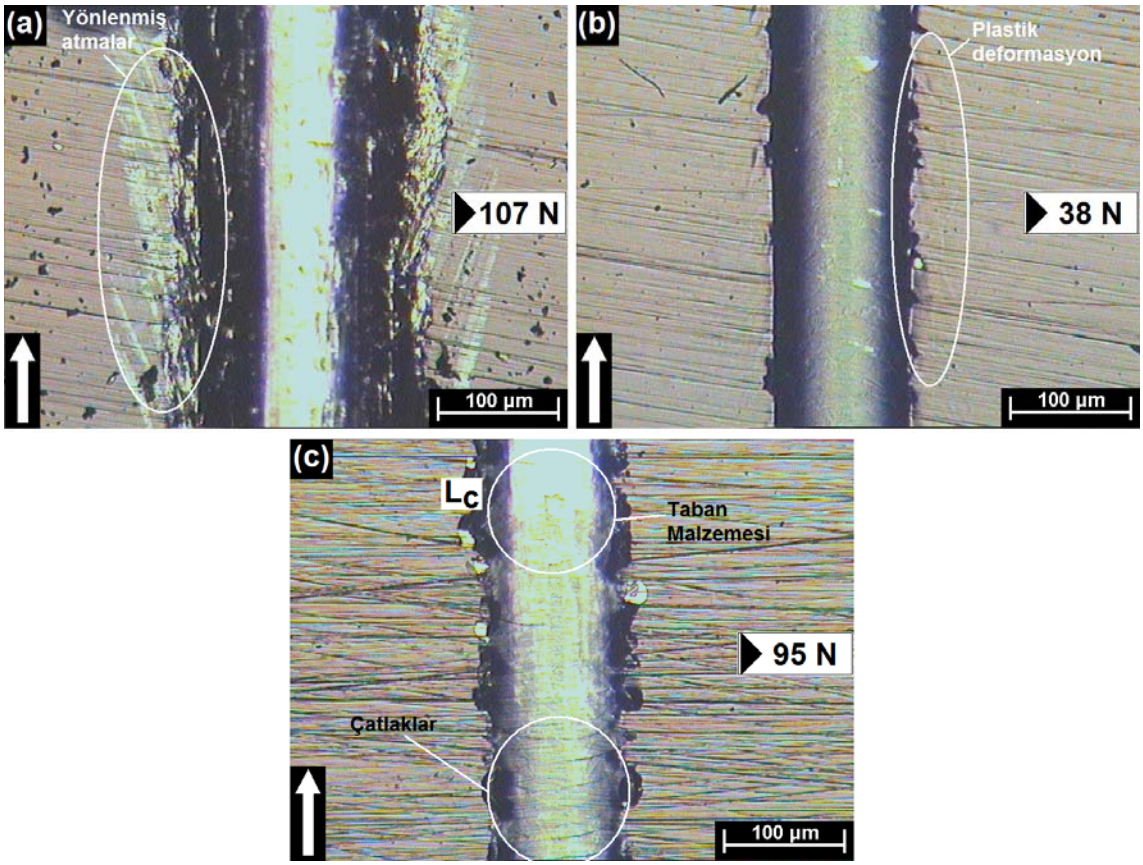
Şekil 5.39. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop ve SEM görüntüleri: a), e) sertleştirilmiş, b), f) nitrürlenmiş (test 1), c) sertleştirilmiş, d) nitrürlenmiş (test 2).



Şekil 5.40. 0 V bias-1.2 mtorr azot basıncında, a) 6 cm (test 1), b) 21 cm (test 2) hedef taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri.

Bir arayüzey çatlağının meydana gelmesi kırışmayı arttırabilir ve kaplamanın yüksek çekme gerilmesine sahip bölgelerinde kabarma ve dökülmelere (spallation) sebep olabilir. Şekil 5.40a'da bu hasar mekanizması görülmektedir. Şekilden, hedef-taban malzemesi mesafesinin artmasıyla çizik izi kenarlarında oluşan atmaların yerini plastik deformasyona bıraktığı da görülmektedir.

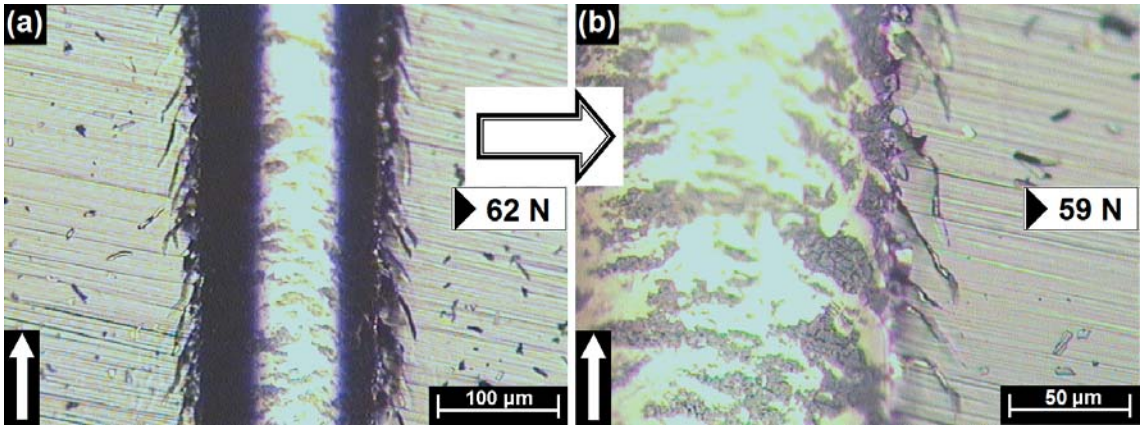
Benzer durum, 0 V bias, 0.3 mtorr azot basıncı ve 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesi için de görülmektedir (Şekil 5.41b). Bu durum, kaplama sertliğinin düşmesinin yanında kaplama kalınlığının azalmasına da dayandırılabilir. Sonuç olarak, hedef-taban malzemesi mesafesinin azaltılmasının, kaplama yapısındaki iç gerilmelerin artmasına sebep olduğu sonucu çıkmaktadır (yine de düşük hedef-taban malzemesi mesafelerinde L_c değerlerinde iyileşme gözlenmiştir).



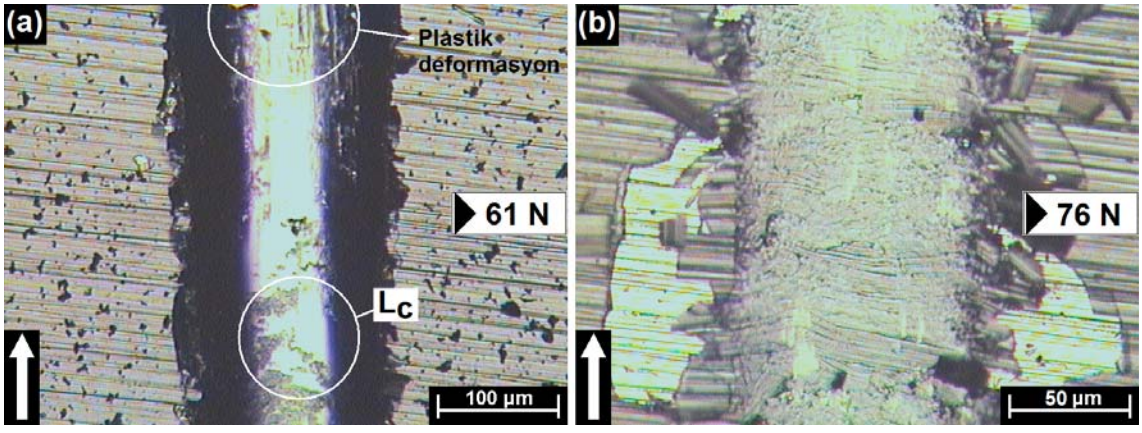
Şekil 5.41. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri: a) sertleştirilmiş (test 1), b) sertleştirilmiş (test 2), c) nitrürlenmiş.

0 V bias, 0.3 mtorr azot basıncı, 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesi (Şekil 5.41a) ile -200 V bias, 1.2 mtorr azot basıncı, 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde (Şekil 5.42a) sertleştirilmiş numune üzerinde üretilen kapalamaların çizik izlerinde, çizik izi kenarlarında oluşan çatlakların yönlerinde farklılıklar da gözlenmiştir.

-200 V bias, 1.2 mtorr azot basıncı, 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde kaplanan nitrürlenmiş H13 numunenin çizik izi içerisinde ise kaplamanın plastik deformasyona uğradığı ve kaplamanın kalkmadan farklı doğrultularda yönlenmelerin meydana geldiği tespit edilmiştir (Şekil 5.43b).

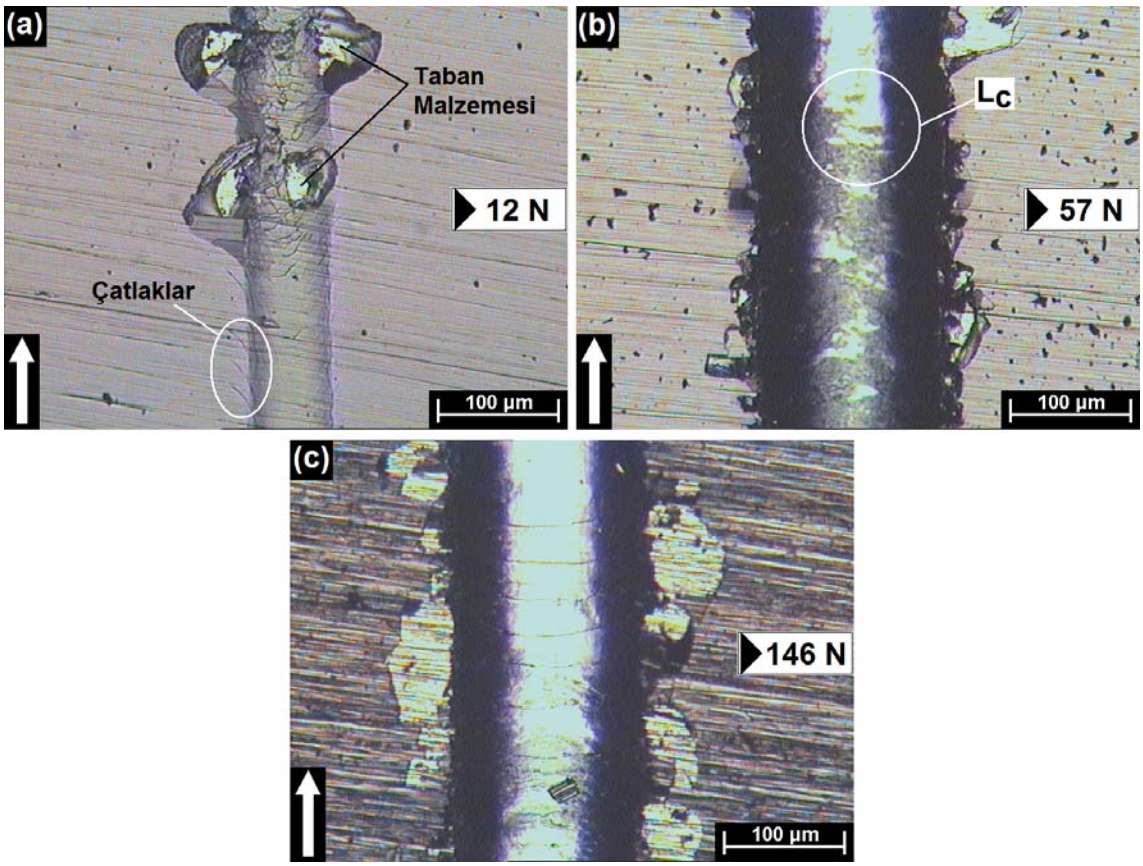


Şekil 5.42. -200 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri: a) sertleştirilmiş (test 1), b) detay görüntüsü.



Şekil 5.43. -200 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri: a) sertleştirilmiş (test 1), b) nitrürlenmiş (test 1).

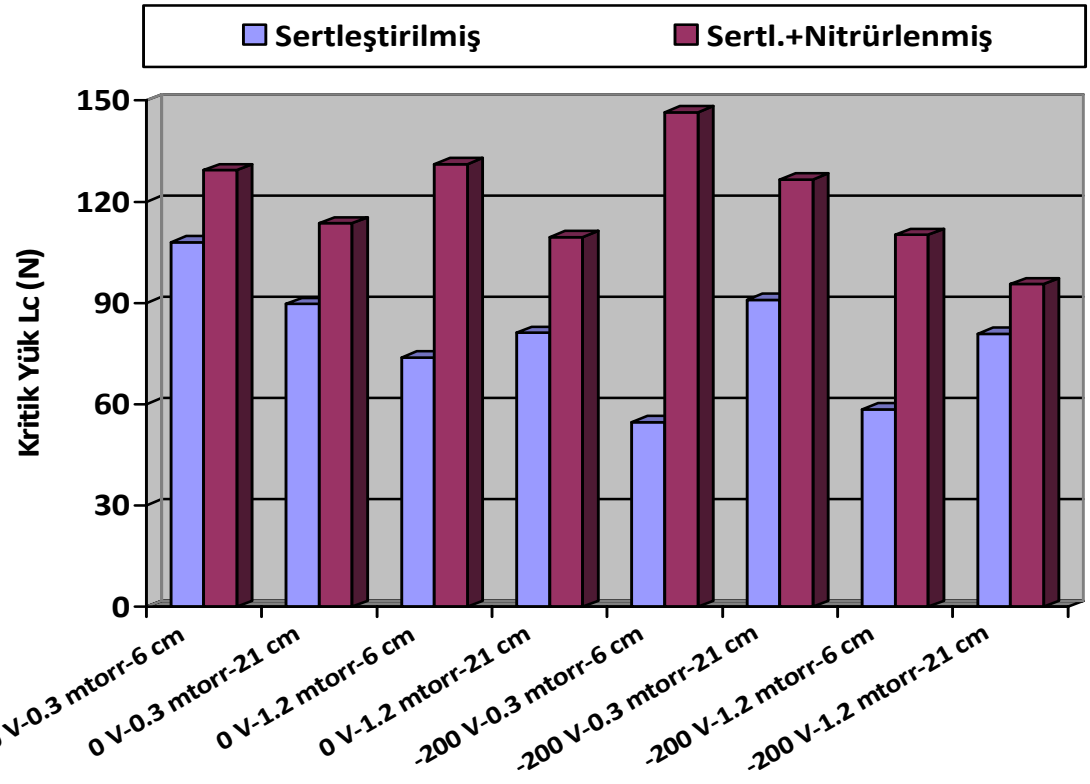
Şekil 5.44'te, -200 V bias, 0.3 mtorr azot basıncı, 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri görülmektedir. Sertleştirilmiş numunede çizik izi kenarlarında düşük yüklerde başlayan çatlaklar, artan yükle beraber kaplamanın bu bölgede yerel olarak kalkmasıyla sonuçlanmaktadır (Şekil 5.44a). Bu durum, genellikle kritik bir kaplama kalınlığının üzerinde karşılaşılan sıkışma kabarması (wedge spallation) hasarı olarak adlandırılmaktadır.



Şekil 5.44. -200 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış H13 numunenin çizik izi optik mikroskop görüntüleri: a) sertleştirilmiş (test 1), b) sertleştirilmiş (test 2), c) nitrürlenmiş.

Şekil 5.45'te, TiAlN kaplamaların çizik testi sonucu elde edilen ortalama L_c değerlerinin kaplama parametreleri ile değişimleri verilmektedir. Şekle göre, sertleştirilmiş+nitrürlenmiş numunelerin, sertleştirilmiş numunelere kıyasla daha yüksek L_c değerleri verdiği görülmektedir. Ayrıca, -200 V bias, 0.3 mtorr azot basıncı ve 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, sertleştirilmiş+nitrürlenmiş H13 taban malzemesi

üzerinde üretilen TiAlN kaplamanın en yüksek L_c değerini verdiği tespit edilmiştir. En düşük L_c değeri ise, yine aynı parametrelerde sertleştirilmiş numune üzerinde üretilen kaplamaya aittir. Hedef-taban malzemesi mesafesinin azalmasının sertleştirilmiş+nitrürlenmiş numunelerde L_c'yi arttırırken, yalnızca sertleştirilmiş numunelerde (0 V bias hariç) azalttığı tespit edilmiştir. Bias voltajındaki artışın, sertleştirilmiş+nitrürlenmiş numunelerde, 0.3 mtorr azot basıncında L_c'yi arttırdığı, 1.2 mtorr azot basıncında ise L_c'yi azalttığı tespit edilmiştir. Sertleştirilmiş numunelerde ise, bias voltajındaki artış, 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde L_c'yi düşürmekte, 21 cm'de ise bir değişim oluşturmamaktadır. Basıncın ise sertleştirilmiş+nitrürlenmiş numunelerde, 0 V bias voltajında etkili olmadığı, -200 V'ta ise basıncın artması ile L_c'nin düştüğü tespit edilmiştir. Sertleştirilmiş numunelerde ise, 0 V bias voltajında, basıncın artmasıyla L_c'nin azaldığı tespit edilmiş, -200 V bias voltajında ise basınca bağlı belirgin bir değişime rastlanılmamıştır.



Şekil 5.45. TiAlN kaplamaların çizik testi sonucu elde edilen ortalama kritik yük (L_c) değerleri.

Çizik testi sonuçları, L16 deney sistemi ile de incelenmiştir. Tablo 5.15'te, L16 faktör düzeyleri verilmektedir. Çizik testi uygulama sonuçları ve L16 hesap tablosu sırasıyla Tablo 5.16 ve Tablo 5.17'de, L16 normal olasılık grafiği ise Şekil 5.46'da görülmektedir. İstatistiksel açıdan uygulama sırasının L16 dizayn matrisinde verilen standart sırada değil, rassal olarak belirlenmesi gerekir. Uygulama sırasının rassallaştırılmasının amacı, kontrol edilemeyen, ancak deney sırasında kendiliğinden değişen faktörlerin kalite değişkeni Y'ye olası etkilerini elimine etmektir. Uygulamalarda mümkün olduğunca deneyin uygulama sırasını rassallaştırılmaya çalışılmalıdır [103]. Çizik testleri de Tablo 5.16'daki rassal sıraya uygun olarak yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar, "en büyük en iyi" kalite değişkenine göre yorumlanmıştır.

Tablo 5.15. L16 Faktör Düzeyleri.

Düzey	**A** **Bias Voltajı (-V)**	**B** **N_2 Basıncı (mtorr)**	**C** **Hedef-Taban Malzemesi Mesafesi (cm)**	**D** **Taban Malzemesine Uygulanan İşlem**
Alt	0	0.3	6	Sertleştirme
Üst	200	1.2	21	Sert.+nitrürleme

Tablo 5.16. Çizik Testi Uygulama Sonuçları.

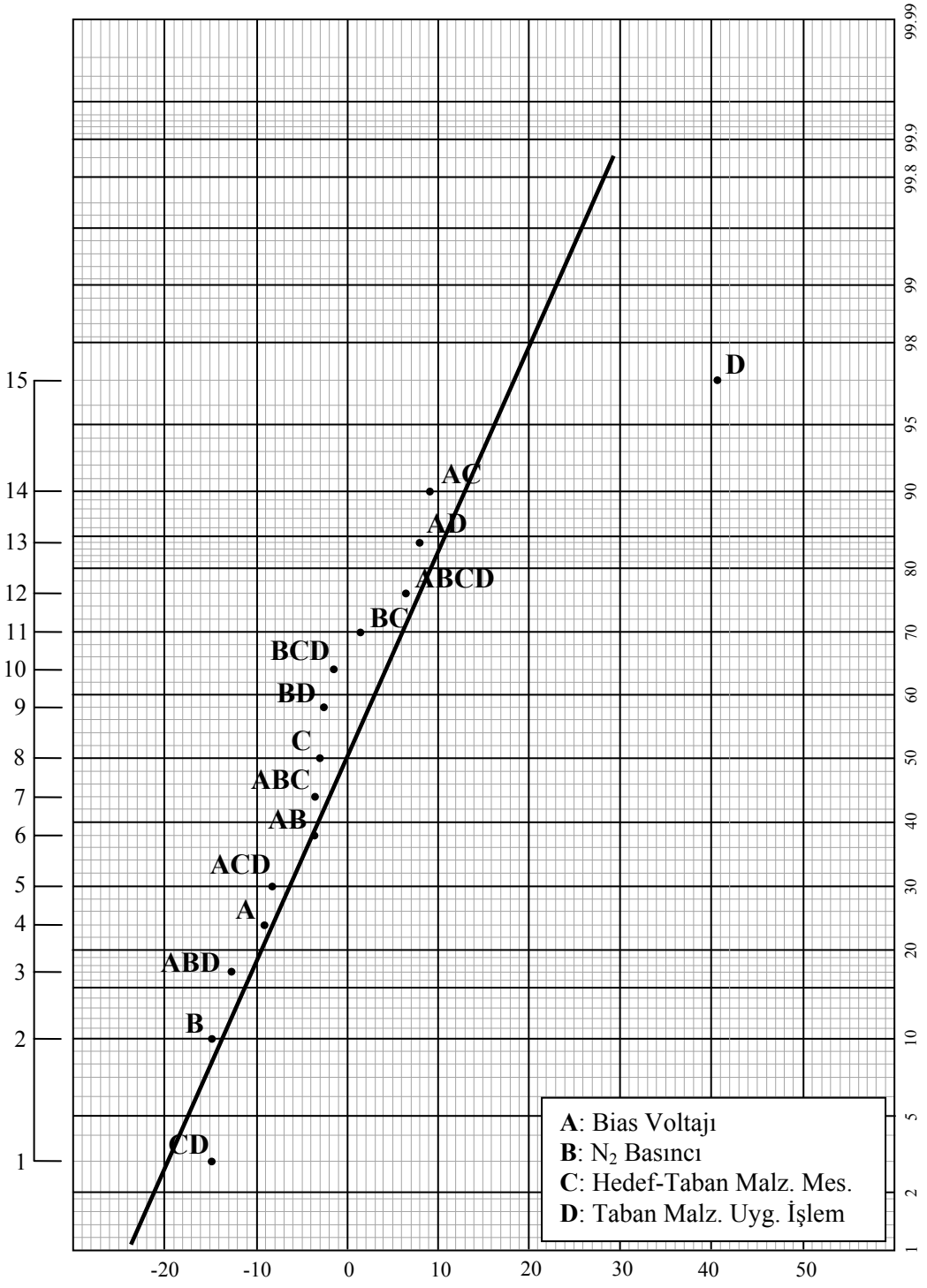
Standart Sıra	**Rassal Sıra**	**A** **Bias Voltajı (-V)**	**B** **N_2 Basıncı (mtorr)**	**C** **Hedef-Taban Malzemesi Mesafesi (cm)**	**D** **Taban Malzemesine Uygulanan İşlem**	**Y_1** **Kritik Yük L_c (N)**
1	5	0	0.3	6	Sertleştirme	108.0
2	9	0	0.3	6	Sert.+Nitrür.	129.4
3	2	0	0.3	21	Sertleştirme	89.7
4	11	0	0.3	21	Sert.+Nitrür.	113.6
5	16	0	1.2	6	Sertleştirme	73.9
6	8	0	1.2	6	Sert.+Nitrür.	131.2
7	1	0	1.2	21	Sertleştirme	81.2
8	14	0	1.2	21	Sert.+Nitrür.	109.5
9	6	200	0.3	6	Sertleştirme	54.7
10	13	200	0.3	6	Sert.+Nitrür.	146.5
11	10	200	0.3	21	Sertleştirme	90.9
12	4	200	0.3	21	Sert.+Nitrür.	126.6
13	7	200	1.2	6	Sertleştirme	58.5
14	15	200	1.2	6	Sert.+Nitrür.	110.2
15	3	200	1.2	21	Sertleştirme	80.9
16	12	200	1.2	21	Sert.+Nitrür.	95.6

Tablo 5.17. Çizik Testi L16 Hesap Tablosu.

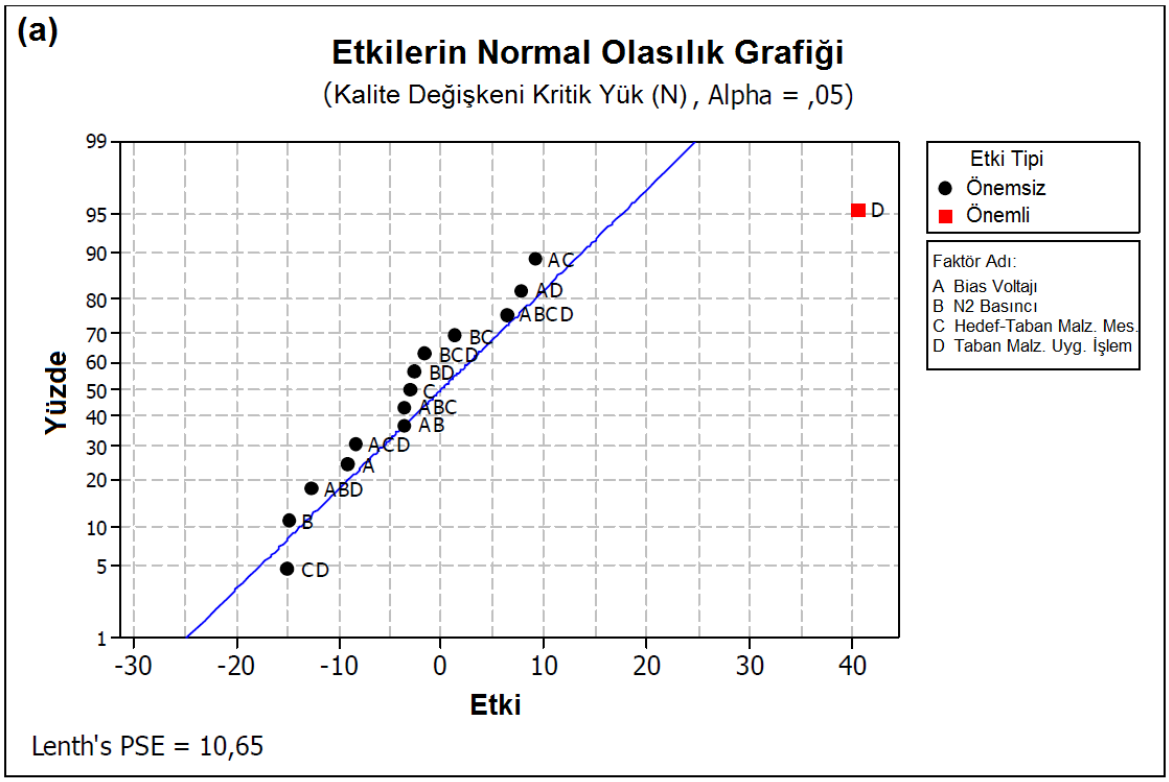
STANDART SIRA	GÖZLEM DEĞERİ	A		B		C		D		AB		AC		AD		BC		BD		CD		ABC		ABD		ACD		BCD		ABCD	
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
1	a: 108.0	a		a		a		a			a		a		a		a		a		a	a		a		a		a			a
2	b: 129.4	b		b		b			b		b		b	b			b	b		b		b			b		b		b	b	
3	c: 89.7	c		c			c	c			c	c			c	c			c	c			c	c			c		c	c	
4	d: 113.6	d		d			d		d		d	d		d		d		d			d		d		d	d		d			d
5	e: 73.9	e			e	e		e		e			e		e	e		e			e		e		e	e			e	e	
6	f: 131.2	f			f	f			f	f			f	f		f			f	f			f	f			f	f			f
7	g: 81.2	g			g		g	g		g		g			g		g	g		g		g			g		g	g			g
8	h: 109.5	h			h		h		h	h		h		h			h		h		h	h		h		h			h	h	
9	j: 54.7		j	j		j		j		j		j		j			j		j		j		j		j		j	j		j	
10	k: 146.5		k	k		k			k	k		k			k		k	k		k			k	k		k			k		k
11	l: 90.9		l	l			l	l		l			l	l		l			l	l		l			l	l			l		l
12	m: 126.6		m	m			m		m	m			m		m	m		m			m	m		m			m	m		m	
13	n: 58.5		n		n	n		n			n	n		n		n		n			n	n		n			n		n		n
14	o: 110.2		o		o	o			o		o	o			o	o			o	o		o			o	o		o		o	
15	p: 80.9		p		p		p	p			p		p	p			p	p		p			p	p		p		p		p	
16	r: 95.6		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r
TOPLAM	**1600.4**	836.5	763.9	859.4	741.0	812.4	788.0	637.8	962.6	814.5	785.9	763.9	836.5	768.7	831.7	794.6	805.8	810.6	789.8	860.0	740.4	814.3	786.1	850.9	749.5	833.5	766.9	806.4	794.0	774.9	825.5
SAYI	**16**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**
ORTALAMA	**100.03**	104.6	95.5	107.4	92.6	101.6	98.5	79.7	120.3	101.8	98.2	95.5	104.6	96.1	104.0	99.3	100.7	101.3	98.7	107.5	92.6	101.8	98.3	106.4	93.7	104.2	95.9	100.8	99.3	96.9	103.2
ETKİ		-9.1		-14.8		-3.1		40.6		-3.6		9.1		7.9		1.4		-2.6		-14.9		-3.5		-12.7		-8.3		-1.5		6.3	
SIRA		**4**		**2**		**8**		**15**		**6**		**14**		**13**		**11**		**9**		**1**		**7**		**3**		**5**		**10**		**12**	

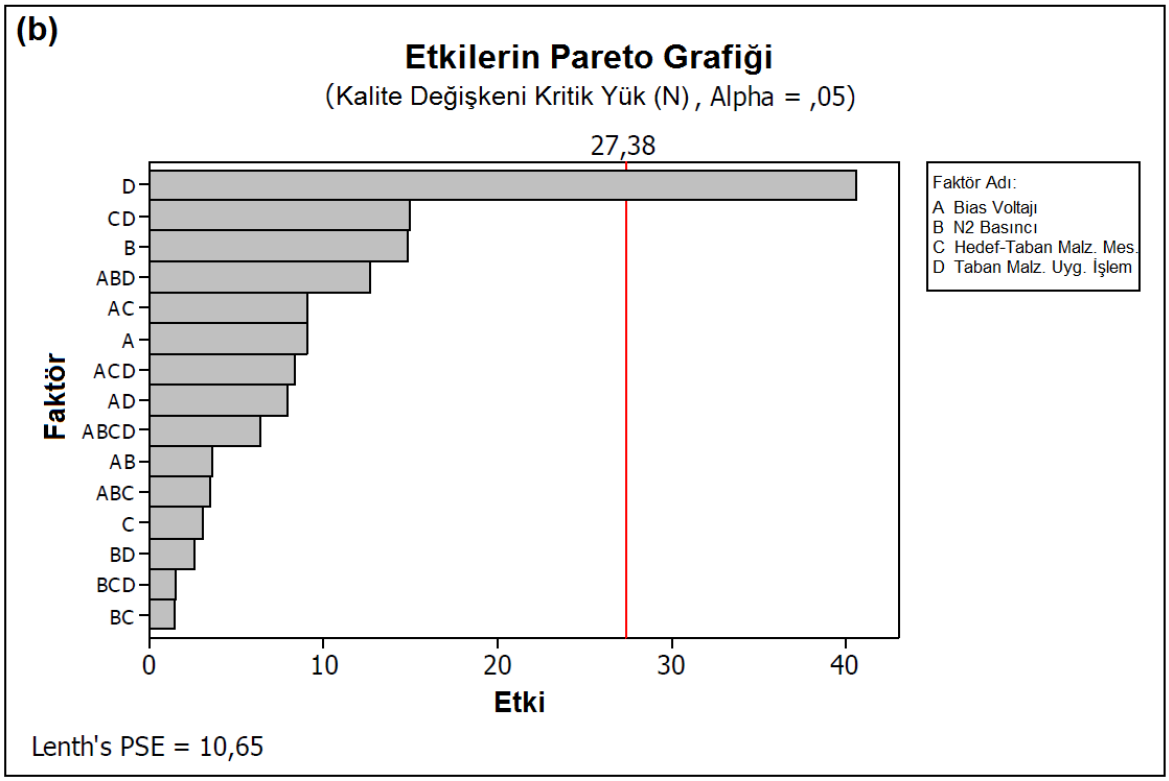
Sonuçlar, Minitab-14 programı ile de kontrol edilmiştir. Minitab-14 programı ile elde edilen, kritik yükler için L16 normal olasılık grafiği Şekil 5.47a'da, faktör ve etkileşimlerin etki değerleri ise Şekil 5.47b'de görülmektedir. Minitab-14 programı ile elde edilen ana etki grafikleri ve etkileşim grafikleri ise sırasıyla Şekil 5.48a ve b'de verilmektedir. Kritik yükler için çizilen L16 normal olasılık grafiğine göre (Şekil 5.46 ve Şekil 5.47a ve b) en etkili parametrenin D, yani taban malzemesine uygulanan işlem olduğu tespit edilmiştir. Buna göre, kaplama öncesi taban malzemelerine uygulanan plazma nitrürleme işleminin, kaplama yapışma direncini önemli ölçüde iyileştirdiği sonucu ortaya çıkmaktadır. Dubleks işlemin en önemli özelliği, yüksek sertliğe sahip kaplama ile daha düşük sertliğe sahip taban malzemesi arasında bir geçiş bölgesi

oluşturarak (yüzey sertliğini arttırarak) kaplamaya destek sağlamasıdır. 2. Derecede öneme sahip parametre azot basıncı olarak bulunmuş olup, düşük azot basıncının (0.3 mtorr) yapışma direncini geliştirdiği tespit edilmiştir.

