FARKLI ALAŞIM ORANLARINA SAHİP 4 FARKLI MALZEME İÇİN DLC KAPLAMA KALİTESININ BİAS DEĞERLERINE GÖRE DEĞIŞIMININ İNCELENMESI

Sercan TÜRE



T.C

ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FARKLI ALAŞIM ORANLARINA SAHİP 4 FARKLI MALZEME İÇİN DLC KAPLAMA KALİTESİNİN BİAS DEĞERLERİNE GÖRE DEĞİŞİMİNİN İNCELENMESİ

Sercan TÜRE ORCID NO: 0000-0003-0632-5204

Prof. Dr. Mustafa Cemal ÇAKIR ORCID NO: 0000-0003-0816-4029 (Danışman)

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

BURSA-2020

Her Hakkı Saklıdır.

TEZ ONAYI

Sercan Türe tarafından hazırlanan "FARKLI ALAŞIM ORANLARINA SAHİP 4 FARKLI MALZEME İÇİN DLC KAPLAMA KALİTESİNİN BİAS DEĞERLERİNE GÖRE DEĞİŞİMİNİN İNCELENMESİ" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Mustafa Cemal ÇAKIR

Üye: Prof. Dr. Mustafa Cemal ÇAKIR
ORCID NO: 0000-0003-0816-4029
Uludağ Üniversitesi
Mühendislik Fakültesi
Makine Mühendisliği Bölümü

Üye : Prof. Dr. Agah UĞUZ ORCID NO: 0000-0002-9244-3671 Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü

İmza



Üye : Doc. Dr. Hüseyin LEKESİZ ORCID NO: 0000-0003-3350-1509 Bursa Teknik Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü



Yukarıdaki sonucu onaylarım. Prof. Dr. Hüseyin Aksel EREN Enstitü Müdürü

U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

27 / 02 / 2020

İmza Sercan TÜRE

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

FARKLI ALAŞIM ORANLARINA SAHİP 4 FARKLI MALZEME İÇİN DLC KAPLAMA KALİTESİNİN BİAS DEĞERLERİNE GÖRE DEĞİŞİMİNİN İNCELENMESİ

Sercan TÜRE

Uludağ Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Mustafa Cemal ÇAKIR

Bu tez kapsamında; pratik uygulamalar için geliştirilmiş, mekanik, tribolojik, termal ve korozif açıdan iyi özelliklere sahip, elmas benzeri karbon (DLC) ince filmlerin farklı alaşım oranlarına sahip metallere yapışma kalitesi incelenmiştir. DLC kaplama işlemi, PE-CVD prosesinde, iki farklı 'bias' parametresi kullanılarak yazılan programlar ile X40CrMoV5-1, 16MnCr5, 304 paslanmaz çelik ve K40XF sert metal malzemelerine uygulanmıştır.

Farklı alaşım oranlarına sahip metallerin DLC kaplama kalitesi ve 'bias' parametresinin sonuçlara olan etkisi, laboratuvar ortamında yapılan mikroskobik incelemeler ve literatürde yer alan; kaplama kalınlığı, yapışma testi ve mikro sertlik ölçümleri yapılarak analiz edilmiştir.

Bu incelemeler sonucunda, farklı alaşım oranlarına sahip metallerin ölçüm sonuçları arasında bir fark görülmemiş olup, farklı alaşım oranlarına sahip metallerin PE-CVD prosesi ile DLC kaplanabildiği gösterilmiştir. Buna paralel 'bias' parametresinin sonuçlara olan etkisi incelendiğinde, 'bias' parametresinin -200V'tan -250V'a çıkarılması, ortamdaki iyonizasyonu arttırmış olup, DLC kaplamanın daha sert ve daha kalın olmasını sağlamıştır.

Anahtar Kelimeler: metal, farklı alaşım oranları, DLC kaplama, PE-CVD, bias parametresinin kaplama kalitesi üzerine etkisi, ölçüm

2020, viii+52 sayfa.