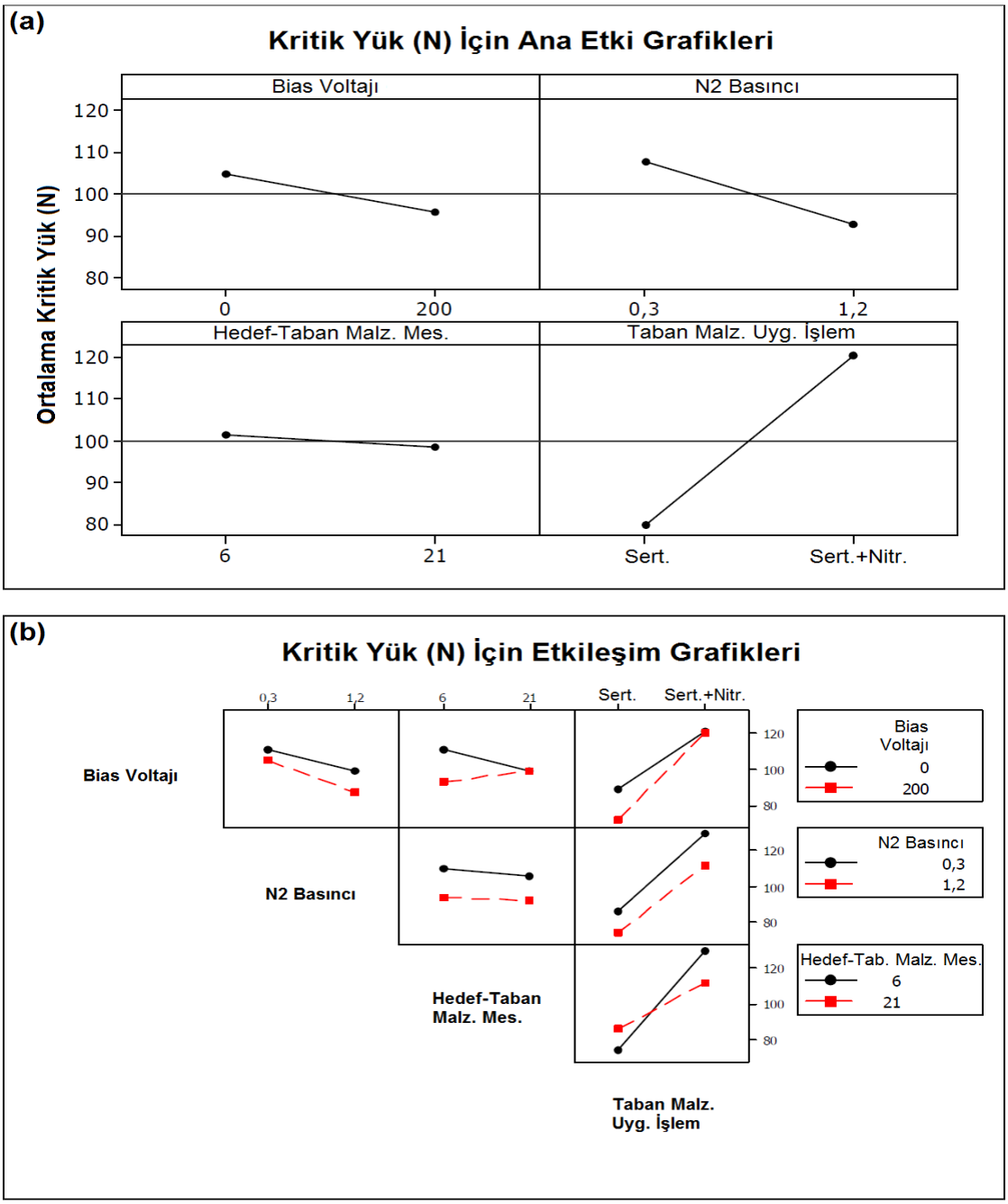


Şekil 5.46. Kritik yükler için L16 normal olasılık grafiği.





Şekil 5.47. Minitab-14 programı ile elde edilen, kritik yükler için a) L16 normal olasılık grafiği, b) faktör ve etkileşimlerin etki değerleri.



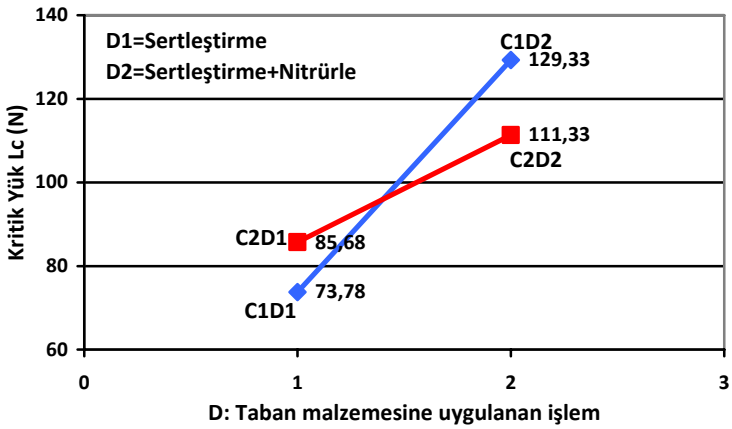
Şekil 5.48. Minitab-14 programı ile elde edilen, kritik yükler için a) ana etki grafikleri, b) etkileşim grafikleri.

Düşük bias voltajı (0 V) ve kısa hedef-taban malzemesi mesafesi (6 cm) sırasıyla diğer etkili parametreler olarak bulunmuştur (Şekil 5.48a). Genel olarak, bias voltajının artması ile kaplama sertliği ve taban malzemesine yapışma direncinin arttığı, bunun da iyon bombardımanının oluşturduğu yoğun içyapıdan kaynaklandığı bilinse de [63], bias voltajı ile birlikte kaplama yapısındaki artık gerilme miktarı da artmaktadır [64]. 0 ve -200 V bias voltajları arasındaki farkın bu sebepten ileri geldiği düşünülmektedir. Şekil

5.48b'deki etkileşim grafiklerine göre, CD etkileşiminin (hedef-taban malzemesi mesafesi ve taban malzemesine uygulanan işlem) ön plana çıktığı görülmektedir. Tablo 5.18'deki CD etkileşim değerlerine göre CD etkileşim grafiği çizilmiştir (Şekil 5.49). C faktörünün (hedef-taban malzemesi mesafesi) kendi başına önem derecesi az olmakla birlikte, D'nin düzeylerine göre farklı etkiler oluşturmaktadır. Etkileşim grafiğine göre C'nin 1. düzeyi (6 cm) ve D'nin 2. düzeyinin (sertleştirme+nitrürleme) en yüksek yapışma direncini verdiği görülmektedir. Kaplama sertliği ve az da olsa kaplama kalınlığının, bu çalışmada seçilen kaplama parametrelerinde yapışma direncini geliştirdiği görülmekle birlikte, daha yüksek kaplama kalınlıklarında farklı durumların (delaminasyon vb.) ortaya çıkabilmesi de muhtemeldir. Ayrıca, taban malzemesi yüzey pürüzlülüğü, yüzey kirliliği vb. faktörlerin de yapışma direnci üzerinde etkili olduğu unutulmamalıdır. Sonuç olarak, sertleştirme+nitrürleme işlemi uygulanmış parçaların, düşük azot basıncında (0.3 mtorr) ve hedefe yakın mesafede (6 cm) kaplanmalarının yüksek sertlik gibi en iyi kaplama yapışma direncini de verdiği tespit edilmiştir.

Tablo 5.18. CD Etkileşimi.

C: Hedef-Taban Malzemesi Mesafesi	**D: Taban Malzemesine Uygulanan İşlem**	
	1	**2**
1	108.0; 73.9; 54.7; 58.5 Ortalama C_1D_1=**73.78**	129.4; 131.2; 146.5; 110.2 Ortalama C_1D_2=**129.33**
2	89.7; 81.2; 90.9; 80.9 Ortalama C_2D_1=**85.68**	113.6; 109.5; 126.6; 95.6 Ortalama C_2D_2=**111.33**

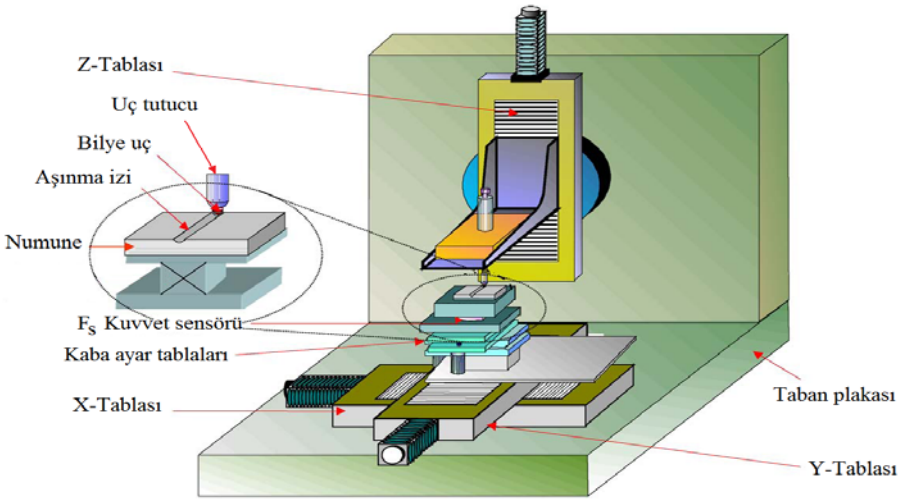


Şekil 5.49. Kritik yük (L_c) CD etkileşimi.

5.5. Aşınma Testleri

5.5.1. Aşınma Test Yöntemi

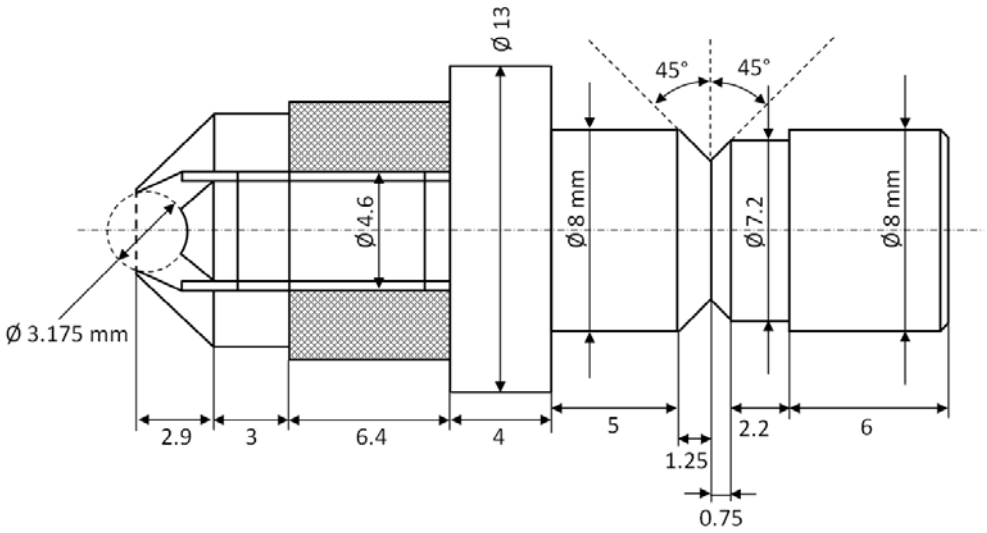
Aşınma deneylerinde, CSEM-Revetest çizik test cihazı çok-geçişli (multi-pass) kayma aşınması deney düzeneği olarak kullanılmıştır. Literatürde benzer sistemler kullanılarak yapılan çalışmalar mevcuttur [105-107]. Cihazın prensip şeması Şekil 5.50'de gösterilmektedir. Cihazda, F_N normal kuvveti ve tabla ilerleme hızı bilgisayar kontrollü olup, kayma mesafesi mesafe sensörüyle kontrol edilmektedir. Ayrıca, F_s sürtünme kuvveti kayma mesafesine bağlı olarak eş zamanlı olarak kaydedilebilmektedir. Aşındırma elemanı olarak, 3.175 mm çapında Al_2O_3 seramik bilyeler (1365 HV) kullanılmış olup, aşındırma elemanının özellikleri Tablo 5.19'da özetlenmektedir. Özel tutucusuna (Şekil 5.51) yerleştirilen aşındırma elemanına vidalı sistemle uygulanan baskı sayesinde yuvarlanma riski ortadan kaldırılmış, böylece kayma aşınma şartının oluşması sağlanmıştır. İstenilen normal kuvvet, kayma hızı ve kayma mesafesine bağlı olarak bilyenin numune üzerindeki hareketini tamamlamasının ardından, uç otomatik olarak başlama noktasına geri dönmekte ve ikinci geçiş bilgisayar kontrollü olarak başlatılmaktadır. Aşındırma elemanı-numune temas geometrisi ve kuvvetler Şekil 5.52a'da, aşındırma elemanının izlediği yol Şekil 5.52b'de gösterilmektedir. Aşınmanın ölçüsü olarak aşınma hacimleri kullanılarak hesaplanan aşınma oranı değerleri dikkate alınmıştır. Bu sistemle, hassas koşullarda alüminyum ekstrüzyonun simüle edilmesi amaçlanmıştır.



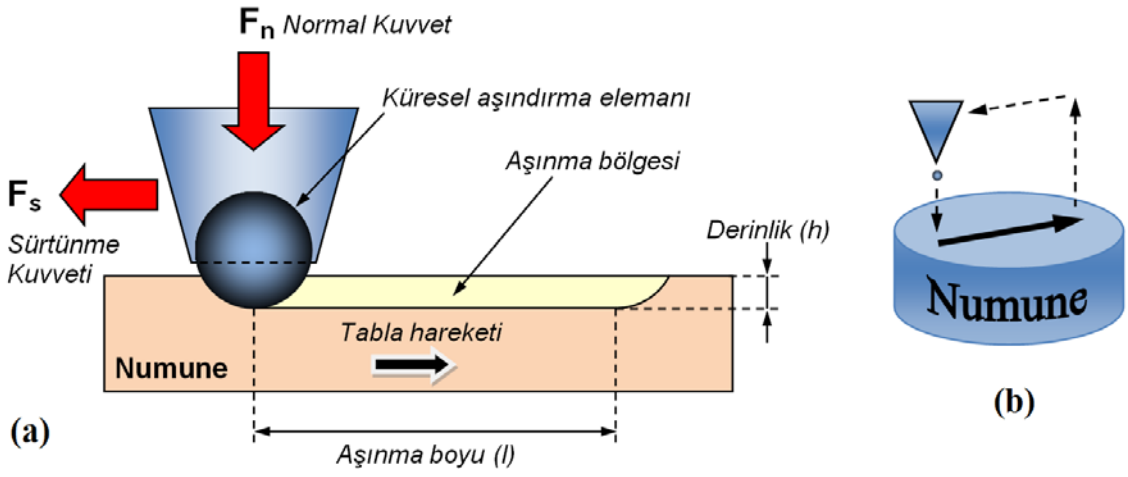
Şekil 5.50. Aşınma testleri için kullanılan CSEM-Revetest çizik test cihazının prensip şeması ([105] no'lu referanstan modifiye edilmiştir).

Tablo 5.19. Seramik Aşındırma Elemanının Özellikleri.

Özellik	Açıklama	Fotoğraf
Malzeme	Al_2O_3	
Şekil	Küre	
Çap (mm)	3.175	
Çap Toleransı (mm)	+/- .0025	
Sertlik (HV)	1365	
Mak. Kullanım Sıcaklığı (°C)	1749	
Basma Mukavemeti (GPa)	2.275	
Elastiklik Modülü (GPa)	372.32	
Firma	Boca-Bearings	



Şekil 5.51. Aşınma deneylerinde kullanılan uç tutucu.



Şekil 5.52. a) Aşınma deneyleri için kullanılan aşındırma elemanı-numune temas geometrisi ve kuvvetler, b) aşındırma elemanının izlediği yol.

Aşınma hacimlerinin hesaplanmasında, "Tribotechnic" firmasının Rugosimeter aşınma profili ölçme cihazı kullanılmıştır (Şekil 5.53). Cihazla, aşınma izi kesit alanı özel bir yazılım kullanılarak otomatik olarak hesaplanabilmekte olup, ± %3'lük hassasiyet sağlanabilmektedir (2 μm aşınma iz derinliği için, hassasiyet 0.06 μm). Aşınma testlerinde, 15 N normal yük ve 10 mm/dak kayma hızı kullanılmış olup, kayma mesafesi 2 mm ile sınırlandırılmıştır. Testler, yaklaşık 20-22 °C oda sıcaklığında, açık atmosfer (karşılık gelen nem oranı %50±10) ve kuru şartlarda gerçekleştirilmiştir. Çevrim sayısı 100 olup, testler için L16 deney sistemi kullanılmıştır.



Şekil 5.53. Rugosimeter profil ölçme cihazı.

5.5.2. Aşınma Testi Sonuçları

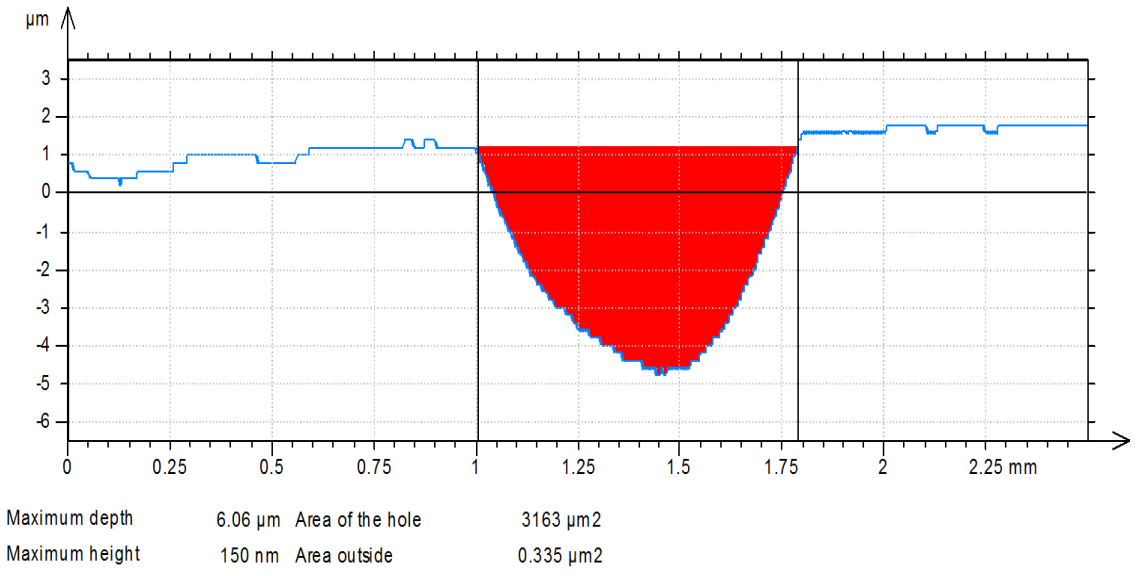
100 olan çevrim sayısına, yapılan ön testler sonucu, sürtünme kuvvetlerindeki değişimin nispeten sabit kalmasıyla karar verilmiştir. Testler sonucu elde edilen aşınma izi kesit alanları, aşınma hacimleri ve aşınma oranları Tablo 5.20'de özetlenmektedir. Aşınma izi kesit alanları, Rugosimeter profil ölçme cihazı ile iz boyunca farklı bölgelerden ölçülen 4 ölçüm sonucunun ortalaması alınarak hesaplanmıştır. Aşınma hacimleri, ortalama aşınma izi kesit alanı ile toplam aşınma boyunun (2 mm) çarpılması ile belirlenmiştir. Aşınma izi başlangıç ve bitiş bölgelerinde, küresel aşındırma elemanının temasından kaynaklanan bölgeler aşınma hacmi hesabında ihmal edilmişlerdir. Aşınma oranları, eşitlik 5.1'deki gibi hesaplanmıştır. Eşitlikte, V_w aşınma hacmi (mm^3), F_n normal kuvvet (15 N), a ise toplam kayma mesafesini (0.002 m x 100 çevrim = 0.2 m) ifade etmektedir. Örnek bir aşınma izi kesit profili ve kesit alanı hesabı Şekil 5.54'te, TiAlN kaplanmış numunelerin aşınma testi sonucu elde edilen çevrim sayısına bağlı sürtünme katsayıları ise Tablo 5.21'de verilmektedir.

$$\text{Aşınma Oranı } \left(\text{mm}^3/\text{N.m}\right) = \frac{\text{Aşınma Hacmi } (\text{mm}^3)}{\text{Temas Enerjisi } (\text{N.m})} = \frac{V_w}{F_n.a} \qquad (5.1)$$

Tablo 5.20. TiAlN Kaplanmış Numunelerin Aşınma Testi Sonucu Elde Edilen Aşınma İzi Kesit Alanları, Aşınma Hacimleri ve Aşınma Oranları (100 çevrim).

Sıra No	Bias Voltajı (-V)	N_2 Basıncı (mtorr)	Hedef-Taban Malzemesi Mesafesi (cm)	Taban Malz. Uygulanan İşlem	Aşınma İzi Kesit Al. (μm^2)	Aşınma Hacmi ($x10^3$ μm^3)	Aşınma Oranı ($x10^{-6}$ $mm^3/N.m$)
1	0	0.3	6	Sertleştirme	233.50	467	155.67
2	0	0.3	6	Sert.+Nitrür.	151.75	303.5	101.17
3	0	0.3	21	Sertleştirme	6017.25	12034.5	4011.50
4	0	0.3	21	Sert.+Nitrür.	356.25	712.5	237.50
5	0	1.2	6	Sertleştirme	3104.75	6209.5	2069.83
6	0	1.2	6	Sert.+Nitrür.	553.75	1107.5	369.17
7	0	1.2	21	Sertleştirme	5083	10166	3388.67
8	0	1.2	21	Sert.+Nitrür.	160.25	320.5	106.83
9	200	0.3	6	Sertleştirme	120.75	241.5	80.50
10	200	0.3	6	Sert.+Nitrür.	957.75	1915.5	638.50
11	200	0.3	21	Sertleştirme	290.25	580.5	193.50
12	200	0.3	21	Sert.+Nitrür.	267.50	535	178.33
13	200	1.2	6	Sertleştirme	10764.50	21529	7176.33
14	200	1.2	6	Sert.+Nitrür.	729.25	1458.5	486.17
15	200	1.2	21	Sertleştirme	3008.25	6016.5	2005.50
16	200	1.2	21	Sert.+Nitrür.	142.50	285	95.00

F_n=15 N, V=10 mm/dak, l=2mm, aşındırma elemanı=Ø3.175 mm Al_2O_3 bilye



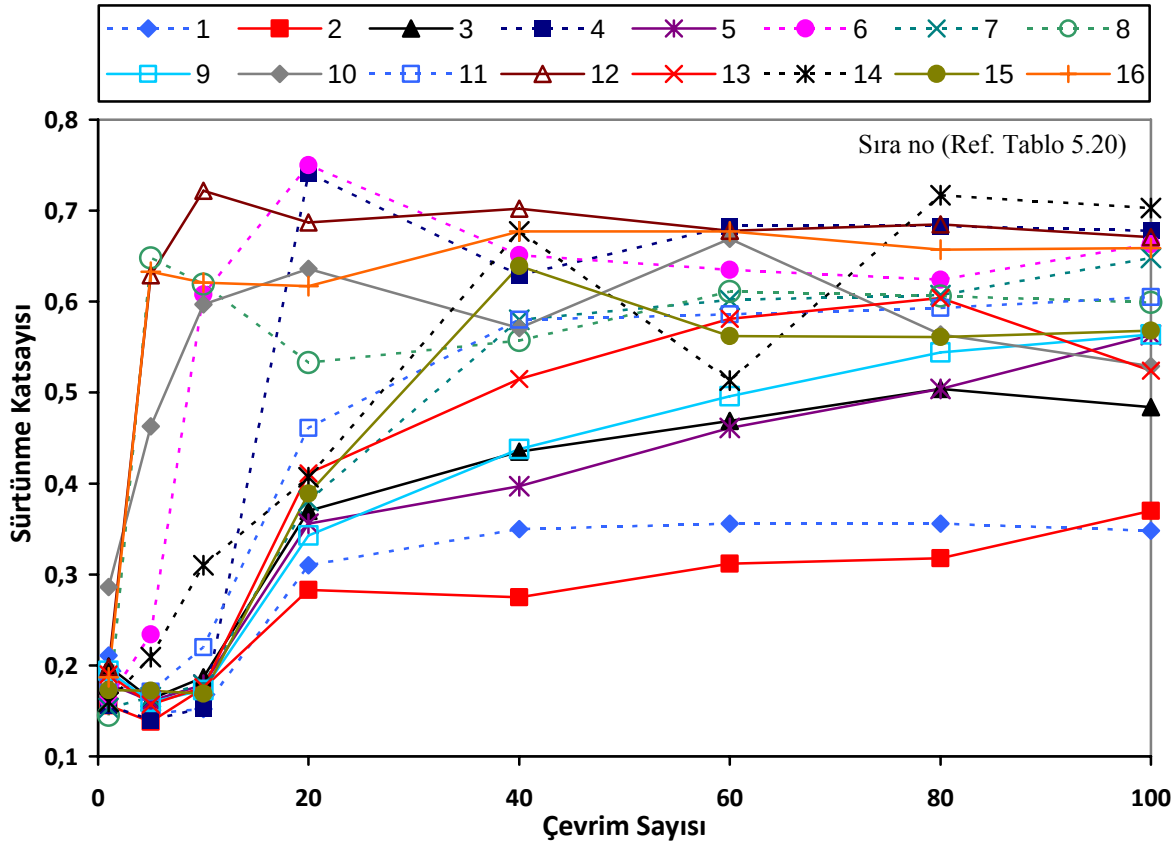
Şekil 5.54. 0 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi kesit profili.

Tablo 5.21. TiAlN Kaplanmış Numunelerin Aşınma Testi Sonucu Elde Edilen Çevrim Sayısına Bağlı Sürtünme Katsayıları.

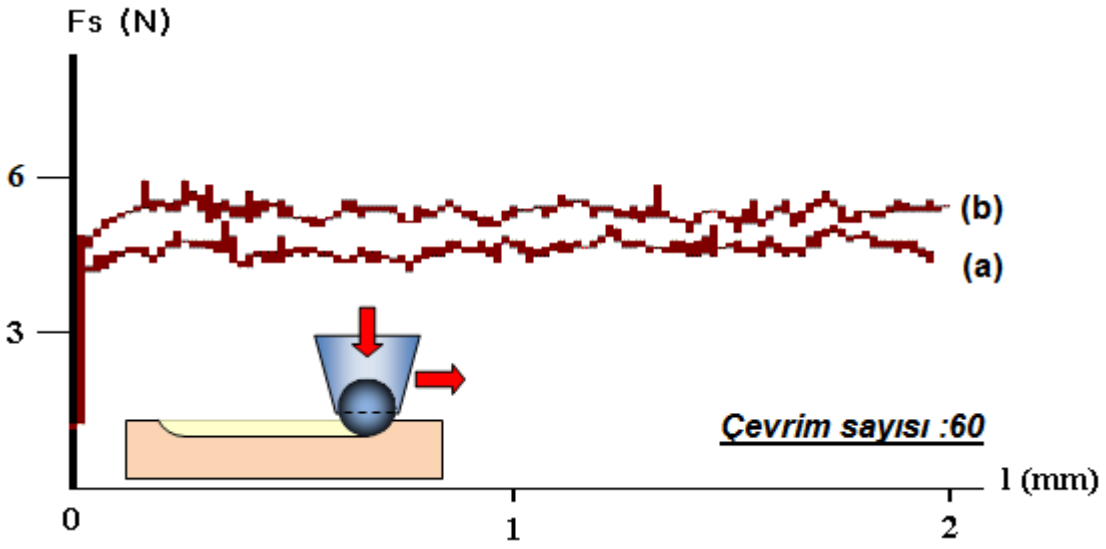
Sıra No*	Sürtünme Katsayıları (μ)							
	Çevrim Sayısı							
	1	5	10	20	40	60	80	100
1	0.211	0.147	0.152	0.310	0.350	0.356	0.356	0.348
2	0.156	0.138	0.175	0.283	0.275	0.312	0.318	0.370
3	0.199	0.163	0.187	0.370	0.435	0.469	0.504	0.484
4	0.156	0.140	0.153	0.741	0.629	0.683	0.683	0.678
5	0.180	0.161	0.179	0.356	0.397	0.461	0.504	0.563
6	0.162	0.234	0.608	0.750	0.651	0.635	0.624	0.663
7	0.153	0.165	0.179	0.381	0.580	0.602	0.607	0.648
8	0.145	0.648	0.619	0.533	0.557	0.611	0.606	0.599
9	0.194	0.160	0.173	0.343	0.438	0.496	0.544	0.564
10	0.286	0.463	0.597	0.636	0.571	0.669	0.564	0.529
11	0.180	0.171	0.220	0.461	0.580	0.586	0.593	0.605
12	0.198	0.629	0.722	0.687	0.702	0.678	0.685	0.671
13	0.190	0.157	0.176	0.411	0.515	0.581	0.604	0.524
14	0.160	0.209	0.310	0.407	0.677	0.513	0.717	0.703
15	0.173	0.172	0.169	0.389	0.639	0.562	0.561	0.568
16	0.187	0.633	0.621	0.617	0.677	0.677	0.657	0.659

* Ref. Tablo 5.20

Şekil 5.55'te, sürtünme katsayılarının çevrim sayısına göre değişimleri verilmektedir. Grafikler incelendiğinde, genel olarak 1. çevrimden 5. çevrime geçerken sürtünme katsayılarında bir azalma, ardından ise bir artış olduğu dikkati çekmektedir. Yaklaşık 20-40 çevrim sonrasında ise sürtünme katsayıları nispeten sabit kalmaktadır. Bunun sebebi, numune ve aşındırma elemanı yüzey pürüzlülüklerinin ilk çevrimlerde yüksek sürtünme değerleri vermesi, ardından temas eden yüzeylerin birbirine alışması ile sürtünme direncinin azalmasıyla açıklanabilir. İlerleyen çevrim sayılarında artan aşınma ile sürtünme katsayıları da bir sınır değere kadar artış eğilimine girmekte, aşınma oranındaki azalma ile (temas alanının artması, oksidasyon vb. sebeplerle) sürtünme katsayılarındaki değişim de düşük seviyelere inmektedir. 0 V bias voltajı, 0.3 mtorr azot basıncı ve 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış sertleştirilmiş+nitrürlenmiş ve sertleştirilmiş H13 numunelerin aşınma testi sonucu elde edilen, 60. çevrimdeki sürtünme kuvveti-kayma mesafesi grafikleri Şekil 5.56'da görülmektedir.

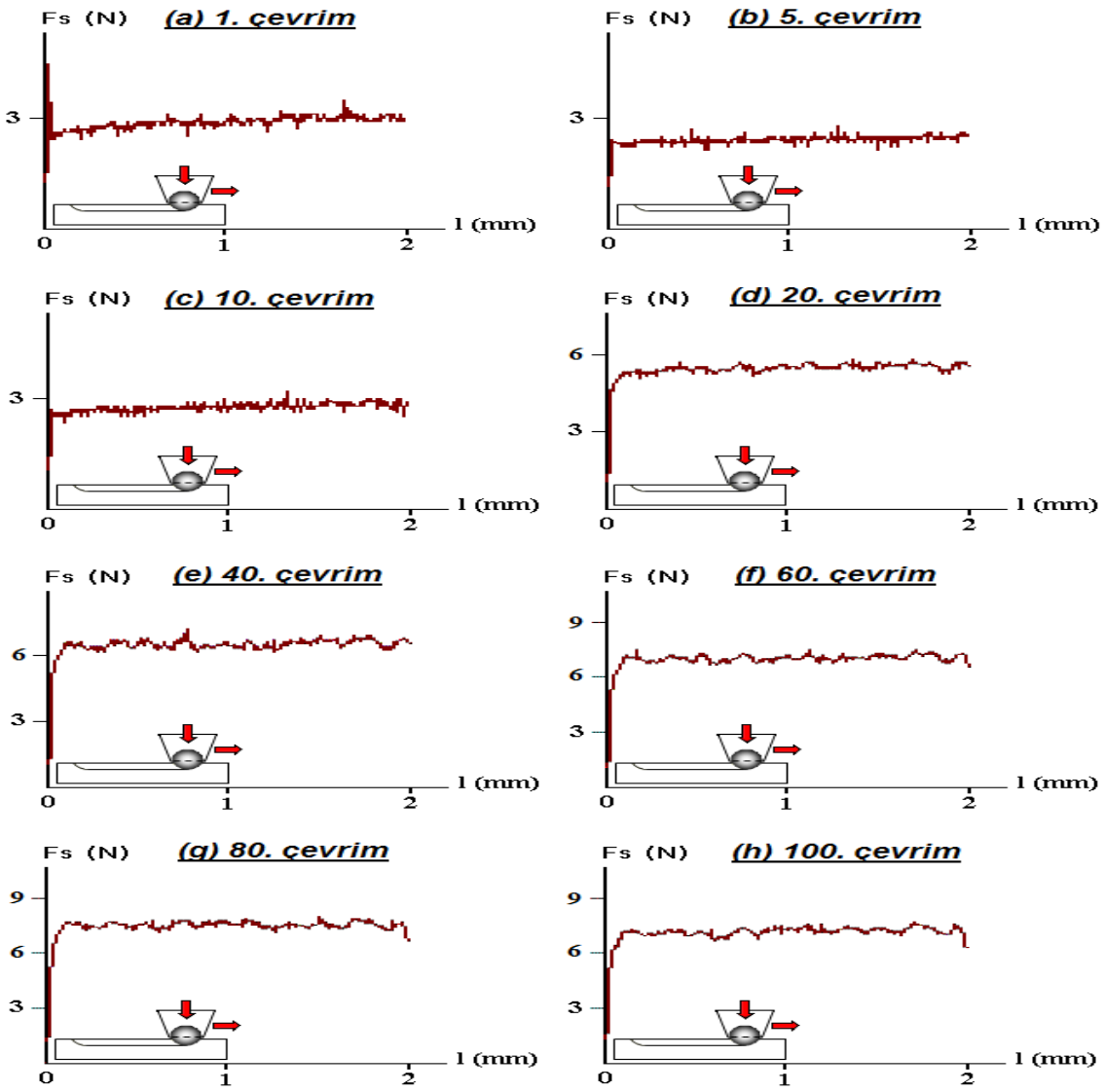


Şekil 5.55. Farklı şartlarda TiAlN kaplanmış numunelerin sürtünme katsayılarının çevrim sayısına göre değişimleri.



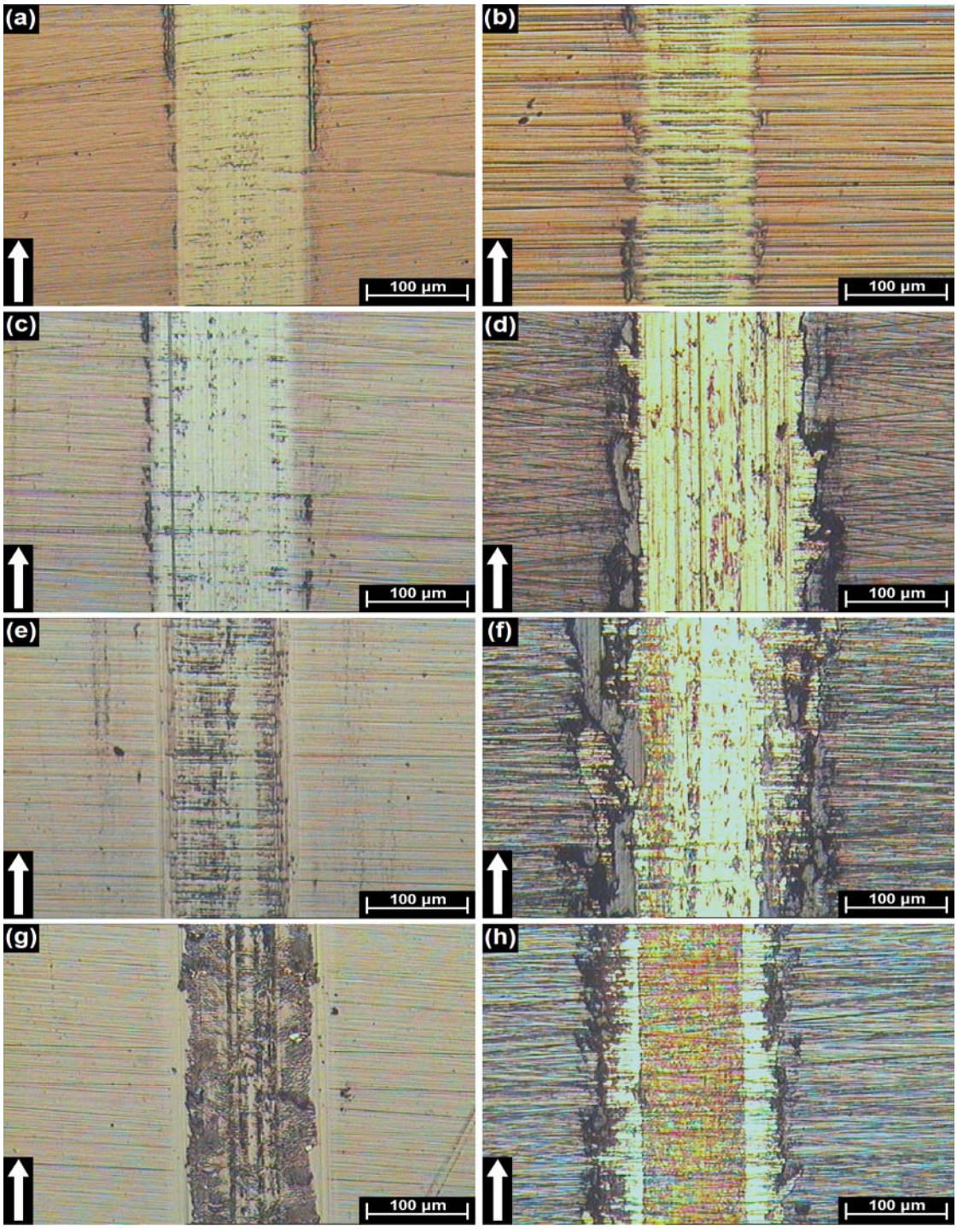
Şekil 5.56. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış a) sertleştirilmiş+nitrürlenmiş, b) sertleştirilmiş H13 numunelerin aşınma testi sonucu elde edilen, 60. çevrimdeki sürtünme kuvveti-kayma mesafesi grafikleri.

0 V bias voltajı, 0.3 mtorr azot basıncı ve 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma testi sonucu elde edilen, çevrim sayısına bağlı sürtünme kuvveti-kayma mesafesi grafikleri ise Şekil 5.57'de verilmektedir. Sürtünme kuvvetleri, 5. çevrimde azalmakta, ardından ise yukarıda bahsedilen sebepten dolayı tekrar artış eğilimine girmektedir. 0 V bias voltajı, 0.3 mtorr azot basıncı ve 6 cm hedef-taban malzemesi şartlarının, 20. çevrimden itibaren en düşük sürtünme katsayısı değerlerini vermiş olduğu, sertleştirilmiş+nitrürlenmiş numunenin sürtünme katsayısının ise genel olarak daha düşük olduğu tespit edilmiştir (Şekil 5.56).

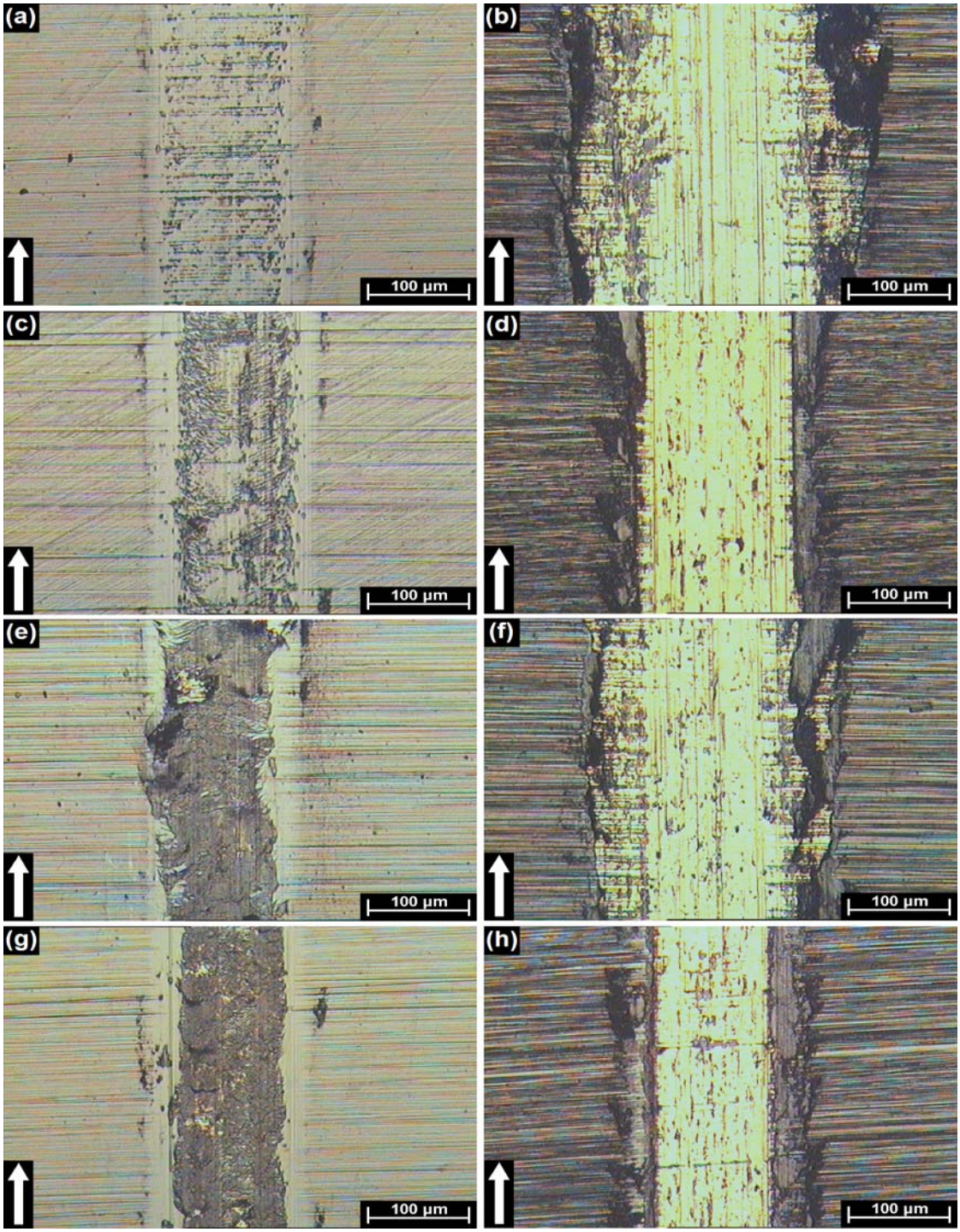


Şekil 5.57. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma testi sonucu elde edilen sürtünme kuvveti-kayma mesafesi grafikleri: a) 1, b) 5, c) 10, d) 20, e) 40, f) 60, g) 80 ve h) 100'üncü çevrim.

Şekil 5.58'de 0 V, Şekil 5.59'da ise -200 V bias voltajında TiAlN kaplanmış H13 numunelerin 100 çevrim sonundaki aşınma izi optik mikroskop görüntüleri görülmektedir (kayma yönü, aşağıdan yukarıya doğru olup, oklarla belirtilmiştir).



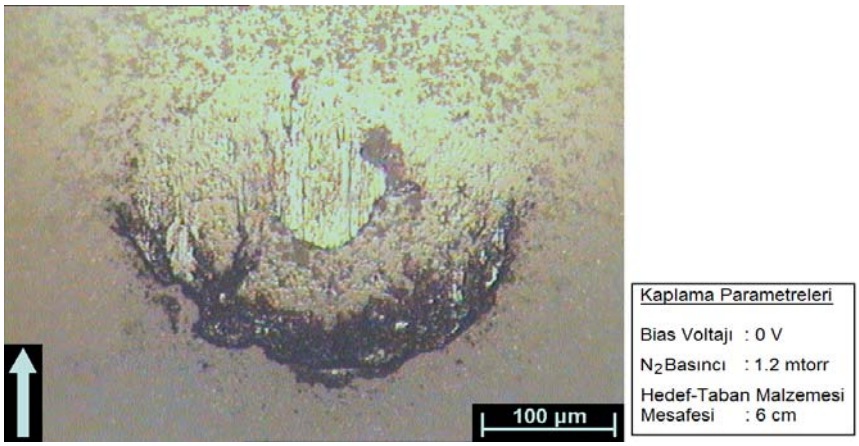
Şekil 5.58. 0 V biasta TiAlN kaplanmış H13 numunelerin aşınma izi optik mikroskop görüntüleri (100 çevrim): Sıra no a) 1, b) 2, c) 3, d) 4, e) 5, f) 6, g) 7, h) 8 (Ref. Tablo 5.20).



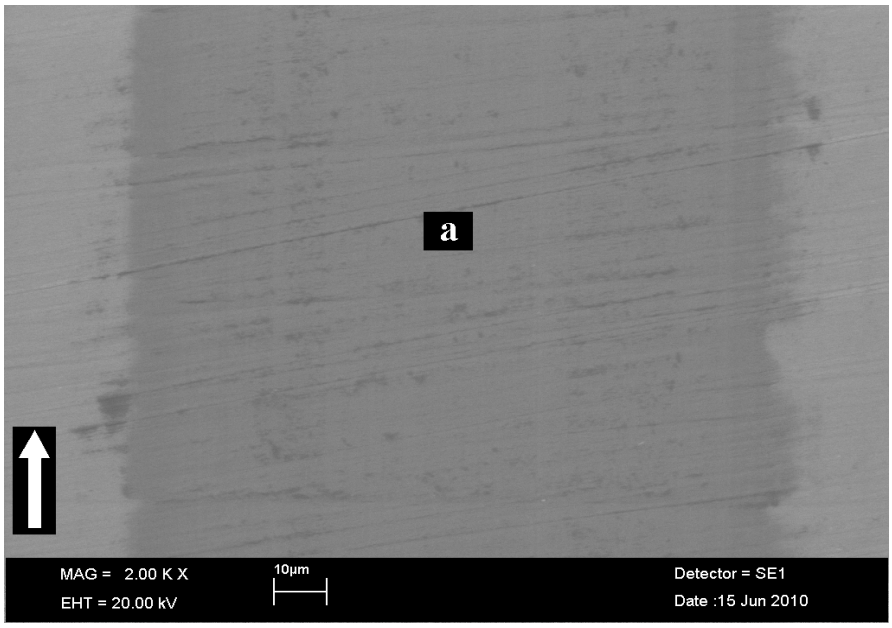
Şekil 5.59. -200 V biasta TiAlN kaplanmış H13 numunelerin aşınma izi optik mikroskop görüntüleri (100 çevrim): Sıra no a) 9, b) 10, c) 11, d) 12, e) 13, f) 14, g) 15, h) 16 (Ref. Tablo 5.20).

Fotoğraflar incelendiğinde, aşınma izlerinin düzgün ve iz genişliklerinin de nispeten homojen olduğu söylenebilir. Özellikle sertleştirilmiş numunelerde aşınma izi kenarlarında kaplamanın abrasif aşınmaya uğradığı ve delaminasyonun oluşmadığı,

nitrürlenmiş numunelerde ise aşınma kenarlarında birikimlerin meydana geldiği göze çarpmaktadır. Aşınma izleri içerisinde ise adhesif ve abrazif aşınma türlerine rastlanılmıştır. Şekil 5.60'ta ise, örnek bir bilyenin aşınma izi optik mikroskop görüntüsü görülmektedir. Şekil 5.61'de, 0 V bias voltajı, 0.3 mtorr azot basıncı ve 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü görülmektedir.

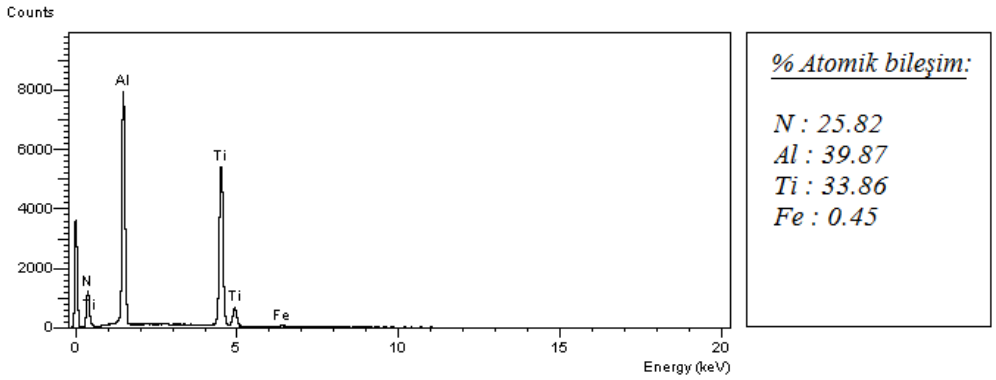


Şekil 5.60. TiAlN kaplanmış nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma testinde kullanılan bilyenin aşınma izi optik mikroskop görüntüsü (100 çevrim).

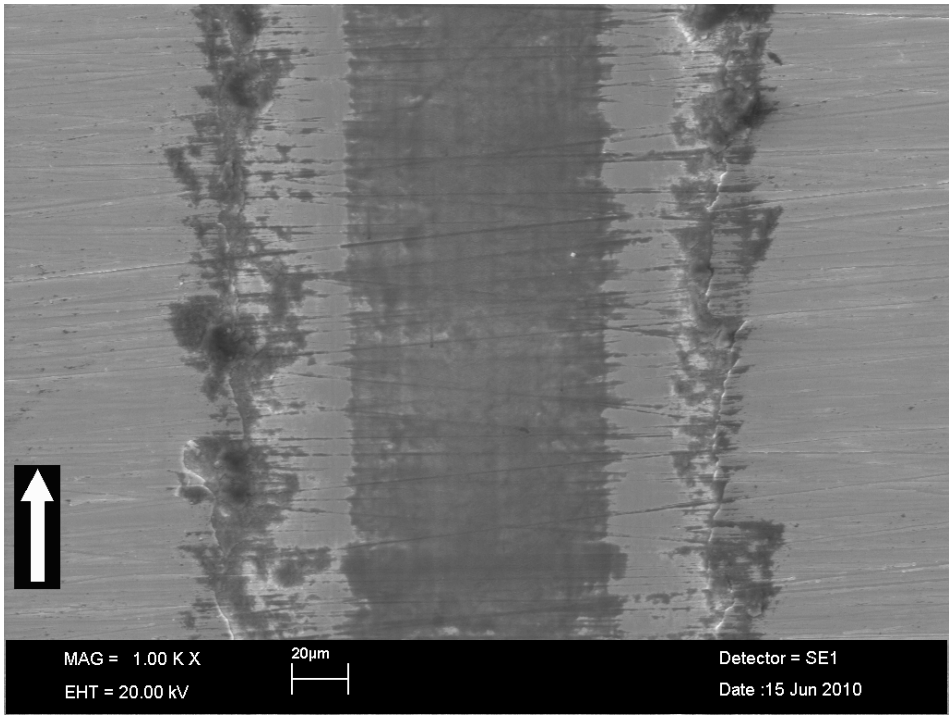


Şekil 5.61. 0 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü (100 çevrim).

Şekil 5.62'de ise, Şekil 5.61'deki a bölgesinin EDX analiz sonucu verilmektedir. Analiz sonucuna göre, kaplamanın taban malzemesinden kalkmadığı ve taban malzemesini aşınmaya karşı korumaya devam ettiği söylenebilir. Şekil 5.63'te, 0 V bias voltajı, 1.2 mtorr azot basıncı ve 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü görülmektedir.

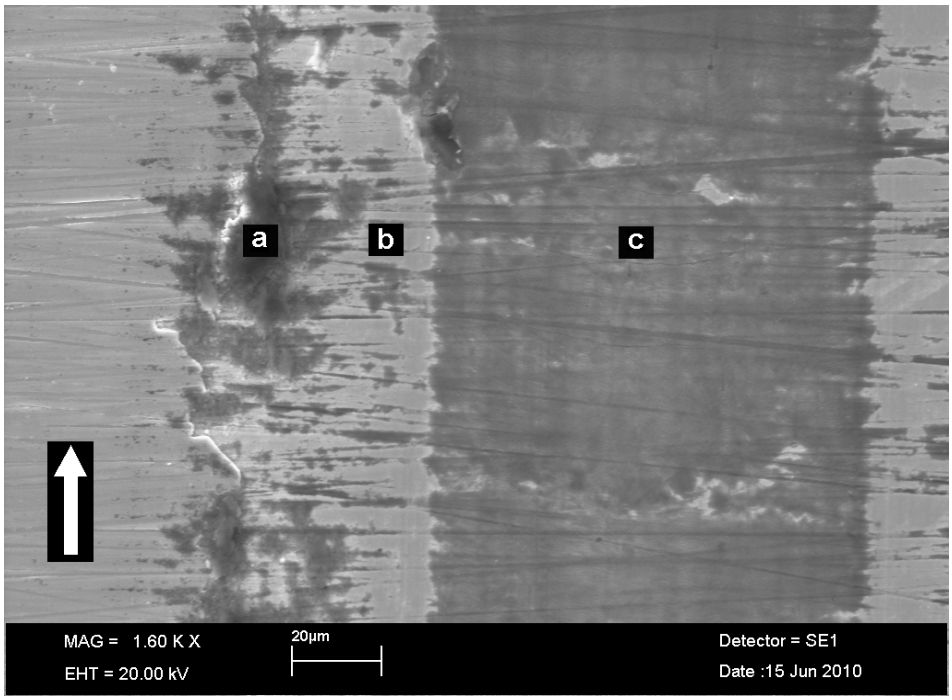


Şekil 5.62. Şekil 5.61'deki a bölgesinin EDX analiz sonucu.