ABSTRACT

MSc Thesis

INVESTIGATING DLC COATING QUALITY ACCORDING TO VARIATIONS IN BIAS VALUES FOR 4 DIFFERENT MATERIALS HAVING DIFFERENT ALLOYING ELEMENTS

Sercan TÜRE

Uludag University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Mechanical Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Mustafa Cemal ÇAKIR

Diamond like carbon (DLC) thin films are known by having good mechanical, tribological, thermal and corrosive properties for practical applications. Because of these encouraging features, we investigated the capability and the quality of DLC thin film coating to metals with different alloying ratios. DLC coating was applied by using PE-CVD process with two different 'bias' parameters on four different materials, which are X40CrMoV5-1, 16MnCr5, 304 stainless steel and K40XF hard metal.

The microscope view, coating thickness, adhesion test and micro hardness were investigated, which are commonly mentioned in literature. In order to understand the effects of metals with different alloy ratios and the 'bias' parameter change on DLC coating quality.

As a summary of these investigations, no difference was observed between metals with different alloy ratios results. Therefore, we can say that, metals with different alloy ratios could be DLC coated by PE-CVD process. Moreover, when the effect of the 'bias' parameter on the results was examined, the increase of the 'bias' parameter from -200V to -250V, provided increased ionization in the chamber and as a result, it made the DLC coating harder and thicker.

Keywords: steel, different alloy proportion, DLC coating, PE-CVD, effect of bias parameter on coating Quality, measurement

2020, viii+52 pages

TEŞEKKÜR

Hayatım boyunca desteklerini esirgememiş olan aileme, tez çalışmamda ve yüksek lisans eğitimim boyunca bana yol göstermiş olan değerli danışman hocam Prof. Dr. Mustafa Cemal Çakır 'a, bilgileri ve tecrübeleriyle tez çalışmamda bana destek olan Soner Gökdeniz'e, Tuncay Şen'e ve Ahmet Ülker'e teşekkürlerimi sunarım.

Sercan TÜRE 27.02.2020

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇIZELGELER DIZINI	
 GIRIŞ Neden DLC (Elmas Benzeri Karbon) Kanlama? 	1 1
1.2 DLC Kaplamanın Tarihcesi	1
1.3. DLC Kaplamanın Uygulama Alanları	1
1.4. DLC Kaplama Bağ Yapıları	2
1.5. DLC Filmin Özelliklerine Genel Bir Bakış	5
1.6. Yüzey Kaplama Teknikleri	9
1.7. Buhar (Plazma) Fazında Kaplama Teknikleri	
1.8. CVD'nin Farklı Uygulama Yöntemleri Hakkında Genel Bilgi	11
2. KURAMSAL TEMELLER	14
2.1. Çelik Nedir?	14
2.1.1. Çeliklerin Temel Özellikleri	14
2.1.2. Çelikler Sınıflandırılması	14
2.2. Triboloji	16
2.2.1. Aşınma	
2.2.2. Sertlik ve Sürtünme	21
2.2.3. Kayganlık ve Akışkanlık	
3. MATERYAL VE YÖNTEM	
3.1. Numune Hazırlama	
3.2. PECVD Kaplama Prosesi	
3.3. Zeiss Evo50 SEM ve EDX	
3.4. Zeiss Reflektometre	
3.5. Revetest Scratch Tester	
3.6. Fischerscope HM2000	
4. BULGULAR	
4.1. SEM Görselleri ve EDX Sonuçları	
4.2. Kaplama Kalınlığı Ölçüm Sonuçları	

4.3. Yapışma Testi Sonuçları	41
4.4. Mikro Sertlik Ölçüm Sonuçları	45
5. TARTIŞMA VE SONUÇ	48
KAYNAKLAR	51
ÖZGEÇMİŞ	52

KISALTMALAR DİZİNİ

Kısaltmalar	Açıklama
CVD	Chemical Vapor Deposition (Kimyasal Buhar Biriktirme)
DLC	Diamond Like Carbon (Elmas Benzeri Karbon)
EDX	Energy Dispersive X-Ray Composition Analysis (Enerji
	Yayılımlı X-Işını Analizi)
HFK	Haftungfestigkeit (Adhesion Test – Yapışma Testi)
PE-CVD	Plasma Enhenced Chemical Vapor Deposition (Plazma
	Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme)
PVD	Physical Vapor Deposition (Fiziksel Buhar Biriktirme)
SEM	Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron
	Mikroskobu)
XPS	X-Ray Photoelectron Spectroscopy (X-Işını Fotoelektron
	Spektroskopisi)