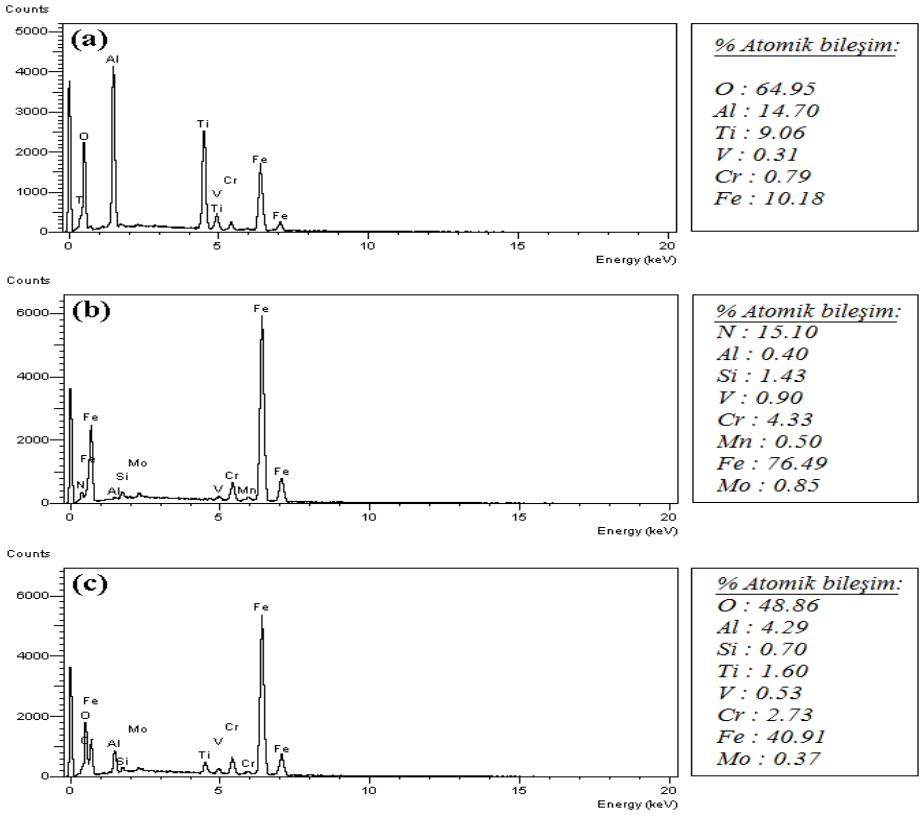
Şekil 5.63. 0 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü (100 çevrim).

Şekil 5.64'te ise, 0 V bias voltajı, 1.2 mtorr azot basıncı ve 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi sol kenar SEM görüntüsü görülmektedir. Şekil 5.65'te, Şekil 5.64'teki a, b ve c noktalarının EDX analiz sonuçları verilmektedir. Analiz sonuçlarına göre, aşınma izi kenar (a) ve iç kısımlarında (c) oksit esaslı birikimlerin oluştuğu söylenebilir. Bu iki bölge arasında ise (b) kaplamanın taban malzemesinden tamamen kalktığı görülmektedir.

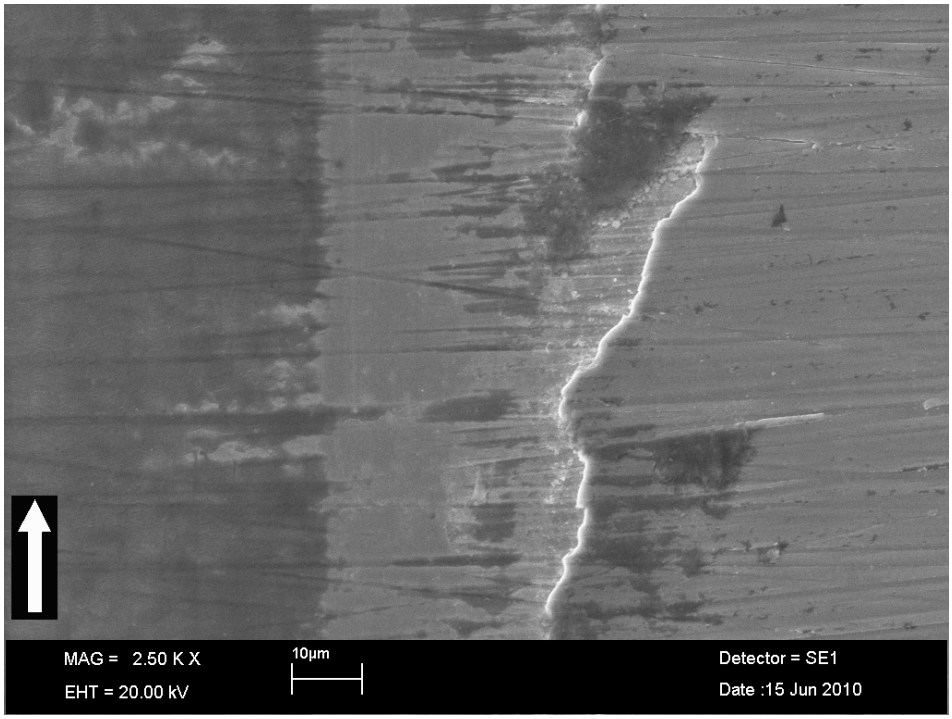


Şekil 5.64. 0 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi sol kenar SEM görüntüsü (100 çevrim).

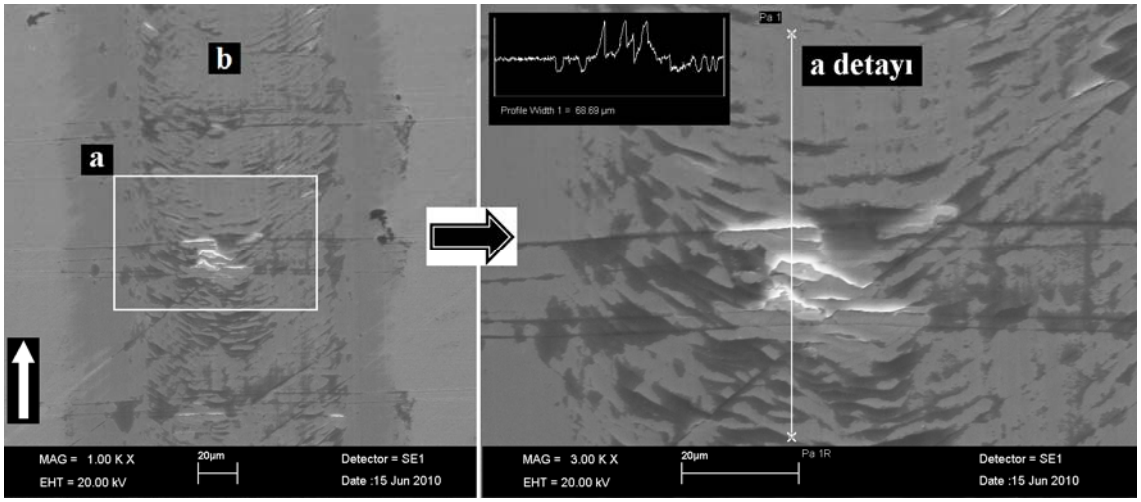
Şekil 5.66'da, 0 V bias voltajı, 1.2 mtorr azot basıncı ve 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi sağ kenar SEM görüntüsü görülmektedir. Şekil 5.67'de, -200 V bias voltajı, 0.3 mtorr azot basıncı ve 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü görülmektedir. Aşınma izi içerisinde tabakalı bölgelerin oluştuğu dikkat çekmektedir. Şekil 5.68'de ise, Şekil 5.67'deki b bölgesinin EDX analiz sonucu verilmektedir. Analiz sonucuna göre aşınma izi içerisinde, titanyum veya alüminyum esaslı oksit yapıların (TiO_2, Al_2O_3 vb.) oluştuğu veya aşındırma elemanından malzeme transferi olduğu sonucuna varılmıştır.



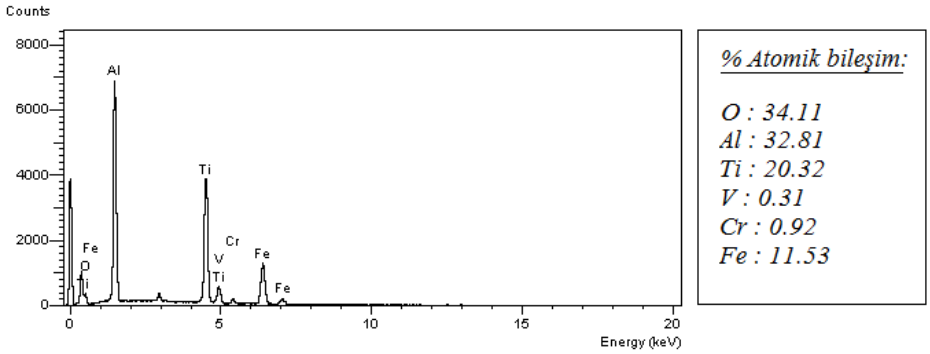
Şekil 5.65. Şekil 5.64'teki a, b ve c noktalarının EDX analiz sonuçları.



Şekil 5.66. 0 V bias-1.2 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi sağ kenar SEM görüntüsü (100 çevrim).

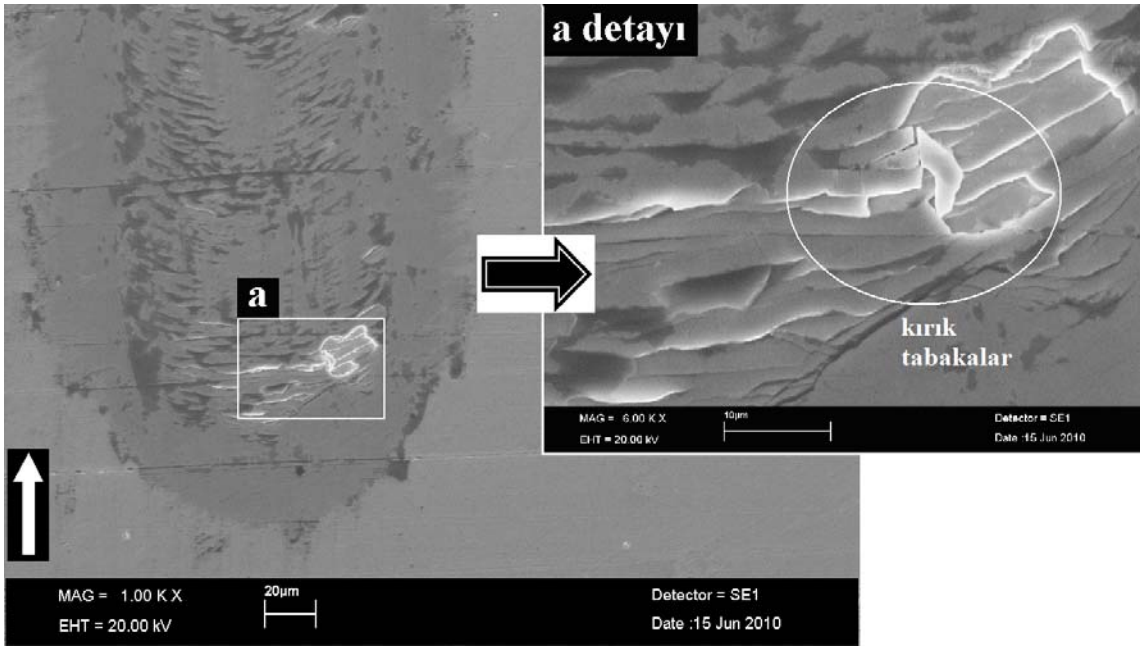


Şekil 5.67. -200 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü (100 çevrim).

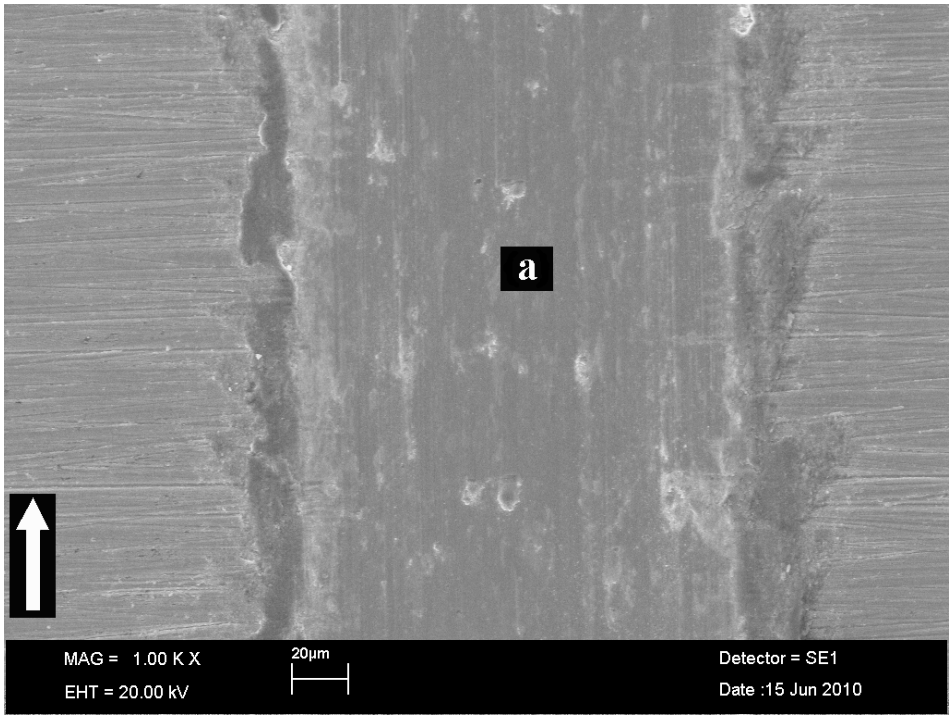


Şekil 5.68. Şekil 5.67'deki b bölgesinin EDX analiz sonucu.

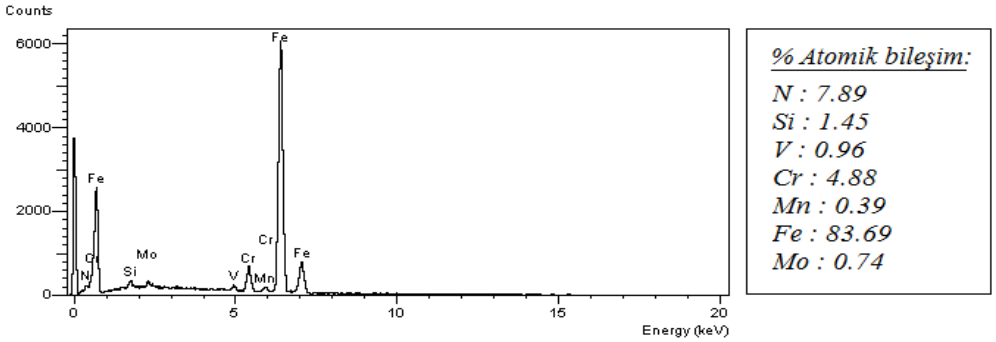
Şekil 5.69'da, -200 V bias voltajı, 0.3 mtorr azot basıncı ve 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi başlangıcı SEM görüntüsü görülmektedir. Aşınma izi içerisinde plastik deformasyonla oluşan tabakalı yapıların, ilerleyen çevrimler esnasında kırılarak yapıdan ayrıldığı görülmektedir (yorulma aşınması). Şekil 5.70'te, -200 V bias voltajı, 0.3 mtorr azot basıncı ve 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü görülmektedir. Şekil 5.71'de ise, Şekil 5.70'teki a bölgesinin EDX analiz sonucu verilmektedir. Analiz sonucuna göre, kaplamanın taban malzemesinden tamamen ayrıldığı ve taban malzemesinin açığa çıktığı söylenebilir.



Şekil 5.69. -200 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, sertleştirilmiş H13 numunenin aşınma izi başlangıcı SEM görüntüsü (100 çevrim).



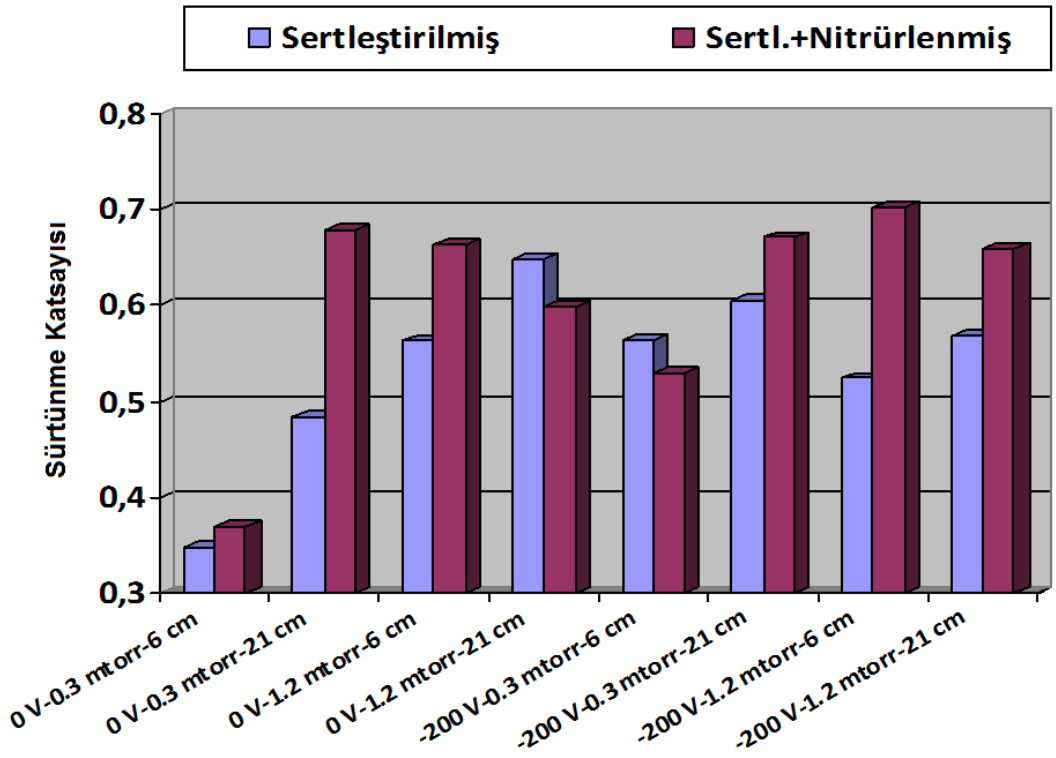
Şekil 5.70. -200 V bias-0.3 mtorr azot basıncı-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde TiAlN kaplanmış, nitrürlenmiş H13 numunenin aşınma izi SEM görüntüsü (100 çevrim).



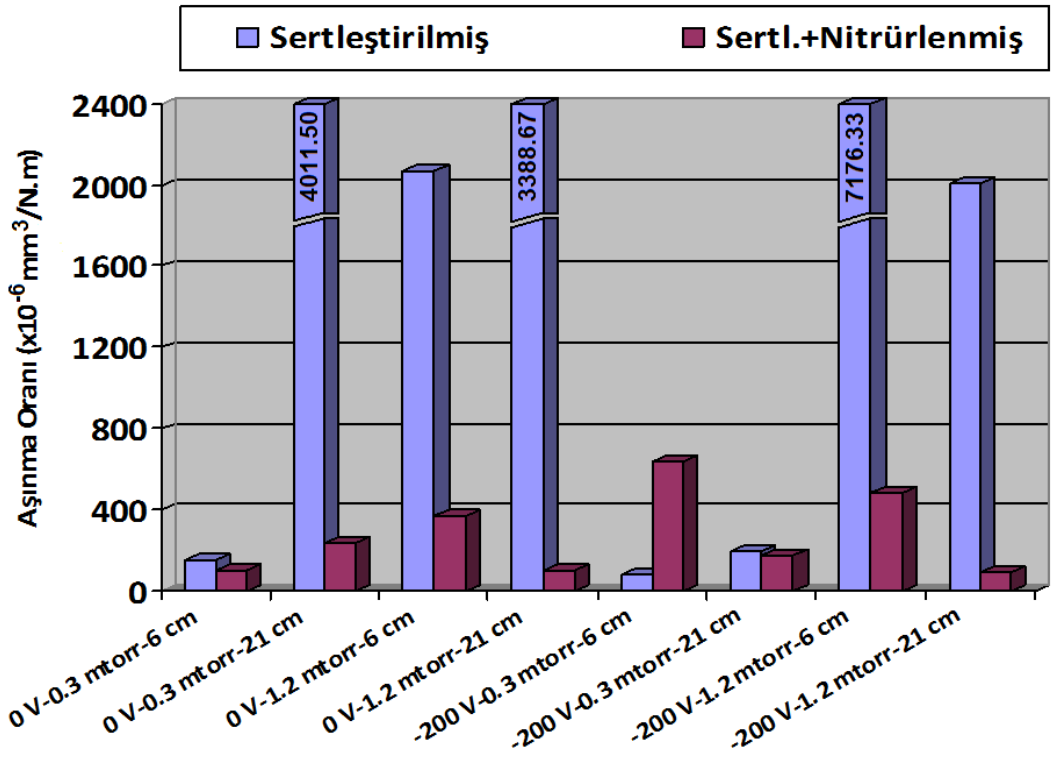
Şekil 5.71. Şekil 5.70'teki a bölgesinin EDX analiz sonucu.

Farklı şartlarda TiAlN kaplanmış numunelerin aşınma testi sonucu (100 çevrim sonunda) elde edilen sürtünme katsayısı ve aşınma oranı grafikleri Şekil 5.72 ve Şekil 5.73'te verilmektedir. Grafiklerden genel olarak, sertleştirilmiş+nitrürlenmiş numunelerin, sadece sertleştirilmiş numunelere göre daha yüksek sürtünme katsayısı değerleri verdiği tespit edilmiştir. Bu durumun, nitrürlenmiş numunelerin daha yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip olmalarından kaynaklandığı düşünülmekte olup, bu sonuç Luo ve arkadaşları [77] ile Yetim'in [89] bulduğu sonuçlarla uyum içindedir. Kaplama öncesi yapılan nitrürleme işlemi yüzey pürüzlülüğünün artmasına sebep olmaktadır.

Sürtünme katsayılarının ayrıca, genel olarak hedef-taban malzemesi mesafesinin artmasıyla arttığı da tespit edilmiştir. Hedef-taban malzemesi mesafesindeki artışın, yüzey pürüzlülüğünü arttırıcı yönde etki gösterdiği bilinmektedir [61]. 1.2 mtorr azot basıncı, bu durum için bir istisna olup, nitrürlenmiş numunelerin sürtünme katsayıları bu basınçta, hedef-taban malzemesi mesafesinin artmasıyla azalmaktadır. Bias voltajının artmasıyla, nitrürlenmiş numunelerin sürtünme katsayıları artarken, sertleştirilmiş numunelerde 1.2 mtorr azot basıncında azalma tespit edilmiştir. Azot basıncının artmasıyla, sertleştirilmiş numunelerin sürtünme katsayıları 0 V bias voltajında artmakta, -200 V bias voltajında ise azalmaktadır. Nitrürlenmiş numunelerde ise, artan azot basıncıyla birlikte, 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde artış, 21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde ise azalma tespit edilmiştir. En düşük sürtünme katsayısı değerlerine; 0 V bias voltajı, 0.3 mtorr azot basıncı ve 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesi değerlerinde ulaşılmıştır. Genel olarak, sertleştirilmiş+nitrürlenmiş numunelerin aşınma dirençlerinin, sadece sertleştirilmiş olanlara göre daha yüksek olduğu sonucu bulunmuştur.



Şekil 5.72. Farklı şartlarda TiAlN kaplanmış numunelerin aşınma testi sonucu elde edilen sürtünme katsayısı değerleri (çevrim sayısı: 100).



Şekil 5.73. Farklı şartlarda TiAlN kaplanmış numunelerin aşınma testi sonucu elde edilen aşınma oranları (çevrim sayısı: 100).

-200 V bias voltajı, 0.3 mtorr azot basıncı ve 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesi şartlarında ise, nitrürlenmiş numunenin aşınma oranının, sertleştirilmiş olana göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Genel olarak, sertleştirilmiş numunelerde hedef-taban malzemesi mesafesinin artmasıyla aşınma oranının da arttığı tespit edilmiştir. Bias voltajındaki artış ile basınçtaki azalma ise aşınma oranını azaltmaktadır. Nitrürlenmiş numunelerde ise değişim nispeten düşük seviyede olmakla birlikte, hedef-taban malzemesi mesafesi ile azot basıncının etkisi genel olarak ters yönde gözükmektedir. Hedef-taban malzemesi mesafesi ve azot basıncındaki artışla aşınma oranı azalmaktadır. Bias voltajı ile ciddi bir değişime rastlanılmamıştır. Sonuçlar, L16 deney sistemi ile de incelenmiştir. Tablo 5.22'de, L16 faktör düzeyleri verilmektedir. Aşınma testi uygulama sonuçları ve L16 hesap tablosu ise sırasıyla Tablo 5.23 ve Tablo 5.24'te görülmektedir.

Tablo 5.22. L16 Faktör Düzeyleri.

Düzey	**A** **Bias Voltajı (-V)**	**B** **N_2 Basıncı (mtorr)**	**C** **Hedef-Taban Malzemesi Mesafesi (cm)**	**D** **Taban Malzemesine Uygulanan İşlem**
Alt	0	0.3	6	Sertleştirme
Üst	200	1.2	21	Sert.+nitrürleme

Tablo 5.23. Aşınma Testi Uygulama Sonuçları.

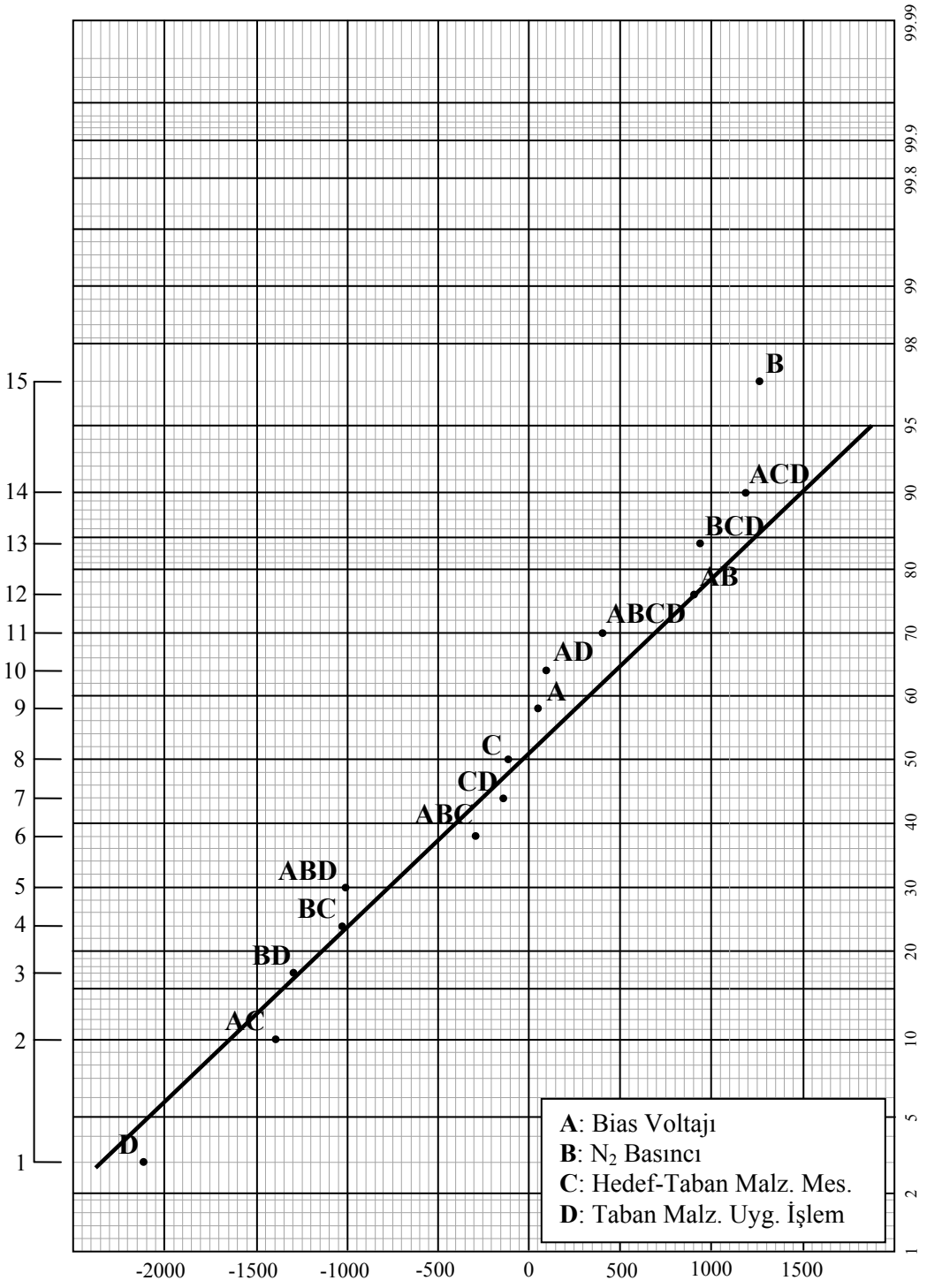
Standart Sıra	**Rassal Sıra**	**A** **Bias Voltajı (-V)**	**B** **N_2 Basıncı (mtorr)**	**C** **Hedef-Taban Malzemesi Mesafesi (cm)**	**D** **Taban Malzemesine Uygulanan İşlem**	**Y_2** **Aşınma Oranı (x10^{-6} mm^3/N.m)**
1	7	0	0.3	6	Sertleştirme	155.67
2	8	0	0.3	6	Sert.+Nitrür.	101.17
3	5	0	0.3	21	Sertleştirme	4011.50
4	6	0	0.3	21	Sert.+Nitrür.	237.50
5	3	0	1.2	6	Sertleştirme	2069.83
6	4	0	1.2	6	Sert.+Nitrür.	369.17
7	2	0	1.2	21	Sertleştirme	3388.67
8	1	0	1.2	21	Sert.+Nitrür.	106.83
9	9	200	0.3	6	Sertleştirme	80.50
10	10	200	0.3	6	Sert.+Nitrür.	638.50
11	13	200	0.3	21	Sertleştirme	193.50
12	14	200	0.3	21	Sert.+Nitrür.	178.33
13	11	200	1.2	6	Sertleştirme	7176.33
14	12	200	1.2	6	Sert.+Nitrür.	486.17
15	16	200	1.2	21	Sertleştirme	2005.50
16	15	200	1.2	21	Sert.+Nitrür.	95.00

Tablo 5.24. Aşınma Testi L16 Hesap Tablosu.

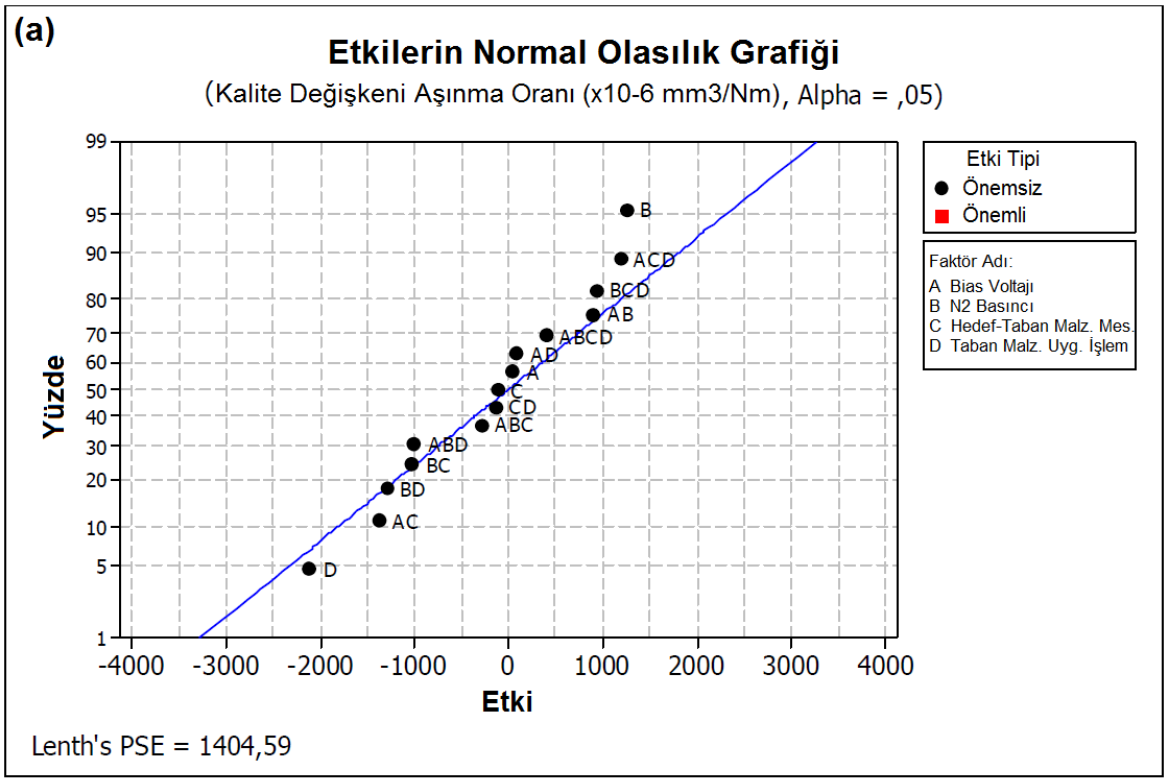
STANDART SIRA	Gözlem Değerix10^{-6}	A		B		C		D		AB		AC		AD		BC		BD		CD		ABC		ABD		ACD		BCD		ABCD	
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
1	a: 155.67	a		a		a		a			a		a		a		a		a		a	a		a		a		a			a
2	b: 101.17	b		b		b			b		b		b	b			b	b		b		b			b		b		b	b	
3	c: 4011.50	c		c			c	c			c	c			c	c			c	c			c	c			c		c	c	
4	d: 237.50	d		d			d		d		d	d		d		d		d			d		d		d	d		d			d
5	e: 2069.83	e			e	e		e		e			e		e	e		e			e		e		e	e			e	e	
6	f: 369.17	f			f	f			f	f			f	f		f			f	f			f	f			f	f			f
7	g: 3388.67	g			g		g	g		g		g			g		g	g		g		g			g		g	g			g
8	h: 106.83	h			h		h		h	h		h		h			h		h		h	h		h		h			h	h	
9	j: 80.50		j	j		j		j		j		j		j			j		j		j		j		j		j	j		j	
10	k: 638.50		k	k		k			k	k		k			k		k	k		k			k	k		k			k		k
11	l: 193.50		l	l			l	l		l			l	l		l			l	l		l			l	l			l		l
12	m: 178.33		m	m			m		m	m			m		m	m		m			m	m		m			m	m		m	
13	n: 7176.33		n		n	n		n			n	n		n		n		n			n	n		n			n		n		n
14	o: 486.17		o		o	o			o		o	o			o	o			o	o		o			o	o		o		o	
15	p: 2005.50		p		p		p	p			p		p	p			p	p		p			p	p		p		p		p	
16	r: 95.00		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r		r
TOPLAM	**21294.17**	10440.34	10853.83	5596.67	15697.5	11077.34	10216.83	19081.5	2212.67	7025.33	14268.84	16126	5168.17	10270.5	11023.67	14722.33	6571.84	15795.83	5498.34	11194.18	10099.99	11786.67	9507.5	14641.83	6652.34	5893.5	15400.67	6901.51	14392.66	9039.83	12254.34
SAYI	**16**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**	**8**
ORTALAMA	**1330.89**	1305.04	1356.73	699.58	1962.19	1384.67	1277.10	2385.19	276.58	878.17	1783.61	2027	646.02	1283.81	1377.96	1840.29	821.48	1974.48	687.29	1399.27	1262.50	1473.33	1188.44	1830.23	831.54	736.69	1925.08	862.69	1799.08	1129.98	1531.79
ETKİ		51.69		1262.61		-107.57		-2108.61		905.44		-1380.98		94.15		-1018.81		-1287.19		-136.77		-284.89		-998.69		1188.39		936.39		401.81	
SIRA		**9**		**15**		**8**		**1**		**12**		**2**		**10**		**4**		**3**		**7**		**6**		**5**		**14**		**13**		**11**	

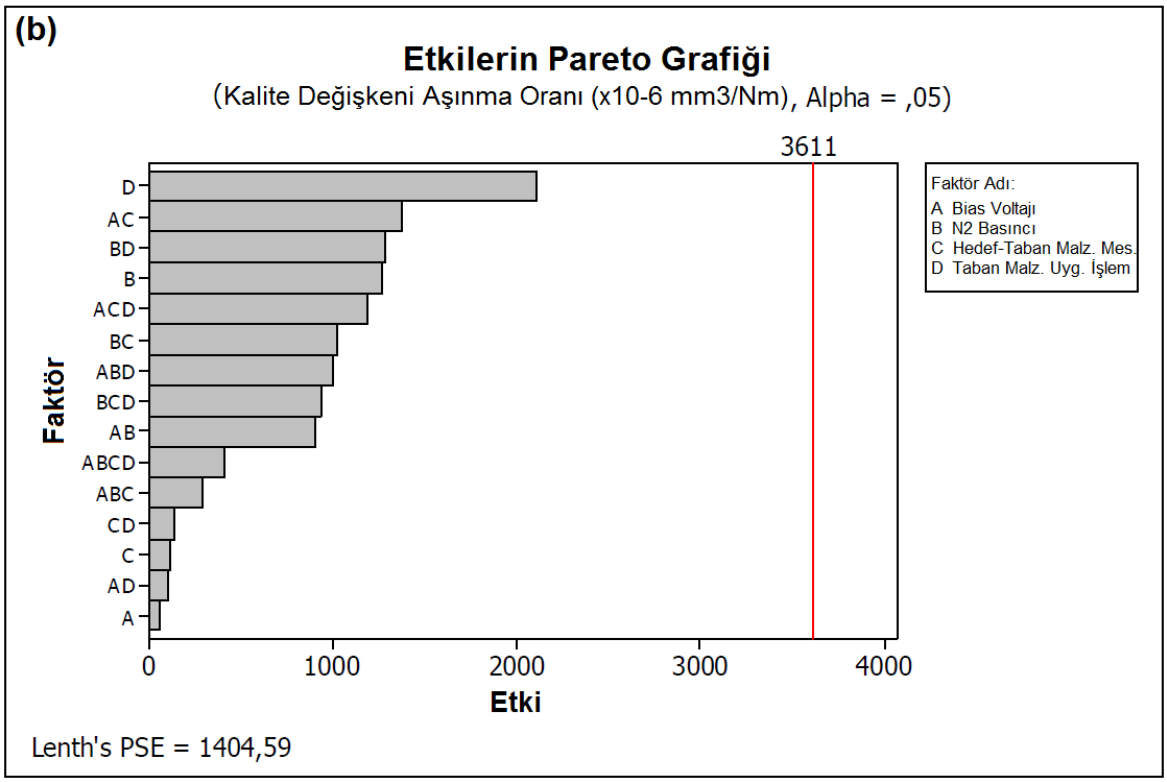
L16 deney sonuçları, “en küçük en iyi” kalite değişkenine göre yorumlanmıştır. Aşınma oranları için L16 normal olasılık grafiği Şekil 5.74’te verilmektedir. Sonuçlar, Minitab-14 programı ile de kontrol edilmiştir. Minitab-14 programı ile elde edilen, aşınma oranları için L16 normal olasılık grafiği Şekil 5.75a’da, faktör ve etkileşimlerin etki değerleri ise Şekil 5.75b’de görülmektedir. Minitab-14 programı ile elde edilen ana etki grafikleri ve etkileşim grafikleri ise sırasıyla Şekil 5.76a ve b’de verilmektedir. Aşınma oranları için çizilen L16 normal olasılık grafiğine göre (Şekil 5.74 ve Şekil 5.75a ve b), genel olarak etki değerleri düşük olmakla birlikte, en etkili parametrenin D, yani taban

malzemesine uygulanan işlem olduğu tespit edilmiştir. Dubleks işlem, taban malzemesinin yük taşıma kapasitesini arttırarak aşınma direncini geliştirmektedir. 2. Derecede öneme sahip parametre azot basıncı olarak bulunmuş olup, düşük azot basıncının (0.3 mtorr) aşınma direncini geliştirdiği tespit edilmiştir.

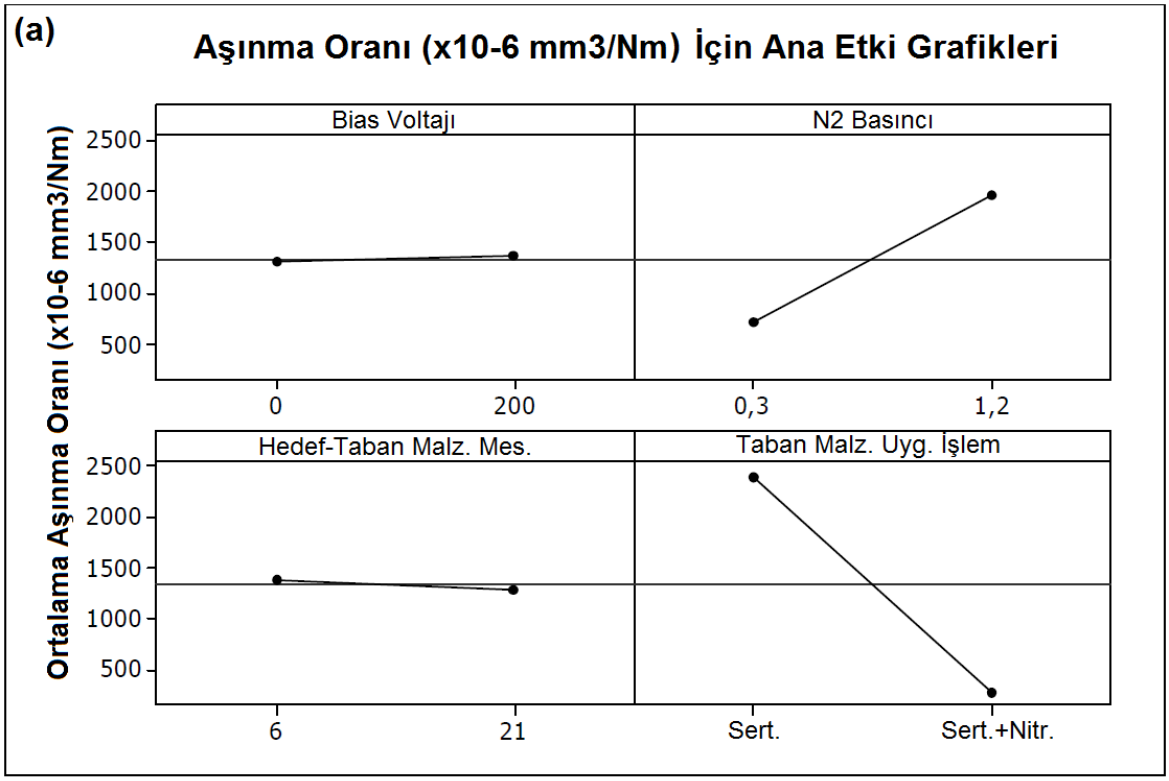


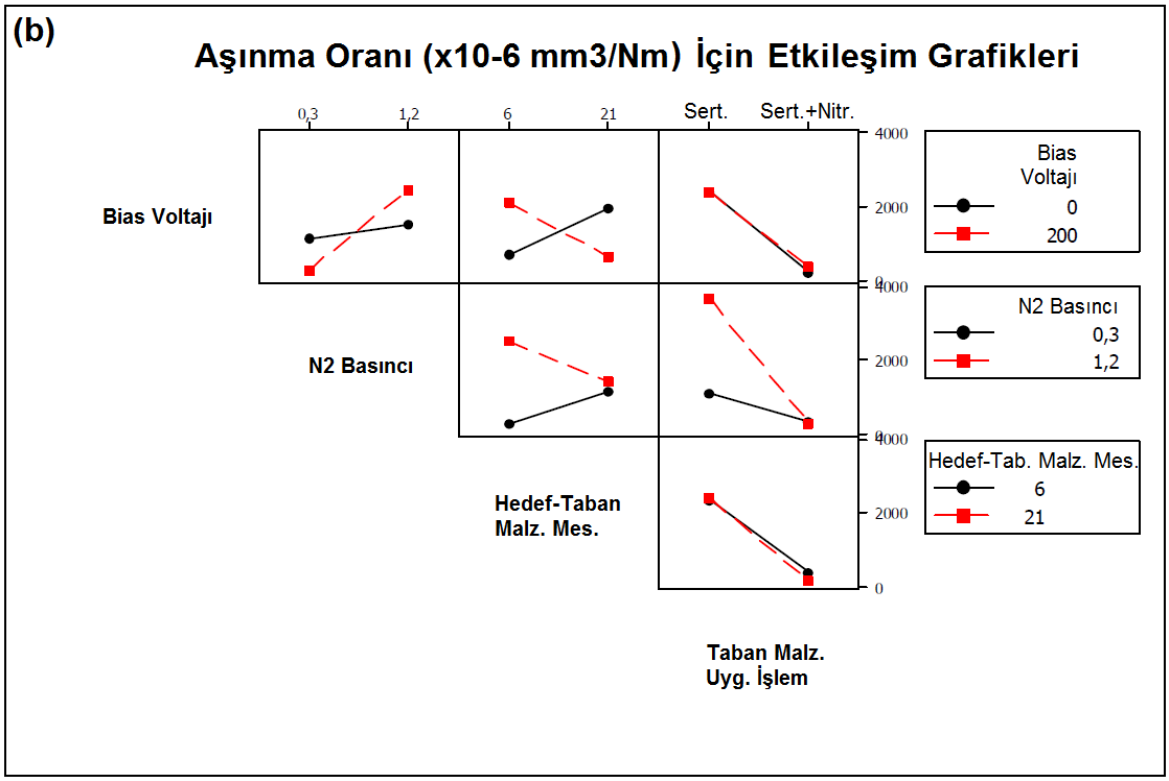
Şekil 5.74. Aşınma oranları için L16 normal olasılık grafiği.





Şekil 5.75. Minitab-14 programı ile elde edilen, aşınma oranları için a) L16 normal olasılık grafiği, b) faktör ve etkileşimlerin etki değerleri.





Şekil 5.76. Minitab-14 programı ile elde edilen, aşınma oranları için a) ana etki grafikleri, b) etkileşim grafikleri.

Bu etki sertleştirilmiş numunelerde ortaya çıkmaktadır. Uzun hedef-taban malzemesi mesafesi (21 cm) ile düşük bias voltajı (0 V), sırasıyla etki değeri çok düşük olan diğer parametrelerdir. Şekil 5.76b'deki etkileşim grafiklerine göre, bias voltajının ana etkisi düşük olmakla birlikte, AC etkileşiminin (bias voltajı ve hedef-taban malzemesi mesafesi) ön plana çıktığı görülmektedir. En düşük aşınma oranına, 0 V bias-6 cm hedef-taban malzemesi mesafesi veya -200 V bias-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesi değerlerinde ulaşılmaktadır. Bu sonuç, hem bias voltajı ile hedef-taban malzemesi mesafesinin iyon enerjileri ve aşınma direnci üzerinde benzer bir etkiye sahip olduğu görüşünü doğrulamakta, hem de belirli bir enerji üzerinde (iç gerilmeler vb. sebeplerle) kaplama performansının düştüğünü göstermektedir. Etki değeri düşük olmakla birlikte, AB etkileşiminin de (bias voltajı ve azot basıncı) öne çıktığı görülmektedir. -200 V bias voltajı için 0.3 mtorr azot basıncının en düşük aşınma oranını verdiği tespit edilmiştir. Sonuç olarak, sertleştirme+nitrürleme işlemi ile düşük azot basıncının (0.3 mtorr) en iyi aşınma direncini verdiği tespit edilmiştir. Düşük bias voltajında uzun hedef-taban malzemesi mesafesi, yüksek bias voltajında ise kısa hedef-taban malzemesi mesafesi aşınma direncini arttırmaktadır.

Sertliğin, kaplama yapışma ve aşınma davranışları üzerinde önemli bir faktör olduğu bilinmektedir. Son olarak, nano-sertlik sonuçları, 0-(-)200 V bias voltajı, 0.3-1.2 mtorr azot basıncı ve 6-21 cm hedef-taban malzemesi mesafesinin faktör düzeyleri olarak seçildiği L8 deneyine göre incelenmiştir. Nano-sertlik ölçümleri, silisyum yongalar üzerinden gerçekleştirildiği için, D faktörü (taban malzemesine uygulanan işlem) dikkate alınmamıştır. L8 deneyi için sonuçlar Tablo 5.25'te, L8 hesap tablosu ise Tablo 5.26'da görülmektedir. Elde edilen sonuçlar, "en büyük en iyi" kalite değişkenine göre yorumlanmıştır. Nano-sertlik için L8 normal olasılık grafiği Şekil 5.77'de görülmektedir. Sonuçlar, Minitab-14 programı ile de kontrol edilmiştir. Minitab-14 programı ile elde edilen, nano-sertlik için L8 normal olasılık grafiği Şekil 5.78a'da, faktör ve etkileşimlerin etki değerleri ise Şekil 5.78b'de görülmektedir. Minitab-14 programı ile elde edilen ana etki grafikleri ve etkileşim grafikleri ise sırasıyla Şekil 5.79a ve b'de verilmektedir.

Nano-sertlik için çizilen L8 normal olasılık grafiğine göre (Şekil 5.77 ve Şekil 5.78a ve b), en etkili parametrenin C (hedef-taban malzemesi mesafesi) olduğu, onu A (bias voltajı) ve B'nin (azot basıncı) takip ettiği tespit edilmiştir. 6 cm hedef-taban malzemesi

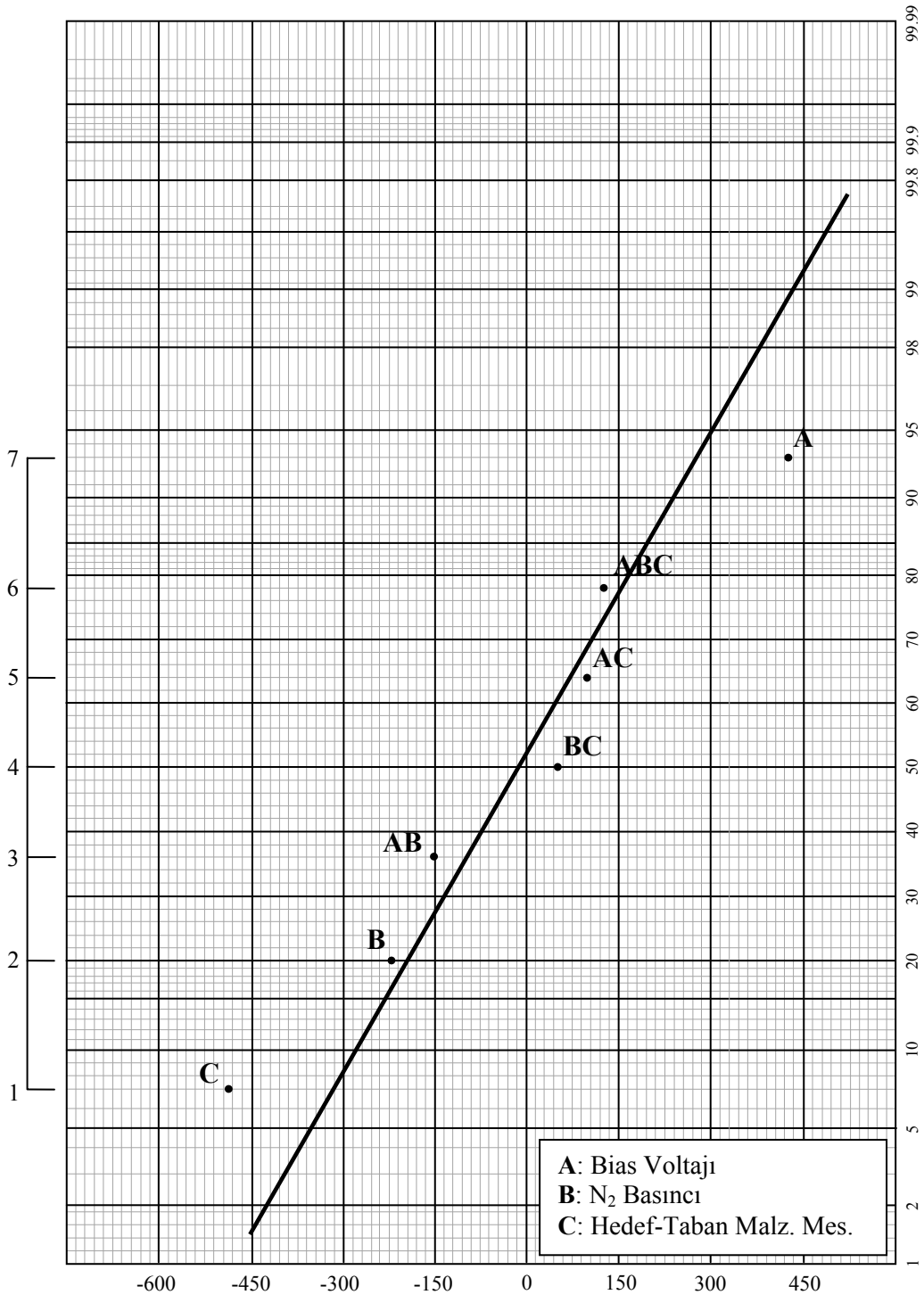
mesafesi, -200 V bias voltajı ve 0.3 mtorr azot basıncı en yüksek sertlik değerlerini vermektedir. Şekil 5.79b'deki etkileşim grafiklerine göre önemli bir etkileşime rastlanılmamıştır.

Tablo 5.25. L8 Deneyi İçin Nano-Sertlik Uygulama Sonuçları.

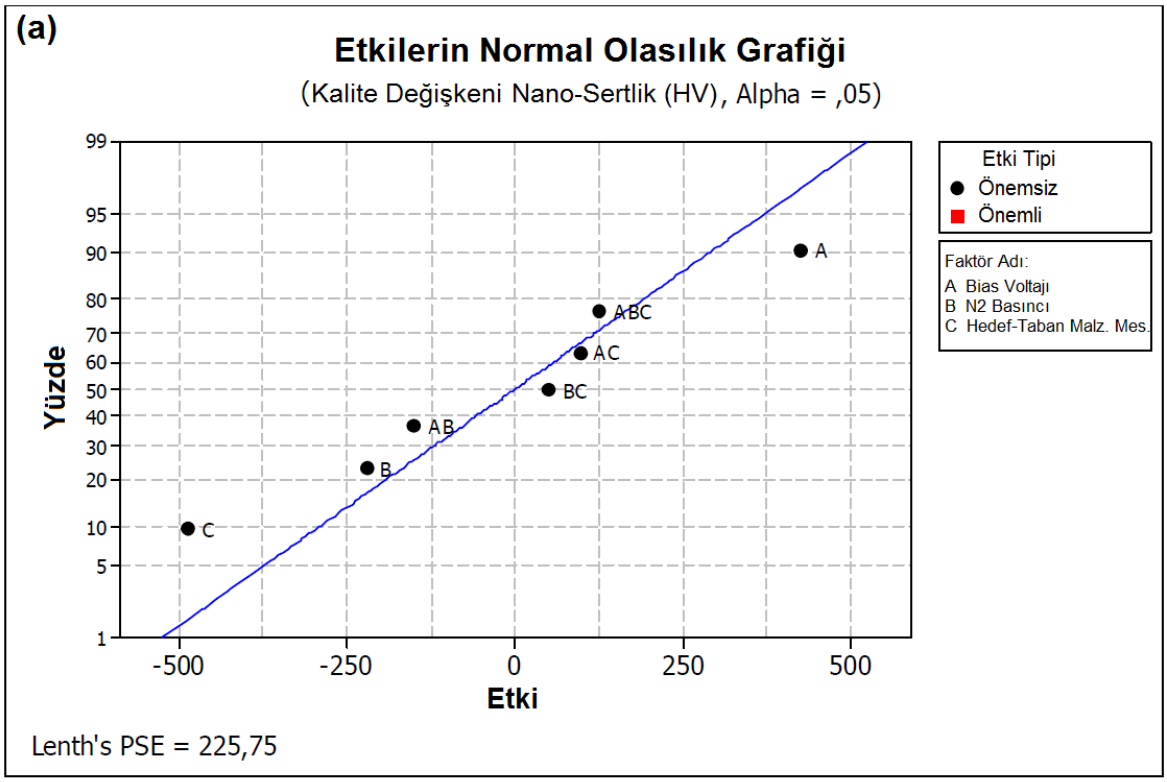
Standart Sıra	**A Bias Voltajı (-V)**	**B N_2 Basıncı (mtorr)**	**C Hedef-Taban Malzemesi Mesafesi (cm)**	**Y_3 Nano-Sertlik (HV)**
1	0	0.3	6	1982
2	0	0.3	21	1474
3	0	1.2	6	1987
4	0	1.2	21	1329
5	200	0.3	6	2587
6	200	0.3	21	2023
7	200	1.2	6	2039
8	200	1.2	21	1829

Tablo 5.26. Nano-Sertlik L8 Hesap Tablosu.

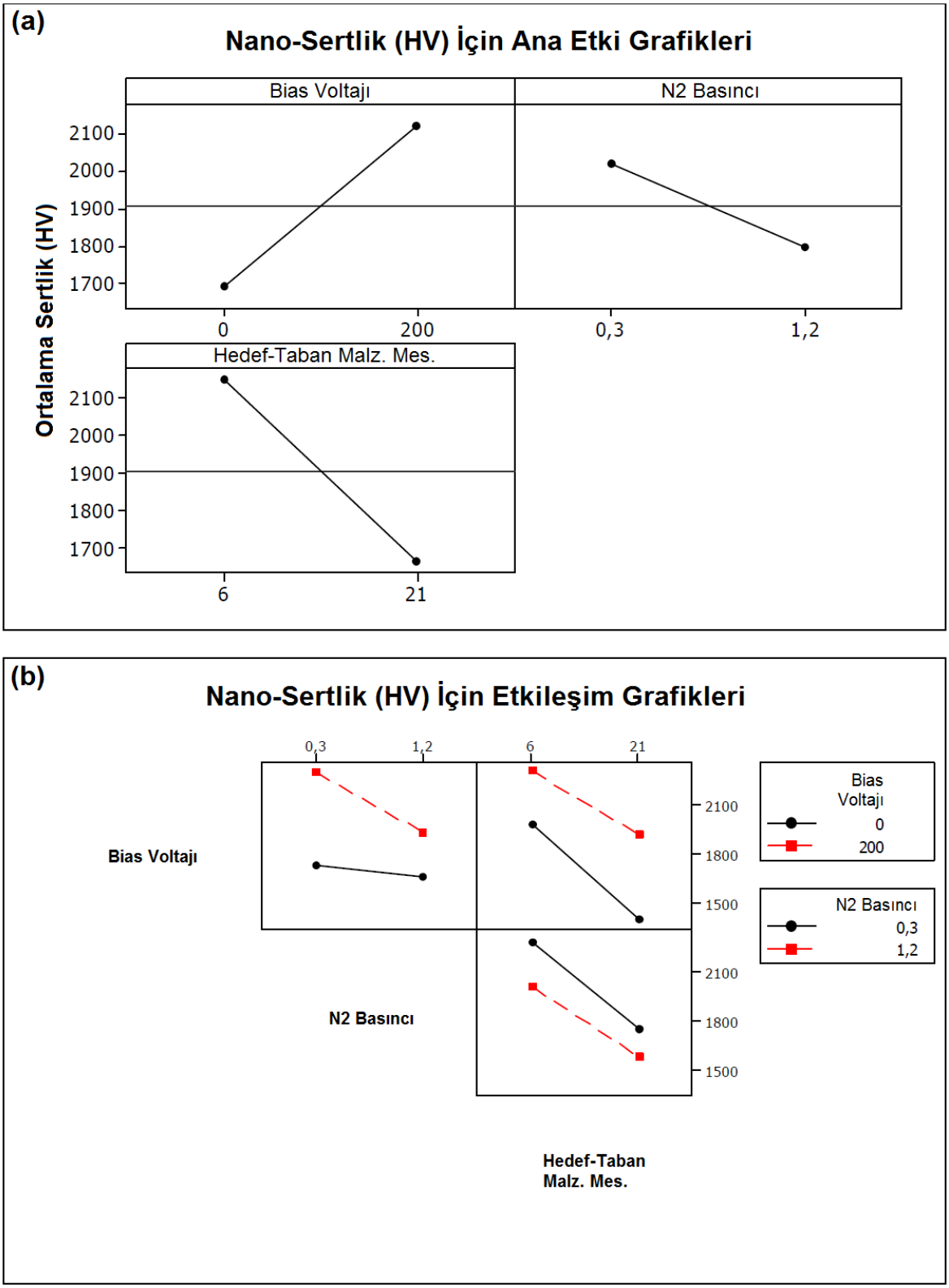
		A		**B**		**C**		**AB**		**AC**		**BC**		**ABC**	
STANDART SIRA	**GÖZLEM DEĞERİ**	**1**	**2**	**1**	**2**	**1**	**2**	**1**	**2**	**1**	**2**	**1**	**2**	**1**	**2**
1	a: 1982	a		a		a			a		a		a	a	
2	b: 1474	b		b			b		b	b		b			b
3	c: 1987	c			c	c		c			c	c			c
4	d: 1329	d			d		d	d		d			d	d	
5	e: 2587		e	e		e		e		e			e		e
6	f: 2023		f	f			f	f			f	f		f	
7	g: 2039		g		g	g			g	g		g		g	
8	h: 1829		h		h		h		h		h		h		h
TOPLAM	**15250**	6772	8478	8066	7184	8595	6655	7926	7324	7429	7821	7523	7727	7373	7877
SAYI	**8**	**4**	**4**	**4**	**4**	**4**	**4**	**4**	**4**	**4**	**4**	**4**	**4**	**4**	**4**
ORTALAMA	**1906.25**	1693	2119.5	2016.5	1796	2148.75	1663.75	1981.5	1831	1857.25	1955.25	1880.75	1931.75	1843.25	1969.25
ETKİ		426.5		-220.5		-485		-150.5		98		51		126	
SIRA		**7**		**2**		**1**		**3**		**5**		**4**		**6**	



Şekil 5.77. Nano-sertlik için L8 normal olasılık grafiği.