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1. Olası σ ve π bağ yapıları ile karbon atomunun üç hibridizasyon	•
yapılandırması	2
Şekil 1.2. a-C ve a-C:H'nin elmas benzeri karakterinin birikme iyon enerjisinin farklı	1
değerleri için değişimi	4
Şekil 1.3. Si malzeme yüzeyinde ki DLC'yi inceleyen bir XPS örneği	5
Şekil 1.4. sp2, sp3 ve hidrojen içerikleri bakımından çeşitli DLC filmlerin üçlü faz	
diyagramı	6
Şekil 1.5. Yüzey kaplama teknikleri ve alt başlıkları	10
Şekil 2.1. Paslanmaz çeliklerin %Cr içeriği ve korozyon arasındaki ilişkisi	. 16
Şekil 2.2. Triboteknik sistemin genel gösterimi ve fonksiyonları	17
Şekil 2.3. Sertlik ve sürtünme katsayısına göre kaplamaların sınıflandırılması ve özel	
karbon bazlı kaplamaların durumunun vurgulanması	22
Şekil 2.4. Fn sürtünme (veya teğetsel) kuvvetini etkileyen temel katkının şematik	
diyagramı	23
Şekil 2.5. Hidrojenli yüzeyde süper akış sürtünme olaylarını açıklayan model	25
Şekil 3.1. Parçaların taşlamasında kullanılan CF400 serisi Ghiringhelli Taşlama	
Makinesi	
Şekil 3.2. Numune parça görüntüsü ve boyutlandırması	
Şekil 3.3. Gruplandırma örneği: C grubuna ait 1 numaralı parçaya ait görsel	27
Sekil 3.4. Kaplama tesisinin cizim gösterimi	29
Sekil 3.5. Zeiss EVO50 SEM ve EDX Cihazı	30
Sekil 3.6. Zeiss reflektometre	
Sekil 3.7. Revetest scratch tester	32
, Sekil 3.8. Fischerscope sertlik ölcüm cihazı	
Sekil 4.1. Kaplama kalınlık sonuclarının grafik gösterimi	.41
Sekil 4.2. Yapısma testi sonuclarının grafik gösterimi	46
Sekil 4.3. Mikro sertlik sonuclarının grafik gösterimi	
,,,,,,,	-

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1. ta-C ve a-C:H elmas ile grafit özelliklerinin karşılaştırılması	7
Çizelge 1.2. DLC kaplamanın bazı –özet- özellikleri	8
Çizelge 1.3. CVD ile kaplanmış filmlerin -25°C de- özellikleri	11
Çizelge 2.1. Alaşımsız çeliklerin bileşimindeki alaşım elementlerinin üst sınırları	15
Çizelge 2.2. Farklı gövde etkileşimleri için çeşitli temas modları ve aşınma	
mekanizmaları	19
Çizelge 2.3. Farklı uygulamalar için etkileşim mekanizmaları	19
Çizelge 2.4. Farklı DLC kaplama tiplerinin; sertlik (H), Young modülü (E) ve H/E o	oran
değerleri (a: Amorf; ta: Tetrahedral amorf)	24
Çizelge 3.1. A serisi numunelerin malzeme bileşimi (X40CrMoV5-1)	27
Çizelge 3.2. B serisi numunelerin malzeme bileşimi (16MnCr5)	27
Çizelge 3.3. C serisi numunelerin malzeme bileşimi (304 kalite paslanmaz çelik)	28
Çizelge 3.4. D serisi numunelerin malzeme bileşimi (K40XF)	29
Çizelge 3.5. Deney parametreleri	30
Çizelge 4.1. Denemelerde kullanılan parçaların numaralandırılması	33
Çizelge 4.2. SEM ve EDX analizi için kullanılan parametreler	34
Çizelge 4.3. Birinci denemeye ait SEM görüntüleri	35
Çizelge 4.4. İkinci denemeye ait SEM görüntüleri	36
Çizelge 4.5. Birinci denemeye ait EDX analiz sonuçları	37
Çizelge 4.6. İkinci denemeye ait EDX analiz sonuçları	37
Çizelge 4.7. Birinci denemeye ait kaplama kalınlık ölçüm sonuçları	38
Çizelge 4.8. İkinci denemeye ait kaplama kalınlık ölçüm sonuçları	39
Çizelge 4.9. Yapışma testi parametreleri	40
Çizelge 4.10. DIN4856:2018-02 HF sınıflandırması	41
Çizelge 4.11. Birinci denemeye ait parçaların yapışma test sonuçları	42
Çizelge 4.12. İkinci denemeye ait parçaların yapışma test sonuçları	43
Çizelge 4.13. Mikro sertlik ölçüm parametreleri	44
Çizelge 4.14. Birinci denemeye ait mikro sertlik ölçüm sonuçları	45
Çizelge 4.15. İkinci denemeye ait mikro sertlik ölçüm sonuçları	46