Şekil 5.78. Minitab-14 programı ile elde edilen, nano-sertlik için a) L8 normal olasılık grafiği, b) faktör ve etkileşimlerin etki değerleri.



Şekil 5.79. Minitab-14 programı ile elde edilen, nano-sertlik için a) ana etki grafikleri, b) etkileşim grafikleri.

6. BÖLÜM

SONUÇ VE ÖNERİLER

6.1. Sonuçlar

PVD metotlarından manyetik alanda sıçratma tekniği ile, TiAl bileşik hedef (atomik %50 Ti-%50 Al) kullanılarak, sertleştirilmiş ve sertleştirilmiş+plazma nitrürlenmiş DIN X40CrMoV51 (AISI H13) numuneler ve silisyum yongalar üzerinde, farklı azot kısmi basınçları (0.3, 0.6, 1.2 mtorr), taban malzemesi bias voltajları (0, -100, -200 V) ve hedef-taban malzemesi mesafelerinde (6, 11, 16, 21 cm) üretilen TiAlN kaplamaların yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri incelenmiş ve söz konusu parametrelerin kaplama özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar şu şekilde özetlenebilir:

1. Kaplamaların biriktirme oranlarının hedeften uzaklaştıkça azaldığı görülmekte olup, ayrıca azot basıncının düşmesiyle de, biriktirme oranının arttığı tespit edilmiştir. Yüksek azot basınçlarında artan hedef zehirlenmesi ile birlikte, taban malzemesine ulaşan atomların sayısı da azalmaktadır. 0.3 mtorr azot basıncı en yüksek biriktirme oranını vermektedir. 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde biriktirme oranının diğer mesafelere göre önemli ölçüde yüksek olduğu tespit edilmiş olup, 11-21 cm mesafelerdeki değişim ise nispeten lineerdir. Bias voltajı ile ciddi bir değişime rastlanılmamıştır. Biriktirme oranının, özellikle geometrik olarak karmaşık parçaların (ekstrüzyon kalıbı vb.) döner mekanizmalarla kaplandığı (kaplanacak parçaların hedefe olan uzaklıklarının sürekli değiştiği) uygulamalarda, kaplama kalınlığının homojenliği açısından önem arzettiği düşünülürse, hedef-taban malzemesi mesafesinin ele alınması gereken önemli bir parametre olduğu sonucuna varılmaktadır. Ayrıca, yüksek biriktirme

oranlarının, üretim verimliliği ve zaman tasarrufu anlamına geldiği de unutulmamalıdır.

2. Kaplamaların atomik Al/Ti oranlarının, taban malzemesinden yansıma dolayısıyla, hedef-taban malzemesi mesafesinin artmasıyla arttığı, bias voltajının artmasıyla da bu değerin azaldığı (0.3 mtorr azot basıncı, -200 V bias voltajı hariç) tespit edilmiştir. Ayrıca, 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesinin, 0.3 mtorr azot basıncı için kritik bir nokta olduğu da söylenebilir. En yüksek Al/Ti oranına, 0 V bias, 0.3 mtorr azot basıncı ve 11 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde ulaşılmıştır. Kaplamaların azot miktarlarında, kaplama parametrelerine bağlı olarak çok belirgin bir değişim gözlenmemiş olmakla birlikte, genel olarak artan hedef-taban malzemesi mesafesi ile birlikte bir azalma, artan azot basınçları ile birlikte ise bir artışın olduğu söylenebilir.
3. XRD analiz sonuçlarından kaplamaların genel olarak, (200), (220), (111), (311) ve (222) kristal yönlenmelerine sahip kübik TiN ile (100) ve (103) kristal yönlenmelerine sahip hegzagonal AlN'den oluştuğu tespit edilmiştir. 0 V bias voltajı, 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde, azot basıncının 0.3'ten 1.2 mtorr'a arttırılmasıyla, AlN (100) ve AlN (103) pik şiddetlerinin azaldığı, TiN (111) yönlenmesinin ise şiddetlendiği, ayrıca -100 V bias voltajı ve 0.6 mtorr azot basıncında, genel olarak hedef-taban malzemesi mesafesinin artmasıyla, AlN (100), AlN (103), TiN (111) ve TiN (220) pik şiddetlerinin arttığı, bunun yanında TiN (200) pik şiddetinin ise azaldığı bulunmuştur. Yüksek bias voltajları ile kısa hedef-taban malzemesi mesafelerinde, yüksek iyon enerjilerinden dolayı (200) yönlenmesinin şiddetinin arttığı tespit edilmiştir.
4. Nano-sertlik ölçüm sonuçlarına göre, sertliklerin 1329-2916 HV, elastiklik modüllerinin ise 179.1-340.0 GPa arasında değiştiği tespit edilmiştir. Özellikle, hedef-taban malzemesi mesafesinin kaplama sertliği ve elastik özellikleri üzerinde önemli bir faktör olduğu tespit edilmiştir. Hedef-taban malzemesi mesafesi azaldıkça ve bias voltajı arttıkça sertlik de artmaktadır. L8 deneyi ile de bu parametrelerin en etkili olduğu doğrulanmıştır. Bu durum, hedefe daha yakın olan numunelerin daha yüksek enerjili atomların bombardımanına maruz kalmasına ve bu sebeple de daha yoğun bir içyapıya sahip olmalarına bağlıdır. Aynı şekilde bias voltajı da iyon akımlarını arttırıcı bir etkiye sahiptir. Ayrıca, düşük basınç değerlerinde de sertlik değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. Yüksek

azot basınçlarında artan hedef zehirlenmesi ile birlikte, taban malzemesine ulaşan atomların kinetik enerjisi de azalmaktadır. Sıçratılan atomların, azot atomları ile çarpışma ve enerjilerini kaybetme eğilimi azot basıncı arttıkça artmaktadır.

5. Yapılan yüzey pürüzlülüğü ölçüm sonuçlarından, kaplama parametrelerine bağlı olarak belirgin bir yönlenme gözlenmemiş olup, bunun ölçüm yönteminin hassasiyetinden kaynaklandığı düşünülmektedir. AFM analizlerinden, kaplamaların sütunsal bir yapıya sahip oldukları ve yüzeylerinde bu sütunumsu yapının sebep olduğu tomurcuklu yapının oluştuğu tespit edilmiştir. -100 ve -200 V bias voltajlarında üretilen kaplamaların, artan iyon bombardımanından dolayı 0 V'takine göre daha sıkı bir mikro yapıya sahip oldukları bulunmuştur.
6. Çizik testlerinde karşılaşılan temel hasar mekanizmaları; kaplama kalktıktan sonra çizik izi içerisinde çekme gerilmelerinin sebep olduğu yarım ay şeklindeki çatlaklar (tensile cracking), çizik ucunun önünde kaplamadaki bası gerilmelerinden dolayı meydana gelen yarım ay şeklindeki çatlaklar (kırışma hasarı-buckling), kaplamanın yüksek çekme gerilmesine sahip bölgelerindeki kabarma ve dökülmeler (spallation) ve genellikle kritik bir kaplama kalınlığının üzerinde (bu çalışmada 6 cm hedef-taban malzemesi mesafesinde) karşılaşılan sıkışma kabarması (wedge spallation) hasarıdır. Hedef-taban malzemesi mesafesinin artmasıyla (kaplama sertliği ve kalınlığının azalmasıyla) çizik izi kenarlarında oluşan atmaların, yerini plastik deformasyona bıraktığı da tespit edilmiştir.
7. Çizik testlerinden elde edilen sonuçlar her ne kadar karşılaştırma maksatlı kullanılmakta ise de, 150 N'a yaklaşan L_c değerleri kaplamaların genel olarak yüksek yapışma dirençlerine sahip olduklarının göstergesidir. Çizik testi sonuçlarından, sertleştirilmiş+nitrürlenmiş numunelerin, artan yük taşıma kapasitelerinden dolayı, sadece sertleştirilmiş numunelere kıyasla daha yüksek L_c değerleri verdiği sonucu bulunmuş olup, bu parametrenin en etkili olduğu L16 deney sistemi ile de doğrulanmıştır. Sonuç olarak, sertleştirme+nitrürleme işlemi uygulanmış parçaların, düşük azot basıncında (0.3 mtorr) ve hedefe yakın mesafede (6 cm) kaplanmalarının en iyi yapışma direncini verdiği bulunmuştur.
8. Aşınma tesleri sonucunda karşılaşılan temel aşınma mekanizmaları, abrazif ve adhezif aşınma olup, kaplamanın delaminasyona uğramadan abrazif aşınma ile

taban malzemesinden kalktığı tespit edilmiştir. Aşınma izi kenar ve iç kısımlarında Ti ve Al esaslı oksit yapılarla, iç kısımlarda plastik deformasyonun sebep olduğu tabakalaşmaya rastlanılmıştır. İlerleyen çevrimlerde tabakalar kırılarak yapıdan ayrılmaktadır (yorulma aşınması). Aşınma testi sonuçlarına göre, sertleştirilmiş+nitrürlenmiş numunelerin, sadece sertleştirilmiş numunelere göre daha yüksek sürtünme katsayısı değerleri verdiği tespit edilmiştir. Bu durumun, nitrürlenmiş numunelerin daha yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip olmalarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Sürtünme katsayılarının ayrıca, hedef-taban malzemesi mesafesinin artmasıyla arttığı da tespit edişmiş olup, bu durumun sebebinin, artan hedef-taban malzemesi mesafesinin yüzey pürüzlülüğünü arttırıcı yönde etki göstermesi olduğu düşünülmektedir. Sertleştirilmiş+ nitrürlenmiş numunelerin aşınma oranlarının, sadece sertleştirilmiş olanlara göre daha düşük olduğu bulunmuştur. Bu durum, nitrürlemenin kazandırdığı artan sertlik ve yük taşıma kapasitesinden kaynaklanmaktadır. Düşük azot basıncı ise (0.3 mtorr), sertleştirilmiş numunelerde aşınma oranını azaltmaktadır. Bu parametrelerin en etkili olduğu L16 deney sistemi ile de doğrulanmış olup, düşük bias voltajında kısa hedef-taban malzemesi mesafesinin, yüksek bias voltajında ise uzun hedef-taban malzemesi mesafesinin aşınma direncini arttırdığı tespit edilmiştir. Bu sonuç, hem bias voltajı ile hedef-taban malzemesi mesafesinin iyon enerjileri ve aşınma direnci üzerinde benzer bir etkiye sahip olduğu görüşünü doğrulamakta, hem de belirli bir enerji üzerinde (iç gerilmeler vb. sebeplerle) kaplama performansının düştüğünü ortaya koymaktadır.

9. Sonuç olarak, tez çalışması kapsamında seçilen parametreler dikkate alındığında, kısa hedef-taban malzemesi mesafesi, yüksek bias voltajı ile düşük azot basıncının genel manada kaplama özelliklerini olumlu yönde etkileyen temel parametreler olduğu, yapışma ve aşınma direncinde elde edilen gelişmelerin ise dubleks işlemle daha da arttırılabileceği tespit edilmiştir.

6.2. Öneriler

Bu çalışmayla, hedef-taban malzemesi mesafesinin kaplama özellikleri üzerinde oldukça büyük bir öneme sahip olduğu tespit edilmekle birlikte, özellikle karmaşık

şekilli ve nispeten büyük boyutlu (kalıp vb.) parçaların döner mekanizmalarla kaplandığı ve standart bir hedef-taban malzemesi mesafesinin korunmasının zor olduğu uygulamalarda daha karmaşık modellere ve simulasyonlara ihtiyaç duyulduğu aşikârdır. Ayrıca, hedef-taban malzemesi mesafesinin sürekli değiştiği bu tür uygulamalarda, aynı bölge üzerinde dahi, mesafe ve açısal değişimlerden kaynaklanan, homojen olmayan bir kaplama işleminin gerçekleşeceği de unutulmamalıdır. Bu ve benzeri temel çalışmalardan yola çıkılarak, çeşitli uygulamalarda aşınma bölgelerinin ve türlerinin analiz edilmesinin ve bu sonuçlara göre taban malzemesi dönme mekanizmaları ve hızları için yeni modellerin geliştirilmesinin özel uygulamalarda verimi arttıracağına inanılmaktadır. Ayrıca, kaplanacak parçanın şekil ve boyutlarına özel, sabit olmayan hızların kullanıldığı ve karmaşık hareketlerin gerçekleştirilebileceği bilgisayar kontrollü sistemler de tasarlanabilir ve hedef-taban malzemesi mesafesi kontrol edilebilir.

Manyetik alanda sıçratma kaplama yöntemi, birbirinden bağımsız, kaplama özellikleri üzerinde ise oldukça fazla sayıda etkileşimleri olan birçok parametreyi ihtiva etmektedir. Tez çalışmasında değişken olarak seçilen, azot basıncı, bias voltajı ve hedef-taban malzemesi mesafesi ile kaplanacak parçaların yüzey özellikleri (sertleştirme ve nitrürleme işlemi) literatürde etki değeri en çok görülen parametreler olmakla birlikte, hedef bileşimi, hedef gücü ve taban malzemesi dönme mekanizması (tek veya çok eksenli) gibi parametrelerin etkilerinin de incelenmesinin, ayrıca çok tabakalı kaplama uygulamalarıyla elde edilebilecek gelişmelerin de araştırılmasının uygun olacağı düşünülmektedir.

Tez çalışması kapsamında daha çok, kaplamaların sahip olduğu özelliklere kaplama parametrelerinin etkileri üzerine yoğunlaşılmış olup, dubleks işlemin etkileri çizik ve aşınma testleriyle incelenmiştir. Alüminyum ekstrüzyon kalıplarında en çok kullanılan sıcak iş takım çeliklerinden AISI H13 malzemeden hazırlanan numunelerle gerçekleştirilen testlerin, alüminyum ekstrüzyon kalıplarının belirlenen şartlarda kaplanması ve gerçek çalışma koşullarında (yüksek sıcaklık ve basınç) test edilmesiyle doğrulanmasının uygun olacağı düşünülmektedir. Kaplama parametrelerinin etkileri incelenirken, kalıp aşınma ve ayrıca korozyon direncinin geliştirilmesinin yanında, çıkan ürünün boyutsal tamlığı ve yüzey kalitesinin iyileştirilmesinin de bahsedilen çalışmanın amaçları arasında olması gerektiği düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

1. PalDey, S., Deevi, S.C., Single Layer and Multilayer Wear Resistant Coatings of (Ti,Al)N: A Review, Materials Science and Engineering A, 342, 58-79, 2003.
2. Ersen, O., et al., Relation Between Interfacial Structure and Mechanical Properties in AlN/TiN Bilayers Investigated by EXAFS, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 234, 308-320, 2005.
3. Suresha, S.J., et al., Processing, Microstructure and Hardness of TiN/(Ti, Al)N Multilayer Coatings, Materials Science and Engineering A, 429, 252-260, 2006.
4. William Grips, V.K., et al., Electrochemical Behavior of Single Layer CrN, TiN, TiAlN Coatings and Nanolayered TiAlN/CrN Multilayer Coatings Prepared by Reactive Direct Current Magnetron Sputtering, Thin Solid Films, 514, 204-211, 2006.
5. Xiang, Y., et al., Investigation of Ti/TiN Multilayered Films in A Reactive Mid-Frequency Dual-Magnetron Sputtering, Applied Surface Science, 253, 3705-3711, 2007.
6. Quesada, F., Mariño, A., Restrepo, E., TiAlN Coatings Deposited by r.f. Magnetron Sputtering on Previously Treated ASTM A36 Steel, Surface and Coatings Technology, 201, 2925-2929, 2006.
7. Fukumoto, N., et al., Effects of Bilayer Thickness and Post-deposition Annealing on the Mechanical and Structural Properties of (Ti,Cr,Al)N/(Al,Si)N Multilayer Coatings, Surface and Coatings Technology, 203, 1343-1348, 2009.
8. Hsieh, J.H., et al., Deposition and Characterization of TiAlN and Multi-layered TiN/TiAlN Coatings Using Unbalanced Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 108-109, 132-137, 1998.
9. Raveh, A., et al., Graded Al–AlN, TiN, and TiAlN Multilayers Deposited by Radio-Frequency Reactive Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 114, 269-277, 1999.
10. Khrais, S.K., Lin, Y.J., Wear Mechanisms and Tool Performance of TiAlN PVD Coated Inserts During Machining of AISI 4140 Steel, Wear, 262, 64-69, 2007.
11. Santana, A.E., et al., Microstructure and Mechanical Behavior of TiAlCrN Multilayer Thin Films, Surface and Coatings Technology, 177-178, 334-340, 2004.

12. Wadsworth, I., et al., Thermal Stability and Oxidation Resistance of TiAlN/CrN Multilayer Coatings, Surface and Coatings Technology, 94-95, 315-321, 1997.
13. Salas, O., et al., Tribological Behavior of Candidate Coatings for Al Die Casting Dies, Surface and Coatings Technology, 172, 117-127, 2003.
14. Panjan, P., et al., PVD Hard Coatings Applied for the Wear Protection of Drawing Dies, Surface and Coatings Technology, 200, 133-136, 2005.
15. Thobor, A., et al., Enhancement of Mechanical Properties of TiN/AlN Multilayers by Modifying the Number and the Quality of Interfaces, Surface and Coatings Technology, 124, 210-221, 2000.
16. Hovsepian, P.E., et al., TiAlN Based Nanoscale Multilayer Coatings Designed to Adapth Their Tribological Properties at Elevated Temperatures, Thin Solid Films, 485, 160-168, 2005.
17. Manaila, R., et al., Multilayer TiAlN Coatings with Composition Gradient, Surface and Coatings Technology, 151-152, 21-25, 2002.
18. Tönshoff, K., et al., Performance of Oxygen-rich TiALON Coatings in Dry Cutting Applications, Surface and Coatings Technology, 108-109, 535-542, 1998.
19. Derflinger, V.H., Schütze, A., Ante, M., Mechanical and Structural Properties of Various Alloyed TiAlN-based Hard Coatings, Surface and Coatings Technology, 200, 4693-4700, 2006.
20. Tentardini, E.K., et al., Reactivity Between Aluminum and (Ti,Al)N Coatings for Casting Dies, Thin Solid Films, 516, 3062-3069, 2008.
21. William Grips, V.K., et al., Effect of Electroless Nickel Interlayer on the Electrochemical Behavior of Single Layer CrN, TiN, TiAlN Coatings and Nanolayered TiAlN/CrN Multilayer Coatings Prepared by Reactive Dc Magnetron Sputtering, Electrochimica Acta, 51, 3461-3468, 2006.
22. Tam, P.L., et al., Structural, Mechanical, and Tribological Studies of Cr–Ti–Al–N Coating with Different Chemical Compositions, Thin Solid Films, 516, 5725-5731, 2008.
23. Luo, Q., et al., Tribological Investigation of TiAlCrN and TiAlN/CrN Coatings Grown by Combined Steered-arc/Unbalanced Magnetron Deposition, Vacuum, 53, 123-126, 1999.
24. Mayrhofer, P.H., et al., Microstructural Design of Hard Coatings, Progress in Materials Science, 51, 1032-1114, 2006.

25. Kutschej, K., et al., Structure, Mechanical and Tribological Properties of Sputtered $Ti_{1-x}Al_xN$ Coatings with $0.5 \leq x \leq 0.75$, Surface and Coatings Technology, 200, 2358-2365, 2005.
26. Choi, I.S., Park, J.C., The Corrosion Behavior of TiAlN Coatings Prepared by PVD in A Hydrofluoric Gas Atmosphere, Surface and Coatings Technology, 131, 383-385, 2000.
27. Barshilia, H.C., et al., A Comparative Study on the Structure and Properties of Nanolayered TiN/NbN and TiAlN/TiN Multilayer Coatings Prepared by Reactive Direct Current Magnetron Sputtering, Thin Solid Films, 503, 158-166, 2006.
28. Yao, S.H., et al., Effects of Periods on Wear Performance of TiN/AlN Supperlattice Films, Materials Science and Engineering A, 392, 380-385, 2005.
29. Nunes, Y., et al., Dual DC Magnetron Cathode Co-deposition of (Al,Ti) and (Al,Ti,N) Thin Films with Controlled Depth Composition, Vacuum, 81, 1503-1506, 2007.
30. Yao, S.H., et al., Tribology and Oxidation Behavior of TiN/AlN Nano-multilayer Films, Tribology International, 39, 332-341, 2006.
31. Rauch, J.Y., Rousselot, C., Martin, N., Structure and Composition of $Ti_xAl_{1-x}N$ Thin Films Sputter Deposited Using a Composite Metallic Target, Surface and Coatings Technology, 157, 138-143, 2002.
32. Kim, D.-G., Seong, T.-Y., Baik, Y.-J., Oxidation Behavior of TiN/AlN Multilayer Films Prepared by Ion Beam-Assisted Deposition, Thin Solid Films, 397, 203-207, 2001.
33. Auger, M.A., et al., Deposition of TiN/AlN Bilayers on A Rotating Substrate by Reactive Sputtering, Surface and Coatings Technology, 157, 26-33, 2002.
34. Godbole, V.P., et al., Thermal Reactions and Micro-Structure of TiN–AlN Layered Nano-Composites, Materials Science and Engineering B, 68, 85-90, 1999.
35. Čekada, M., Panjan, P., Evaluation of Microhardness and Elastic Properties of Multilayer Hard Coatings by Microindentation, Vacuum, 61, 235-240, 2001.
36. Srivastava, A., et al., A Multilayer Coating Architecture to Reduce Heat Checking of Die Surfaces, Surface and Coatings Technology, 163-164, 631-636, 2003.
37. Ben Cheikh Larbi, A., Tlili, B., Fretting Wear of Multilayered PVD TiAlCN/TiAlN/TiAl on AISI 4140 Steel, Surface and Coatings Technology, 201, 1511-1518, 2006.

38. Durand-Drouhin, O., et al., Mechanical Properties and Failure Modes of TiAl(Si)N Single and Multilayer Thin Films, Surface and Coatings Technology, 163-164, 260-266, 2003.
39. Luo, Q., Rainforth, W.M., Münz, W.-D., TEM Observations of Wear Mechanisms of TiAlCrN and TiAlN/CrN Coatings Grown by Combined Steered-arc/Unbalanced Magnetron Deposition, Wear, 225-229, 74-82, 1999.
40. Stueber, M., et al., Multifunctional Nanolaminated PVD Coatings in the System Ti–Al–N–C by Combination of Metastable Fcc Phases and Nanocomposite Microstructures, Surface and Coatings Technology, 200, 6162-6171, 2006.
41. Klostermann, H., et al., Nanocomposite Oxide and Nitride Hard Coatings Produced by Pulse Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 200, 760-764, 2005.
42. Jiang, N., et al., Superhard Nanocomposite Ti-Al-Si-N Films Deposited by Reactive Unbalanced Magnetron Sputtering, Materials Science and Engineering B, 135, 1-9, 2006.
43. Musil, J., Hard and Superhard Nanocomposite Coatings, Surface and Coatings Technology, 125, 322-330, 2000.
44. Wong, M.-S., Hsiao, G.-Y., Yang, S.-Y., Preparation and Characterization of AlN/ZrN and AlN/TiN Nanolaminate Coatings, Surface and Coatings Technology, 133-134, 160-165, 2000.
45. Lewis, D.B., et al., The Effect of (Ti+Al):V Ratio on the Structure and Oxidation Behaviour of TiAlN/VN Nano-scale Multilayer Coatings, Surface and Coatings Technology, 177-178, 252-259, 2004.
46. Park, J.-K., Baik, Y.-J., Increase of Hardness and Thermal Stability of TiAlN Coating by Nanoscale Multi-layered Structurization with a BN Phase, Thin Solid Films, 516, 3661-3664, 2008.
47. Mei, F.H., et al., Coherent Growth and Superhardness Effect of AlN/TiN Nanomultilayers, Materials Letters, 58, 3477-3480, 2004.
48. Andersen, K.N., et al., Deposition, Microstructure and Mechanical and Tribological Properties of Magnetron Sputtered TiN/TiAlN Multilayers, Surface and Coatings Technology, 123, 219-226, 2000.

49. Zhou, Z., et al., Elemental Distributions and Substrate Rotation in Industrial TiAlN/VN Superlattice Hard PVD Coatings, Surface and Coatings Technology, 183, 275-282, 2004.
50. Hovsepian, P.E., Lewis, D.B., Münz, W.-D., Recent Progress in Large Scale Manufacturing of Multilayer/Superlattice Hard Coatings, Surface and Coatings Technology, 133-134, 166-175, 2000.
51. Hovsepian P.E., Münz, W.-D., Recent Progress in Large-Scale Production of Nanoscale Multilayer/Superlattice Hard Coatings, Vacuum, 69, 27-36, 2003.
52. Luo, Q., Rainforth, W.M., Münz, W.-D., TEM Studies of the Wear of TiAlN/CrN Superlattice Coatings, Scripta Materialia, 45, 399-404, 2001.
53. Tentardini, E.K., et al., Deposition and Characterization of Non-Isostructural $(Ti_{0.7}Al_{0.3}N)/(Ti_{0.3}Al_{0.7}N)$ Multilayers, Surface and Coatings Technology, 203, 1176-1181, 2009.
54. Åstrand, M., Selinder, T.I., Sjöstrand, M.E., Deposition of $Ti_{1-x}Al_xN$ Using Bipolar Pulsed Dual Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 200, 625-629, 2005.
55. Holubar, P., Jilek, M., Sima, M., Present and Possible Future Applications of Superhard Nanocomposite Coatings, Surface and Coatings Technology, 133-134, 145-151, 2000.
56. Panjan, M., et al., TEM Investigation of TiAlN/CrN Multilayer Coatings Prepared by Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 202, 815-819, 2007.
57. Jeong, J.J., Hwang, S.K., Lee, C.M., Nitrogen Flow Rate Dependence of the Growth Morphology of TiAlN Films Deposited by Reactive Sputtering, Surface and Coatings Technology, 151-152, 82-85, 2002.
58. Ramana, J.V., et al., Structure, Composition and Microhardness of (Ti,Zr)N and (Ti,Al)N Coatings Prepared by DC Magnetron Sputtering, Materials Letters, 58, 2553-2558, 2004.
59. Oliveira, J.C., et al., Structure, Hardness and Thermal Stability of Ti(Al,N) Coatings, Surface and Coatings Technology, 201, 4073-4077, 2006.
60. Oliveira, J.C., et al., The Structure and Hardness of Magnetron Sputtered Ti-Al-N Thin Films with Low N Contents (<42 at.%), Surface and Coatings Technology, 200, 6583-6587, 2006.

61. Wuhrer, R., Yeung, W.Y., Effect of Target-Substrate Working Distance on Magnetron Sputter Deposition of Nanostructured Titanium Aluminium Nitride Coatings, Scripta Materialia, 49, 199-205, 2003.
62. You, Y.Z., Kim, D., Influence of Incidence Angle and Distance on the Structure of Aluminium Nitride Films Prepared by Reactive Magnetron Sputtering, Thin Solid Films, 515, 2860-2863, 2007.
63. Barshilia, H.C., Yogesh, K., Rajam, K.S., Deposition of TiAlN Coatings Using Reactive Bipolar-Pulsed Direct Current Unbalanced Magnetron Sputtering, Vacuum, 83, 427-434, 2009.
64. Ahlgren, M., Blomqvist, H., Influence of Bias Variation on Residual Stress and Texture in TiAlN PVD Coatings, Surface and Coatings Technology, 200, 157-160, 2005.
65. Zywitzki, O., et al., Structure of Superhard Nanocrystalline (Ti,Al)N Layers Deposited by Reactive Pulsed Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 200, 6522-6526, 2006.
66. Chen, L., et al., Compositional and Structural Evolution of Sputtered Ti-Al-N, Thin Solid Films, 517, 6635-6641, 2009.
67. Panich, N., Sun, Y., Effect of Substrate Rotation on Structure, Hardness and Adhesion of Magnetron Sputtered TiB_2 Coating on High Speed Steel, Thin Solid Films, 500, 190-196, 2006.
68. Navinšek, B., et al., Improvement of Hot-Working Processes with PVD Coatings and Duplex Treatment, Surface and Coatings Technology, 142-144, 1148-1154, 2001.
69. Müller, K.B., Deposition of Hard Films on Hot-Working Steel Dies for Aluminium, Journal of Materials Processing Technology, 130-131, 432-437, 2002.
70. Klimek, K.S., et al., Duplex Process Applied for Die-Casting and Forging Tools, Surface and Coatings Technology, 174-175, 677-680, 2003.
71. Cooke, K.E., et al., Development of Duplex Nitrided and Closed Field Unbalanced Magnetron Sputter Ion Plated CrTiAlN-based Coatings for H13 Aluminium Extrusion Dies, Surface and Coatings Technology, 188-189, 697-702, 2004.

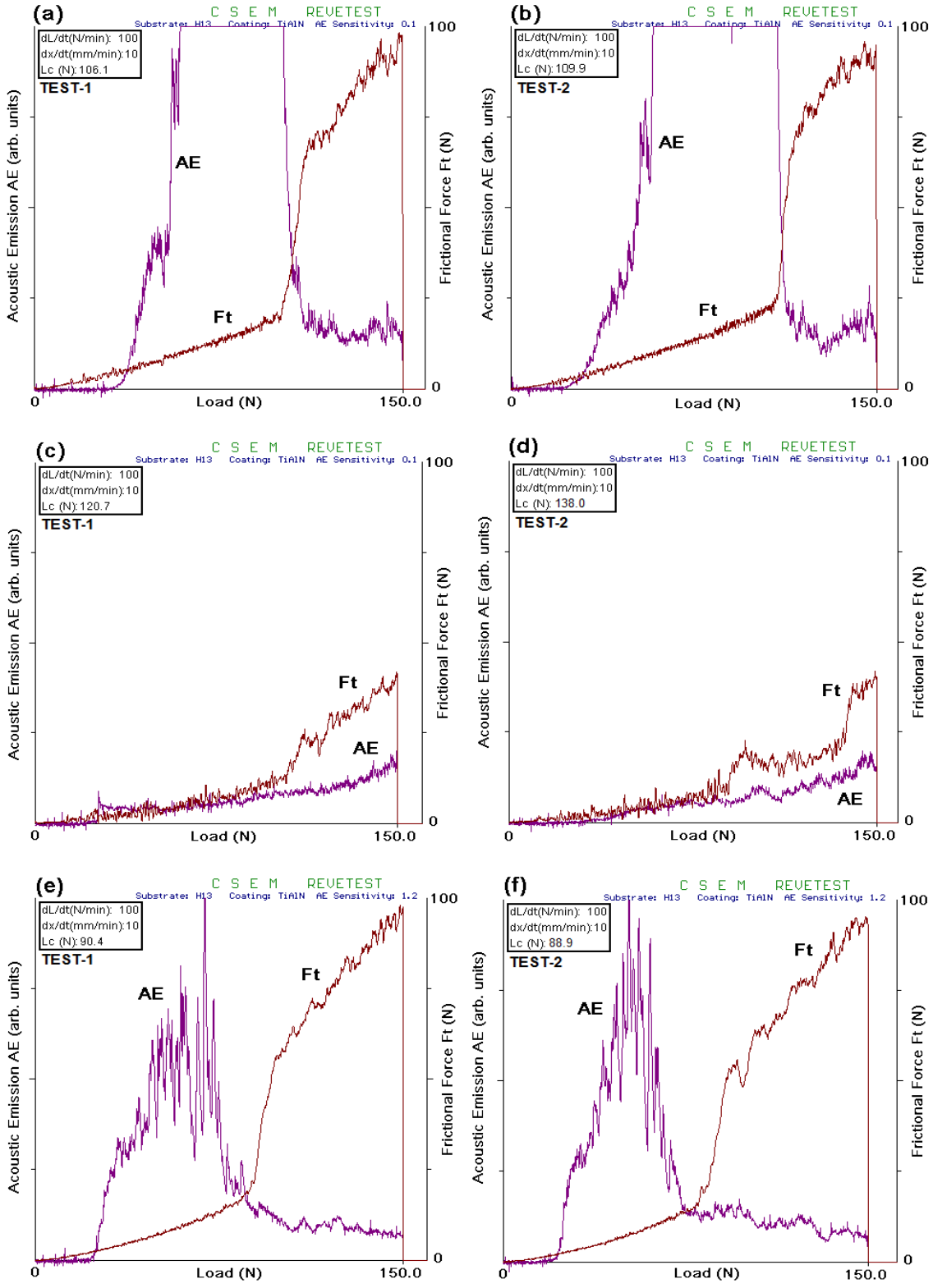
72. Björk, T., Bergström, J., Hogmark, S., Tribological Simulation of Aluminium Hot Extrusion, Wear, 224, 216-225, 1999.
73. Arif, A.F.M., Sheikh, A.K., Qamar, S.Z., A Study of Die Failure Mechanisms in Aluminum Extrusion, Journal of Materials Processing Technology, 134, 318-328, 2003.
74. Björk, T., Westergård, R., Hogmark, S., Wear of Surface Treated Dies for Aluminium Extrusion-A Case Study, Wear, 249, 316-323, 2001.
75. Rodríguez-Baracaldo, R., et al., High Temperature Wear Resistance of (TiAl)N PVD Coating on Untreated and Gas Nitrided AISI H13 Steel with Different Heat Treatments, Wear, 262, 380-389, 2007.
76. Karamiş, M.B., Sert, H., The Role of PVD TiN Coating in Wear Behaviour of Aluminium Extrusion Die, Wear, 217, 46-55, 1998.
77. Luo, Q., et al., Tribological Properties of Unbalanced Magnetron Sputtered Nano-Scale Multilayer Coatings TiAlN/VN and TiAlCrYN Deposited on Plasma Nitrided Steels, Surface and Coatings Technology, 193, 39-45, 2005.
78. Björk, T., et al., New Physical Vapour Deposition Coatings Applied to Extrusion Dies, Surface and Coatings Technology, 146-147, 33-41, 2001.
79. Panjan, P., et al., PVD CrN Coating for Protection of Extrusion Dies, Vacuum, 61, 241-244, 2001.
80. Panjan, P., et al., Improvement of Hot Forging Tools with Duplex Treatment, Surface and Coatings Technology, 151-152, 505-509, 2002.
81. Navinšek, B., Panjan, P., Gorenjak, F., Improvement of Hot Forging Manufacturing with PVD and DUPLEX Coatings, Surface and Coatings Technology, 137, 255-264, 2001.
82. Björk, T., et al., Physical Vapour Deposition Duplex Coatings for Aluminium Extrusion Dies, Wear, 225-229, 1123-1130, 1999.
83. Gutovskaya, J., et al., Wear of Inconel 718 Die During Aluminium Extrusion-A Case Study, Wear, 256, 126-132, 2004.
84. Savaş, S., PVD Metodu ile TiN Kaplanmış S 6-5-2 Yüksek Hız Çeliğinin Aşınma Davranışlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2004.
85. Gencoa Ltd., Physics Road, Liverpool, United Kingdom, http://www.gencoa.com, 2006.

86. VG Scienta, Maunsell Road, Hastings, United Kingdom, http://vacgendev.nexus-solutions.net/home.htm, 2005.
87. Kelly, P.J., Arnell, R.D., Magnetron Sputtering: A Review of Recent Developments and Applications, Vacuum, 56, 159-172, 2000.
88. Yashar, P.C., Sproul, W.D., Nanometer Scale Multilayered Hard Coatings, Vacuum, 55, 179-190, 1999.
89. Yetim, A.F., Biyomalzeme Olarak Kullanılan AISI316L Paslanmaz Çelik ve Ti6Al4V Alaşımının Plazma ile Nitrürleme Davranışı, Ti-DLC İnce Film Kaplama ile Karşılaştırılması, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Erzurum, 2009.
90. Koski, K., Hölsä, J., Juliet, P., Voltage Controlled Reactive Sputtering Process for Aluminium Oxide Thin Films, Thin Solid Films, 326, 189-193, 1998.
91. Titanit Ultra Sert Kaplamalar San. ve Tic. Ltd. Şti., Zeytinburnu, İstanbul, http://www.titanit.com.tr.
92. Zhou, M., et al., Phase Transition and Properties of Ti–Al–N Thin Films Prepared by r.f.-Plasma Assisted Magnetron Sputtering, Thin Solid Films, 339, 203-208, 1999.
93. Erkens, G., et al., Properties and Performance of High Aluminum Containing (Ti,Al)N Based Supernitride Coatings in Innovative Cutting Applications, Surface and Coatings Technology, 177-178, 727-734, 2004.
94. Toshinari, Y., et al., Application of TiAl Laminate to a Sputtering Target for TiAlN Films, Vacuum, 83, 479-482, 2009.
95. Raveh, A., Weiss, M., Shneck, R., Optical Emission Spectroscopy as a Tool for Designing and Controlling the Deposition of Graded TiAlN Layers by ECR-Assisted Reactive RF Sputtering, Surface and Coatings Technology, 111, 263-268, 1999.
96. Sproul, W.D., Christie, D.J., Carter, D.C., Control of Reactive Sputtering Processes, Thin Solid Films, 491, 1-17, 2005.
97. Safi, I., Recent Aspects Concerning DC Reactive Magnetron Sputtering of Thin Films: A Review, Surface and Coatings Technology, 127, 203-219, 2000.
98. Musil, J., et al., Reactive Magnetron Sputtering of Thin Films: Present Status and Trends, Thin Solid Films, 475, 208-218, 2005.

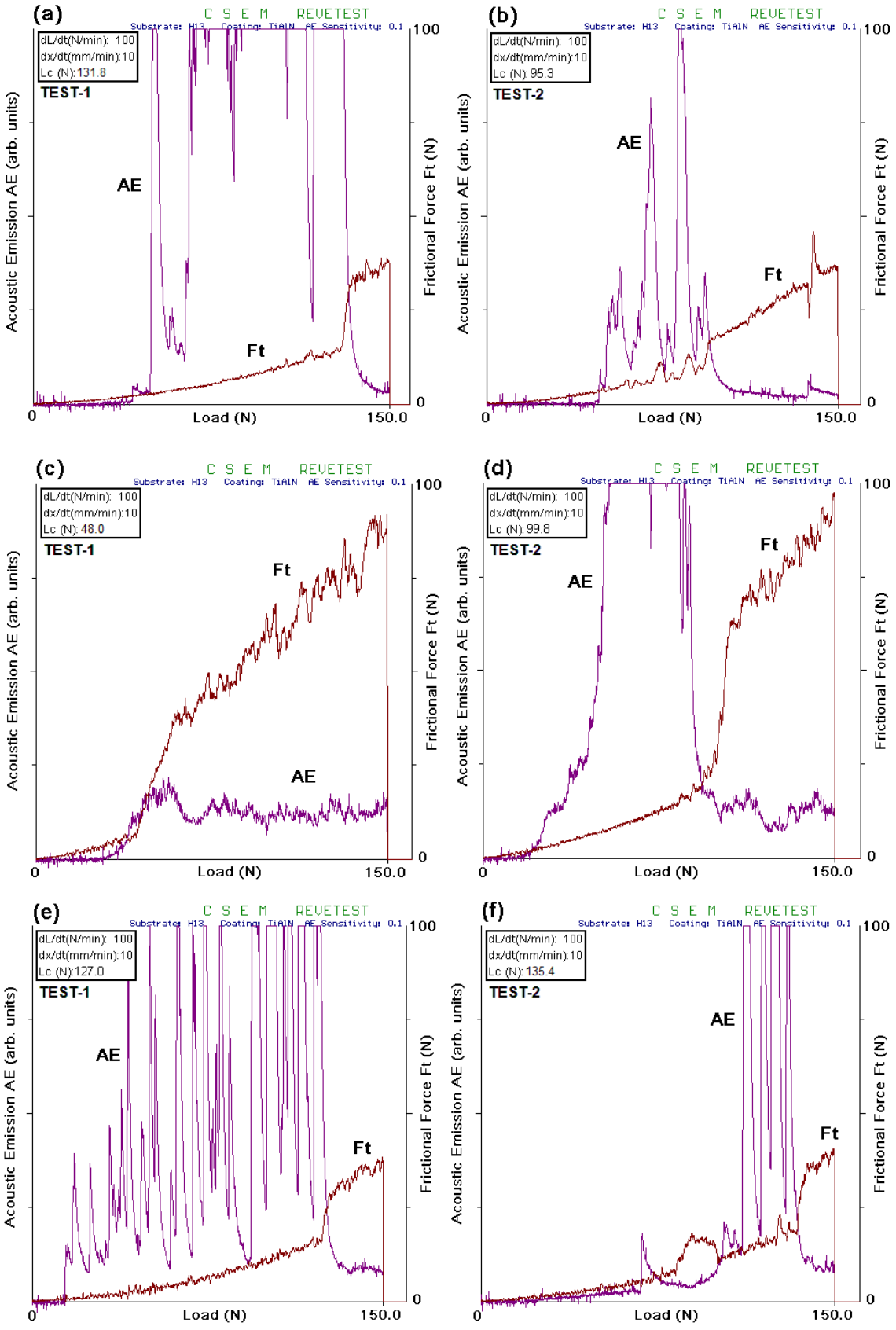
99. Danisman, K., Danisman, S., Savas, S., Dalkiran, I., Modelling of the Hysteresis Effect of Target Voltage in Reactive Magnetron Sputtering Process by Using Neural Networks, Surface and Coatings Technology, 204, 5, 610-614, 2009.
100. Barshilia, H.C., et al., Structure, Hardness and Thermal Stability of TiAlN and Nanolayered TiAlN/CrN Multilayer Films, Vacuum, 77, 169-179, 2005.
101. Pfeiler, M., et al., The Influence of Bias Voltage on Structure and Mechanical/Tribological Properties of Arc Evaporated Ti-Al-V-N Coatings, Surface and Coatings Technology, 202, 1050-1054, 2007.
102. Leyland, A., Matthews, A., On the Significance of the H/E Ratio in Wear Control: A Nanocomposite Coating Approach to Optimised Tribological Behaviour, Wear, 246, 1-11, 2000.
103. Şirvancı, M., Kalite İçin Deney Tasarımı "Taguçi Yaklaşımı", s. 25-53, Literatür Yayıncılık, İstanbul, Eylül 1997.
104. Bull, S.J., Failure Mode Maps in the Thin Film Scratch Adhesion Test, Tribology International, 30, 491-498, 1997.
105. Mezlini, S., et al., Effect of Indenter Geometry and Relationship Between Abrasive Wear and Hardness in Early Stage of Repetitive Sliding, Wear, 260, 412-421, 2006.
106. Efeoğlu, İ., Co-sputtered Mo:S:C:Ti:B Based Coating for Tribological Applications, Surface and Coatings Technology, 200, 1724-1730, 2005.
107. Lau, K.H., Li, K.Y., Correlation Between Adhesion and Wear Behaviour of Commercial Carbon Based Coatings, Tribology International, 39, 115-123, 2006.

EKLER

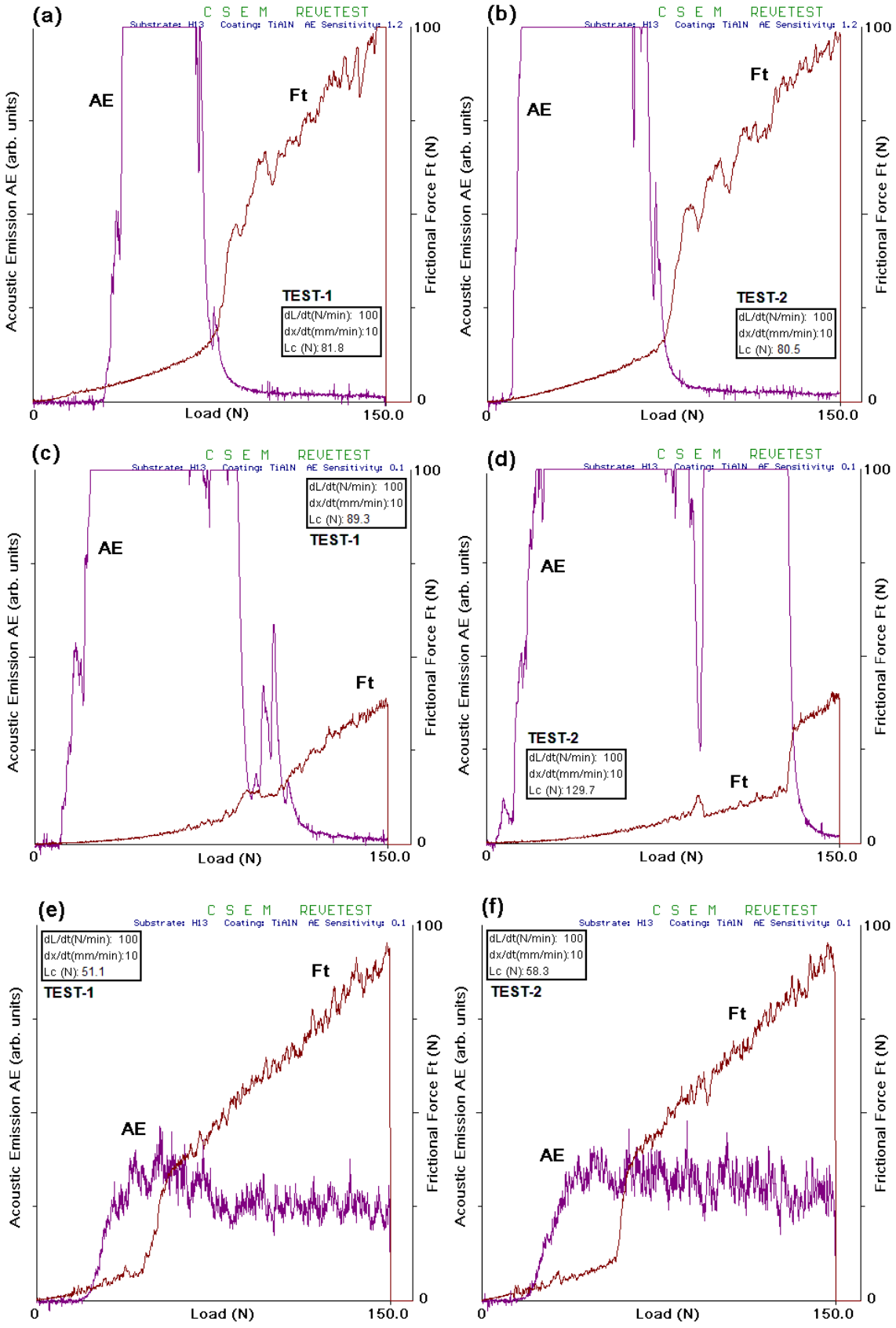
EK-1



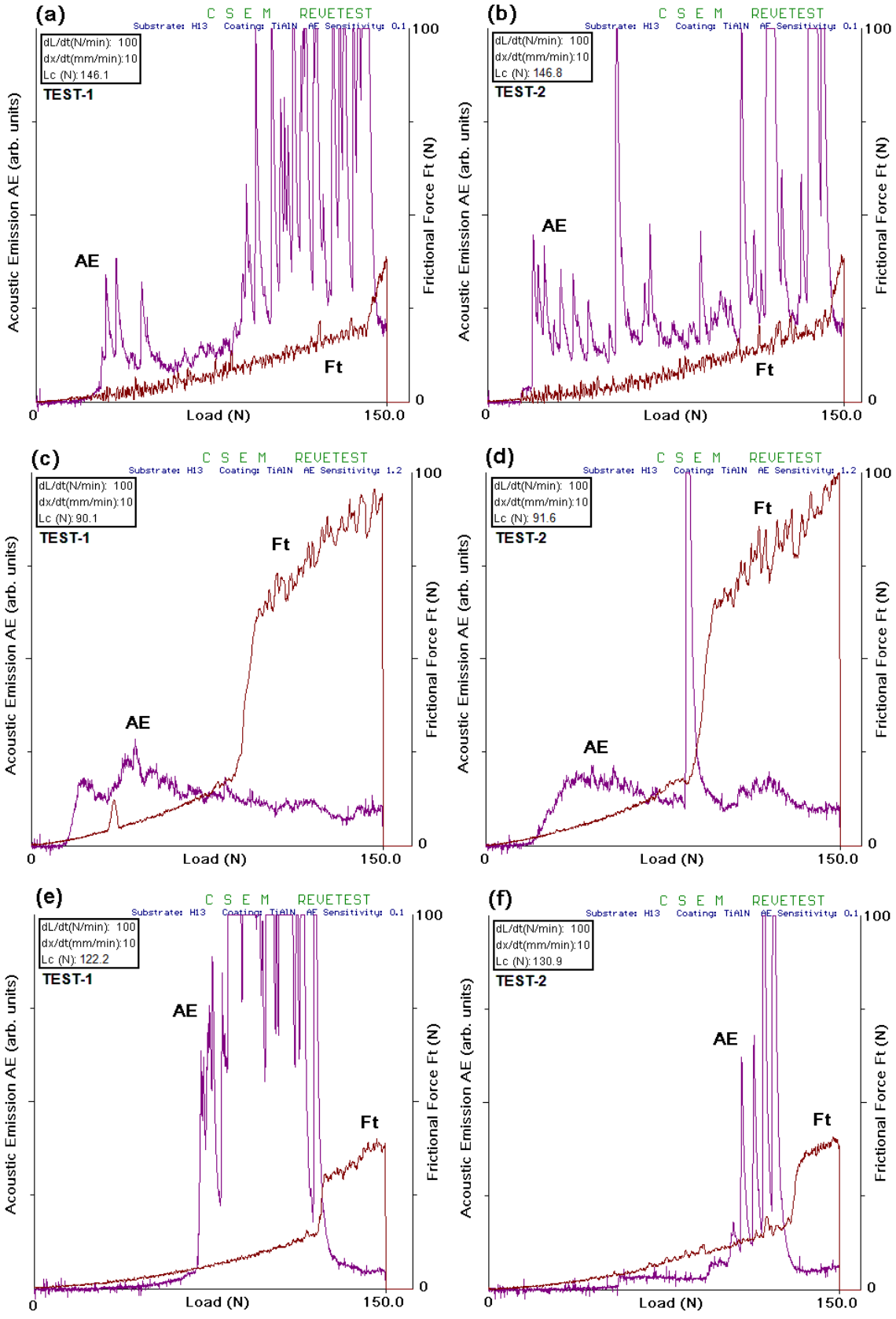
Şekil 1. Çizik testleri sonucu elde edilen akustik emisyon-yük-sürtünme kuvveti grafikleri: Sıra no a) 1 (test-1), b) 1 (test-2), c) 2 (test-1), d) 2 (test-2), e) 3 (test-1), f) 3 (test-2) (Ref. Tablo 5.14).



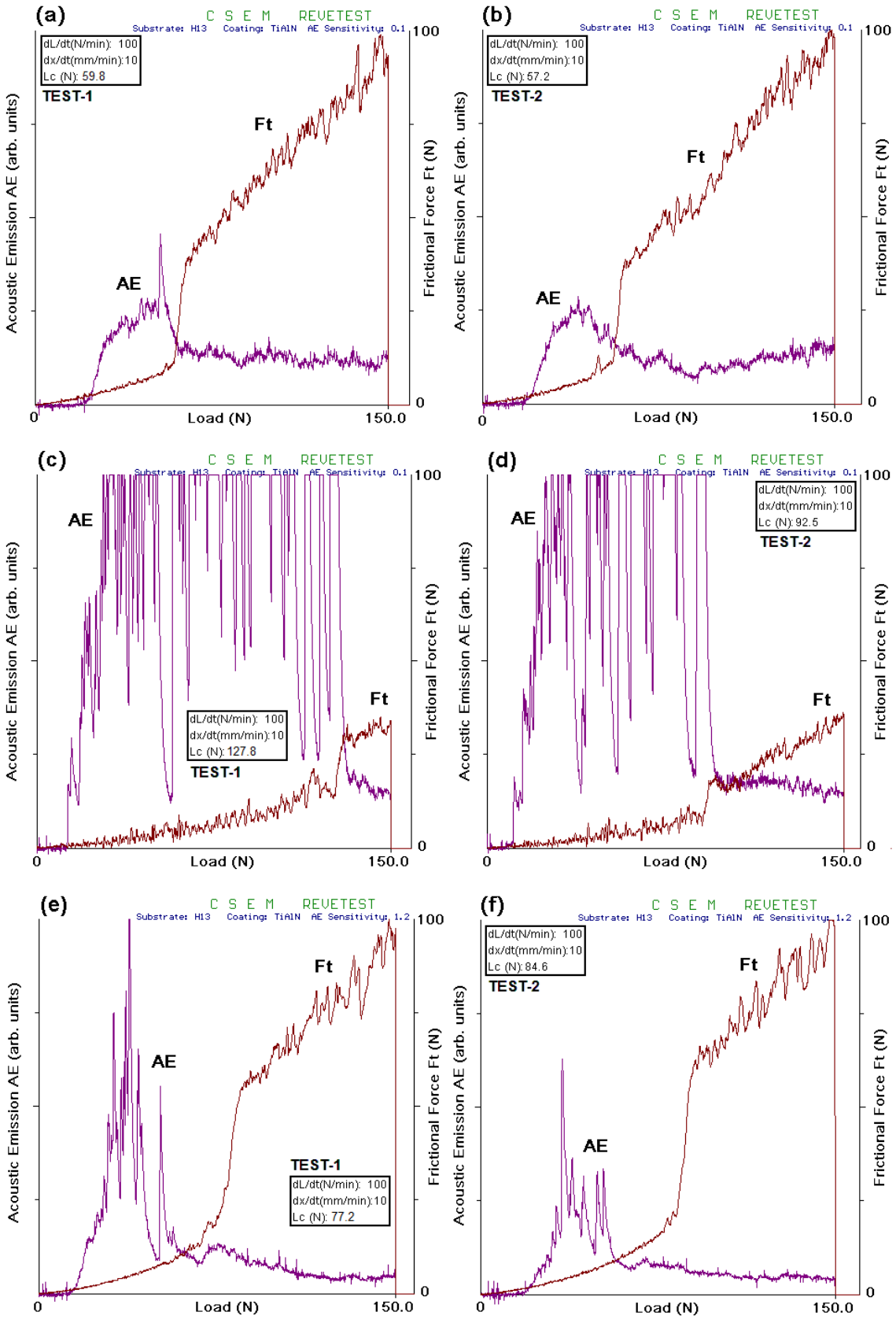
Şekil 2. Çizik testleri sonucu elde edilen akustik emisyon-yük-sürtünme kuvveti grafikleri: Sıra no a) 4 (test-1), b) 4 (test-2), c) 5 (test-1), d) 5 (test-2), e) 6 (test-1), f) 6 (test-2) (Ref. Tablo 5.14).



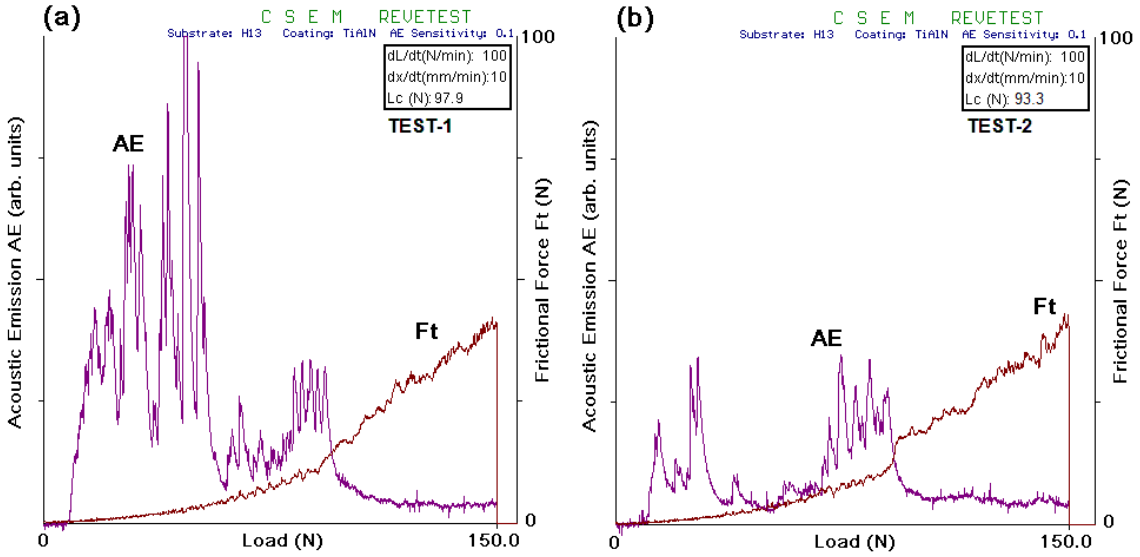
Şekil 3. Çizik testleri sonucu elde edilen akustik emisyon-yük-sürtünme kuvveti grafikleri: Sıra no a) 7 (test-1), b) 7 (test-2), c) 8 (test-1), d) 8 (test-2), e) 9 (test-1), f) 9 (test-2) (Ref. Tablo 5.14).



Şekil 4. Çizik testleri sonucu elde edilen akustik emisyon-yük-sürtünme kuvveti grafikleri: Sıra no a) 10 (test-1), b) 10 (test-2), c) 11 (test-1), d) 11 (test-2), e) 12 (test-1), f) 12 (test-2) (Ref. Tablo 5.14).



Şekil 5. Çizik testleri sonucu elde edilen akustik emisyon-yük-sürtünme kuvveti grafikleri: Sıra no a) 13 (test-1), b) 13 (test-2), c) 14 (test-1), d) 14 (test-2), e) 15 (test-1), f) 15 (test-2) (Ref. Tablo 5.14).



Şekil 6. Çizik testleri sonucu elde edilen akustik emisyon-yük-sürtünme kuvveti grafikleri: Sıra no a) 16 (test-1), b) 16 (test-2) (Ref. Tablo 5.14).

ÖZGEÇMİŞ

1979 yılında Edirne'de doğan Soner SAVAŞ, lisans öğrenimini Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makina Mühendisliği Bölümü'nde 2001'de tamamlamış ve aynı üniversitenin Fen Bilimleri Enstitüsü'nde yüksek lisans öğrenimine başlamıştır. 2002 yılında Araştırma Görevliliği kadrosuna atanan Soner SAVAŞ, 2004 yılında yüksek lisans öğrenimini tamamlayarak doktora öğrenimine başlamıştır. Halen Araştırma Görevliliği görevini sürdürmekte olup, yüzey mühendisliği, PVD kaplama metotları ve triboloji alanlarında çalışmaktadır.

Adres: Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi,
Makina Mühendisliği Bölümü, 38039 Talas / KAYSERİ
Tel: 0352 / 437 49 01 - 32089
e-posta: ssavas@erciyes.edu.tr

YAYINLAR

1. Kenan Danisman, Sengül Danisman, Soner Savas, Ilker Dalkiran, Modelling of the hysteresis effect of target voltage in reactive magnetron sputtering process by using neural networks, Surface and Coatings Technology, Volume 204, Issue 5, 15 December 2009, Pages 610-614

Surface & Coatings Technology 204 (2009) 610–614

Contents lists available at ScienceDirect

Surface & Coatings Technology

journal homepage: www.elsevier.com/locate/surfcoat

Modelling of the hysteresis effect of target voltage in reactive magnetron sputtering process by using neural networks

Kenan Danisman [a,c,*], Sengül Danisman [b,c], Soner Savas [b,c], Ilker Dalkiran [a]

[a] Faculty of Engineering, Department of Electrical and Electronics Eng., Erciyes University, Kayseri, Turkey
[b] Faculty of Engineering, Department of Mechanical Eng., Erciyes University, Kayseri, Turkey
[c] Faculty of Engineering, Laboratory of Surface Technologies, Erciyes University, Kayseri, Turkey

ARTICLE INFO

Article history:
Received 24 February 2009
Accepted in revised form 28 August 2009
Available online 10 September 2009

Keywords:
PVD
Magnetron sputtering
Hysteresis effect
Modelling
Neural network

ABSTRACT

Reactive sputtering process is very non-linear and usually exhibits hysteresis behaviour with respect to the reactive gas flow. Most of the problems encountered in the preparation of non-stoichiometric compound films by reactive sputtering are due to the hysteresis effect. Therefore, a considerable amount of effort has been devoted to find means for its elimination or ensuring a stable sputtering in the transition mode. This paper presents a new approach based on Artificial Neural Networks (ANNs) for modelling of the hysteresis effect of target voltage at different target power levels and reactive gas flow rates in reactive sputtering. Based on this model, it is possible to predict the target voltage in reactive magnetron sputtering processes, when the target power level, reactive gas flow rate and its direction are used as inputs to the artificial neural network (ANN). The proposed ANN is trained in different structures with the use of learning algorithms to obtain better performance and faster error convergence. Broyden–Fletcher–Goldfarb Shanno (BFGS) algorithm gives the best result among other learning algorithms used in the analysis. The training and test data required to develop the ANN model are obtained from the experimental studies. Both the training and the test results are in very good agreement with the experimental results obtained in this work.

© 2009 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

Reactive magnetron sputtering is the sputtering of a metallic target in the presence of a reactive gas that will react with the metal atom ejected from the target surface and it is a widely used technique to deposit oxides, nitrides, carbides or their combinations [1,2]. During the reactive magnetron sputtering using a metallic target, a reactive gas is added to the process to deposit compound material. However, the addition of the reactive gas causes not only the formation of the compound material on the substrate but also on the target surface. It is the reaction on the target surface that leads to the classic reactive sputtering problem called target poisoning. If flow control of reactive gas is used, a change in the plasma impedance, an abrupt increase in the system pressure (or more precisely, in the reactive gas pressure), an abrupt increase or decrease on the cathode (target) voltage depending on the target material [3], a drastic drop in the deposition rate and a change in the stoichiometry are seen at some rate of reactive gas flow. Therefore, reactive sputtering process exhibits quite complex processing behaviour when flow control of reactive gas is used [4–6]. Prior to film deposition, the power–voltage–reactive gas flow characteristics of the process need to be investigated in order to establish a process map of ideal working conditions for the deposition rate and composition.

The field of ANNs is extremely vast and interdisciplinary, drawing attention in many different areas of engineering [7,8] such as measurement and plasma sciences [9,10]. It provides a neurocomputing approach for solving complex problems especially in non-linear system modelling where the network itself is a non-linear system. This is extremely useful when the area of interest is absolutely non-linear, including the experimental data that is used for training.

In this study, the hysteresis effect of target voltage, under a constant partial pressure of non-reactive gas for different target power levels and reactive gas flow rates, in the reactive magnetron sputtering process has been modelled with the use of ANNs. Neural models were trained with five different learning algorithms and the performances of these algorithms have been compared with each other.

2. Hysteresis effect and process control

Fig. 1 shows schematically the well known and important feature of reactive sputtering at a constant partial pressure (P_0) of non-reactive gas, when flow control of reactive gas is used. This feature is also known as hysteresis behaviour of reactive magnetron sputtering. Reactive magnetron sputtering process can be divided into three modes: (i) metallic, (ii) transition and (iii) reactive, depending on the

* Corresponding author. Faculty of Engineering, Department of Electrical and Electronics Eng., Erciyes University, Kayseri, Turkey.

0257-8972/$ – see front matter © 2009 Elsevier B.V. All rights reserved.
doi:10.1016/j.surfcoat.2009.08.048

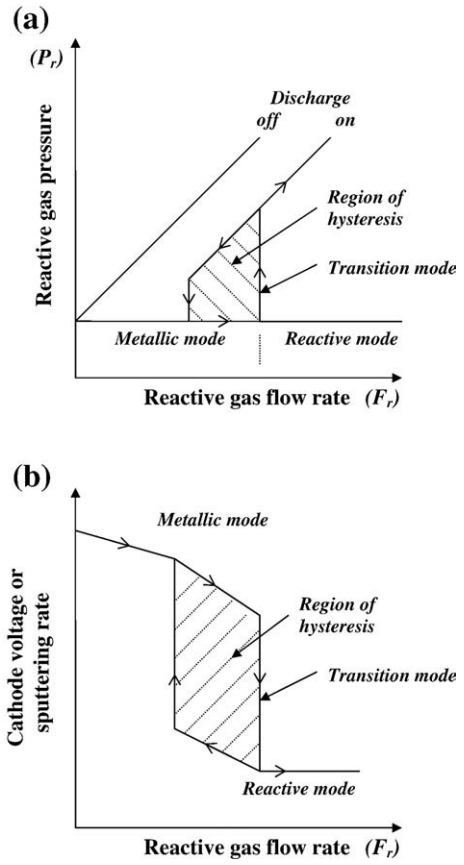


Fig. 1. Hysteresis behaviours of (a) reactive gas pressure and (b) sputtering rate or target (cathode) voltage as a function of reactive gas flow rate.

amount of reactive gas used [4]. At low values of the reactive gas flow, almost all the available reactive gas is gettered by the sputtered metal (Fig. 1a). As a result, no essential change in reactive gas pressure and target voltage is observed from the background level and the deposited film is metal-rich (metallic mode). This situation persists until the flow reaches a critical value, where the flow rate of the reactive gas (F_r) into the chamber becomes higher than the gettering rate of the sputtered metal, which then leads to a sudden increase in the partial pressure of the reactive gas (P_r). This dramatic change in the P_r is a direct result of the poisoning of the target surface. Consequently, fewer metal atoms are sputtered and less reactive gas is consumed in the reaction (reactive mode). The deposited film is then gas-rich. Any further increase in the reactive gas flow just leads to a linear increase in its partial pressure. If F_r is reduced following an increase in P_r to a high level, P_r will not decrease following the same trajectory as it increased and a return to the metallic mode is delayed. This is because P_r remains high until the compound layer on the surface of sputtered target is fully removed and metal is again exposed to be sputtered once more. As a result, the consumption of reactive gas increases and P_r decreases to the background level and the deposited film is metal-rich again.

Target voltage changes depending on the target materials when the target becomes fully poisoned due to the increased or decreased secondary electron emission coefficient of the nitrided or oxided target surface [3]. For example, in the case of titanium or chromium, the target voltage increases with increasing reactive gas partial pressure. In contrast, the target voltage decreases sharply when aluminium or silicon is used as a target material. An example for the voltage decrease case is given in Fig 1b. As it can be seen in this figure, the target voltage initially decreases as the reactive gas flow is increased, but there is a sharp decrease in the target voltage which is the point during which the target becomes poisoned. Once the target is poisoned, the target voltage remains low even when the flow is reduced. It is not until the compound layer on the target surface is broken through that the cathode voltage returns the higher values corresponding to the metallic deposition mode. A closed hysteresis loop is formed in this way. However, the sputtering rates always decrease with increasing reactive gas partial pressure.

It is sometimes very beneficial to operate the process inside the hysteresis region (transition mode). To be able to do this, however, fast and sophisticated process control systems are required. The optimum design of such a control system depends on the dynamic behaviour of the process to be controlled. This dynamic is in turn affected by a number of different parameters such as target material, reactive gas used, pumping speed or chamber volume. Models describing the dynamic behaviour of the reactive sputtering have been described elsewhere [11,12]. Several control methods of process stabilization and methods of control to prevent instability have been summarized in the references [4] and [5]. Plasma emission monitoring (PEM) and target voltage control techniques have been proved to be very reliable in controlling reactive sputtering processes. Especially, target voltage control technique is a simple and inexpensive method. However, the target voltage control can only be used under the conditions where the voltage difference between the metallic target material and the reaction product is sufficiently large [5].

3. Experimental

The experimental data were collected by DC reactive magnetron sputtering of TiN in an $Ar+N_2$ gas mixture. The vacuum chamber (stainless steel cylinder, 600 mm in diameter and 1000 mm in height) was evacuated by an oil diffusion pump with a water-cooled baffle and liquid-nitrogen trap down to a residual pressure of 5×10^{-4} Pa. The sputtering system has two unbalanced planar magnetrons powered by two independent 12 kW DC generators (12 MDX Advanced Energy). In the experiments, only one DC generator was used and operated in the constant-power mode. The target used was Ti (99.9%) with a size of $645\times110\times12$ mm. The base pressure was measured with a Penning gauge. High-purity Ar and N_2 were used and both gas flows were controlled by MKS mass flow controllers. The gas pressure was measured with a gas independent capacitance gauge (Baratron MKS). The sputtering system used has also a plasma emission monitoring (PEM) system for monitoring and controlling the reactive sputtering processes for the production of high-quality films reproducibly.

To study the influence of the target poisoning on the discharge voltage, measured at different constant powers, the following experimental procedure was used. First, the target was sputter cleaned in pure Argon (8 mTorr) in order to remove the surface oxide and nitride layer on the target surface with a desired DC power until a constant discharge voltage was reached. Then, the base pressure of chamber was adjusted to 3 mTorr using throttle valve and the target voltage was registered. Argon flow was always 20 sccm, in all experiments. Following this, a given flow of nitrogen was introduced in the chamber. After 2 min, the target voltage was registered and the nitrogen flow rate was further increased and then the target voltage was registered again. When the nitrogen flow reached the critical value, the target voltage increased dramatically due to the formation of a compound layer consisting of nitride on the target surface. This process was reversed by decreasing the nitrogen flow stepwise. As stated before, this compound layer usually exhibits a much lower sputtering yield than that of the pure elemental target. As the gas flow was reduced, the target voltage did not follow the same path and hysteresis behaviour was observed.

The experimental dependences of the discharge voltage on nitrogen flow at different constant discharge powers are depicted in Fig. 2 for the metallic nitride TiN and the process parameters are summarized in Table 1. Fig. 2 also shows the dependence of power on the target voltage. As it can be seen in this figure, an increase in DC

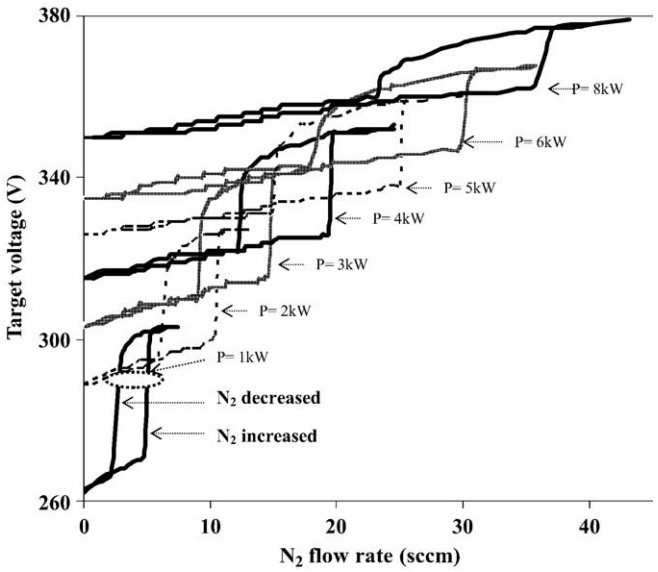


Fig. 2. Measured target voltage for different power levels as a function of reactive gas flow rate.

power level causes an increase in the width of the hysteresis curve but a decrease in the voltage difference between metallic and compound targets.

4. Artificial neural network

An ANN is a powerful data modelling tool that is able to capture and represent complex input/output relationships. The development of this network technology stems from the desire to develop an artificial system that can perform intelligent tasks similar to those performed by the human brain. Although there are a lot of differences between ANNs and human brains, both of them acquire knowledge through learning and the knowledge is stored between neuron connection strengths known as synaptic weights. The power and advantage of ANNs lie in their ability to represent both linear and non-linear relationships and to learn these relationships directly from the data being modelled.

ANNs can be defined as a set of elementary processing units that communicate with each other by weighted connections. Each unit receives input signals from neighboring units or external sources and gives an output signal, which propagates to other units or constitutes a part of the network output. In order to design an ANN, three characteristics must be identified: (i) the neuron model, which is the single processing unit; (ii) the network architecture, which defines the connections of the processing units; (iii) the learning algorithm, which evaluates the weights of the connections.

Each neuron is characterized by an activation function that provides the link among their inputs and output. The activation function is a non-decreasing function and, generally, it is a threshold-like function such as hard limiting threshold function (sign function), linear or semi-linear function, and smoothly limiting threshold (sigmoid function) [7]. The neurons can be connected in different ways depending on the target, thus giving different network architectures. These networks may give rise to parallel processing with particular properties such as the ability to adapt or learn, to cluster or organize data, or to approximate non-linear functions.

Table 1
Experimental parameters and ranges.

Parameters	Range	Unit
Target area	709.5	cm^2
Target power	1–8	kW
Target voltage	260–380	V
Target current density	5–30	mA/cm^2
Base pressure	3	mTorr
Flow rate of Ar	20	sccm
Flow rate of N_2	0–40	sccm

ANNs have many structures and architectures [8,13]. Multilayer perceptron (MLP) is the most commonly used class of feed-forward networks for constructing non-linear transfer functions among continuous-valued inputs and one or more continuously valued outputs. They consist of input, output and one or more hidden layers with a predefined number of neurons. The neurons in the input layer only act as buffers for distributing the input signals x_i to neurons in the hidden layer. Each neuron j in the hidden layer sums up its input signals x_i, after weighting them with the strengths of the respective connections w_{ji} from the input layer and computes its output y_j as a function f of the sum, namely

$$y_j = f(\sum w_{ji} x_i) \tag{1}$$

where f is one of the activation functions used in ANN architecture. The output of neuron in the output layer is computed similarly. The hidden layers, which incorporate non-linear activation functions, allow modelling of complex input/output relationships between multiple inputs and outputs. Inputs are connected to the first hidden layer by one set of weights and the second hidden layer is connected to output layer by another set of weights. Training of a network is accomplished by tuning these weights to give the desired response by the use of a learning algorithm.

It is possible to prove that this architecture, when it is trained with the back-propagation (BP) learning algorithm for determining the weights of connections, is able to perform any transformation. The BP algorithm is based on a learning rule by which the weights are evaluated in order to minimize the sum of squared differences between the desired and actual values of the output neurons, namely:

$$E = \frac{1}{2}\sum (y_{dj} - y_j)^2 \tag{2}$$

where y_{dj} is the desired value of output neuron j and y_j is the actual output of that neuron. Each weight w_{ji} is adjusted by adding an increment Δw_{ji} to it. Δw_{ji} is selected to reduce E as rapidly as possible. The adjustment is carried out over several training iterations until a satisfactorily small value of E is obtained or a given number of iteration is reached. How Δw_{ji} is computed depends on the training algorithm adopted. The alteration of weights is affected by two parameters, namely learning rate and momentum coefficient. The learning rate defines the range of the changes in the connection weights. The momentum coefficient is introduced to improve the learning process and it works by adding a term to the weight adjustment that is proportional to the previous weight change [7]. In this study, neural network toolbox of Matlab has been used for the ANN simulations. It selects the most suitable values for learning rate and momentum coefficient optimally and their values were set to 0.01 and 0.8 respectively.

The standard BP algorithm suffers from a few drawbacks such as the risk to converge in local minima and a long computation time. To improve performance, five different type high performance BP training algorithms which use different optimization techniques were used in this study. It is very difficult to know which training algorithm will be the fastest for a given problem, and the best one is usually determined heuristically and verified experimentally. The algorithms used to train ANNs are Levenberg–Marquardt (LM), Broyden–Fletcher–Goldfarb–Shanno (BFGS), Bayesian Regularization (BR), Conjugate Gradients (CGs) and Resilient Back-propagation (RP) algorithms. These algorithms are briefly explained below.

Levenberg–Marquardt (LM) method: the LM algorithm is designed to approach second-order training speed without having to compute the Hessian matrix. The method combines the best features of the Gauss–Newton technique and the steepest-descent method, but avoids many of their limitations [8,15].

Broydon–Fletcher–Goldfarb–Shanno (BFGS) method: this method uses an update formula derived from the quasi-Newton update of Hessian. It requires the storage of the approximate Hessian matrix and has more computation in each iteration than conjugate gradient algorithms, but usually converges in less iteration [14].

Bayesian regularization (BR) method: this method is the modification of the Levenberg–Marquardt training algorithm to produce a well-generalized network. It minimizes a linear combination of squared errors and weights. This algorithm can train any network as long as its weight, inputs, and activation functions have derivative functions [16,17].

Conjugate gradients (CGs) method: this algorithm is a second-order method, which restricts each step direction to be conjugate to all previous step directions. This restriction simplifies the computation greatly because it is no longer necessary to store or calculate the Hessian or its inverse. There are a number of versions of CGs (Polak–Ribiere, Fletcher–Reeves, and Powell–Beale) [18]. Polak–Ribiere's version of CGs is used in this article.

Resilient Back-Propagation (RP) method: the purpose of this method is to eliminate the harmful effects of the magnitudes of the partial derivatives. Only the sign of the derivative is used to determine the direction of the weight update; the magnitude of the derivative has no effect. The size of the weight change is determined by a separate update value [19].

4.1. Modelling of the hysteresis behaviour of target voltage using ANNs

The proposed technique involves an ANN to estimate the target voltage (ANN output) when the reactive gas flow, its direction (increasing or decreasing) and target power are given as inputs. The neural estimator model used for calculating the target voltage is shown in Fig. 3. Training the ANN with the use of mentioned learning algorithms to calculate the target voltage involves presenting it with different sets of input values and corresponding measured target voltage. Differences between the target output (measured target voltage, V_{me}) and the actual output of the ANN (V_{ann}) are evaluated by the learning algorithm to adapt the weights. The experimental data presented in Fig. 2 are used in this investigation. The ANN is trained with different sets of target power levels of 1, 2, 4 and 8 kW. However, the performance of the final network with the training set is not an unbiased estimate of its performance on the universe of possible inputs, and an independent test set is required to evaluate the network performance after training. Therefore, the other data sets obtained for the power level of 6 kW are used in the test process. The input and output data tuples are normalized between 0.0 and 1.0 before training.

In this study, several network geometries were tested varying the number of hidden layers (1 or 2) and the number of neurons in each hidden layer. After several trials with different learning algorithms and with different network configurations, the best performance was obtained by a network with two hidden layers. It was found that the most suitable network configuration is $3\times16\times16\times1$ with the BFGS Quasi-Newton algorithm. This means that the number of neurons is 16 for the first and second hidden layers. The input and output layers have the linear activation function and the hidden layers have the hyperbolic tangent sigmoid activation function. The training was performed for 500 epochs. It is important to note that the criteria for too small and too big hidden layer neuron numbers depend on a large number of factors, including ANN type, training set characteristics and type of application. This topic is still under special attention of artificial intelligence researchers today.

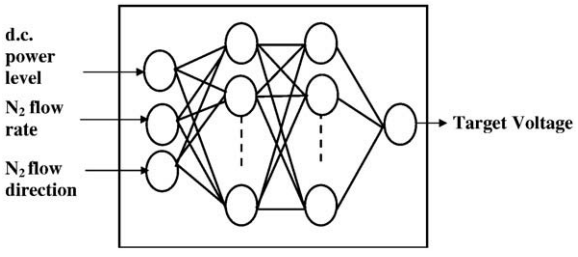


Fig. 3. Neural model used for the calculation of target voltage.

5. Results and discussion

The developed ANN models were trained and tested with the use of five different learning algorithms, BFGS, LM, BR, CFG, and RP to obtain better performance and faster convergence with simpler structure. The sum of mean square errors (MSE) for the training and test data indicates the accuracy of proposed model. Table 2 shows the errors from the complete learning algorithms used in the analysis for the different network configuration mentioned above. When the performances of the neural models are compared with each other, the best result for the test is obtained from the model trained with the BFGS Quasi-Newton algorithm. The training and test mean square errors (MSE) of the network for 6 kW power level are 5.99×10^{-4} and 1.79 respectively. Fig. 4 clearly shows that the test results obtained from ANN (V_{ann_test}) are very close to measured target voltage (V_{me}), for 6 kW power level. As it is clearly seen from Table 2, the next solution which is closer to BFGS is obtained from BR algorithm. Among neural models presented here, the worst results are obtained from the LM algorithm for this particular application. The training and/or the testing time takes only a few seconds after finding the most suitable network configuration and learning algorithm. The real-time calculation time is in the order of microseconds. Therefore the neural model is very fast after being trained and it requires no complicated mathematical functions.

These models can be implemented in a personal computer for the estimation of target voltage in the transition mode without possessing any strong background knowledge of a reactive magnetron sputtering system. The target voltage can be changed using reactive gas flow or DC power as control parameters. The target voltage may be measured and used to supply an electrical signal to the process controller to control the partial pressure of the reactive gas by adjusting the admission rate of the reactive gas to the system. The controller compares its input signal (target voltage) with the desired set-point that ANN found and gives the appropriate command to the gas flow control valve (especially piezoelectric valve) to admit or disallow a flow of the reactive gas to the system until the magnitudes of both signals are equal. Target voltage can also be controlled by using a constant voltage mode at the DC power generator at a constant reactive gas flow rate. In this control, the power generator changes the DC power to maintain a set target voltage that is found by the ANN.

Theoretically, neural network models are a kind of black box models, whose accuracy depends on the data presented to it during

Table 2
The mean square errors (MSE) obtained from ANN models trained with different learning algorithms for the calculation of target voltage.

Neural models trained with	ANN structures	MSE for training	MSE for test
BFGS	$3\times16\times16\times1$	5.99×10^{-4}	1.79
BR	$3\times15\times17\times1$	2.25×10^{-5}	2.71
RP	$3\times18\times16\times1$	1.69×10^{-3}	2.90
CGP	$3\times16\times20\times1$	1.19×10^{-3}	3.18
LM	$3\times15\times15\times1$	4.76×10^{-5}	5.62

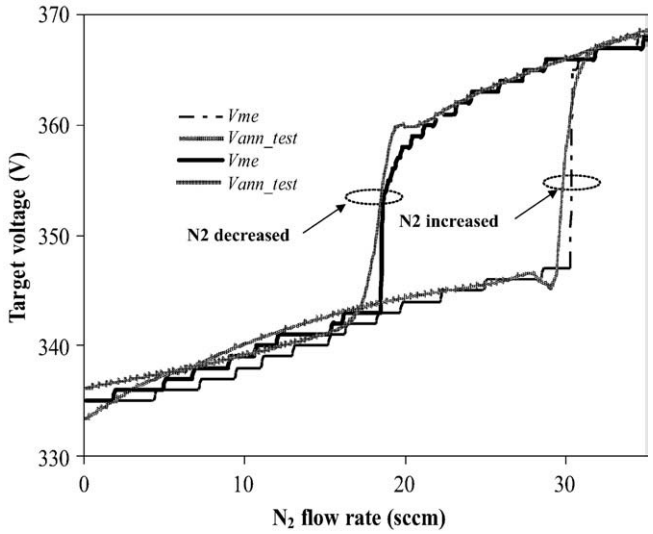


Fig. 4. Measured (V_{me}) and calculated (V_{ann_test}) target voltage for 6 kW power level as a function of reactive gas flow rate.

training. A good collection of the training data, i.e., data which is well-distributed, sufficient, and accurately measured–simulated, is the basic requirement to obtain an accurate model. Many studies have shown that ANNs work well in the range of input data that were used for training. On the other hand, their performance deteriorates if during application the input data are out of this range. It is noted that, the developed ANN was trained and tested with the experimental data obtained from the system explained in the experimental section. Therefore, the proposed model can be efficiently used in the applications where the input data fall into the training data used in this study.

6. Conclusion

In this paper, a technique based on ANN for modelling of hysteresis behaviours of target voltage in reactive magnetron sputtering was proposed. It is found that the $3\times16\times16\times1$ multilayer perceptron network trained with BFGS algorithm is the most accurate architecture for prediction of target voltage. Using the results, one can control the sputtering process in the transition region. The proposed technique can also be applied to the hysteresis behaviour of reactive gas pressure or sputtering rate in reactive magnetron sputtering. In this work, we have chosen to study reactive sputtering of titanium in a mixed argon and nitrogen atmosphere but the results are generally applicable for any other reactive sputtering process. The ANN models presented here have high accuracy and require no complicated mathematical functions, they can be useful for process control engineers for the prediction of the overall different system responses at the design stage. In future, we hope to develop a compact neural model with different neural network architectures and learning algorithms for the modelling of hysteresis effects including different target materials and reactive gases for compound film production such as TiAlN or TiCN.

Acknowledgment

This work was supported by Erciyes University, Department of Research Projects under the Project No: FBT-07-50.

References

[1] S. Venkataraj, D. Severin, S.H. Mohamed, J. Ngaruiya, O. Kappertz, M. Wuttig, Thin Solid Films 502 (2006) 228.
[2] M.E. Graham, W.D. Sproul, Society of Vacuum Coaters, 37th Annual Technical Conference Proceedings, 1994, p. 275.
[3] R. Mientus, K. Ellmer, Surf. Coat. Technol. 116–119 (1999) 1093.
[4] J. Musil, P. Baroch, J. Vlcek, K.H. Nam, J.G. Han, Thin Solid Films 475 (2005) 208.
[5] I. Safi, Surf. Coat. Technol. 127 (2000) 203.
[6] W.D. Sproul, D.J. Christie, D.C. Carter, Thin Solid Films 491 (2005) 1.
[7] S. Haykin, Neural Networks: A Comprehensive Foundation, 2nd edn., Prentice Hall, New Jersey, 1999.
[8] F.M. Ham, I. Kostanic, Principles of Neurocomputing for Science and Engineering, Mc-Graw Hill, New York, 2001.
[9] K. Danisman, I. Dalkiran, F.V. Celebi, Measurement 39 (2006) 695.
[10] B. Kim, W.S. Hong, IEEE Transaction on Plasma Science 32 (2004) 84.
[11] S. Berg, T. Nyberg, Thin Solid Films 476 (2005) 215.
[12] D. Depla, S. Heirwegh, S. Mahieu, R. De Gryse, J. Phys. Appl. Phys. 40 (2007) 1957.
[13] R. Rojas, Neural Networks, A Systematic Introduction, Springer-Verlag, New York, 1996.
[14] J.E. Dennis, R.B. Schnabel, Numerical Methods for Unconstrained Optimization and Nonlinear Equations, Prentice-Hall, New Jersey, 1983.
[15] M.T. Hagan, M. Menhaj, IEEE Neural Networks 5 (6) (1994) 989.
[16] F.D. Foresee, M.T. Hagan, Proc. of Int. Conference on Neural Networks ICNN'97, 1997, p. 1930.
[17] D.J.C. MacKay, Neural Computation 4 (1992) 415.
[18] M.T. Hagan, H.B. Demuth, M.H. Beale, Neural Network Design, PWS Publishing, Boston, 1996.
[19] M. Riedmiller, H. Braun, Proceedings of the IEEE International Conference on Neural Networks 1 (1993) 586.