1. GİRİŞ

1.1. Neden DLC (Elmas Benzeri Karbon) Kaplama?

DLC, elmas benzeri karbon kaplama, yüksek sertliğe ve düşük sürtünme katsayısına sahip olması sebebiyle sürtünme-aşınma olan yüzeylerde, kimyasal inertlikten dolayı korozyondan koruyucu uygulamalarda, antibakteriyel ve biyouyumluluğundan dolayı biyomalzemelerin yüzeylerinde vb. birçok uygulamada, çok farklı taban malzemelerinin yüzeyini kaplamada kullanılmaktadır. Bu tür koruyucu kaplamalarda belki de en önemli durum kaplama ve kaplanan malzeme arasındaki adezyon (yapışkanlık) ve meydana gelebilecek tekrarlı yükler altında yüzeyde tutunabilme özelliğidir. DLC kaplamalar, başta magnetron sıçratma yöntemi ve kimyasal buhar kaplama yöntemi (CVD) gibi birçok yöntem kullanılarak üretilebilmektedir (Donnet ve Erdemir 2008).

1.2. DLC Kaplamanın Tarihçesi

DLC kaplamalar ailesi, diğer tüm kaplamalar arasında üzerinde en fazla araştırma yapılan gruptur. Bu kaplamalar 1950'lerin başlarında Schmellenmeier tarafından keşfedilmiştir. Fakat yaklaşık 20 yıl sonra Eisenberg ve Chabot' un yaptığı çalışmalara kadar dikkat çekmemiştir. 80'li yıllarda bir grup araştırmacı bu kaplamalara ilgi duymuş, 90'lı yıllarda ise araştırmalar hız kazanmıştır (Donnet ve Erdemir 2008).

1.3. DLC Kaplamanın Uygulama Alanları

DLC kaplamalar iyi tribolojik özelliklere sahip sert kaplama olması nedeniyle geniş kullanım alanına sahiptir. Diğer elementlerle bu özelliklerinin iyileştirildiği de saptanmıştır. Otomotiv endüstrisinde aşınma direnci ve düşük sürtünme katsayısı nedeniyle parçalar üzerinde yağlayıcı olarak da kullanılmaktadır. Hidrofobik özelliğe sahip olduğu için sıvı ile temas eden parça ve cihazlarda da uygulamaları vardır. Aşınmaya karşı dirençli ve saydam oluşu DLC kaplamaların optik cihazlarda kullanılmasına da imkan sağlamaktadır. Korozyona ve aşınmaya karşı koruma amacıyla elektronik cihazlarda, manyetik sabit disklerde kullanılmaktadır. Vücutta herhangi bir tepkime göstermemesi nedeniyle biyoloji ve tıp alanında kullanılabilmektedir.

1.4. DLC Kaplama Bağ Yapıları

Elmas, bir karbon allotropu olarak kabul edilir. Başka bir deyişle, belirli sıralarda kovalent bağlarla bağlı karbon atomlarının bir oluşumudur. Karbon, kendisi ve diğer elementlerle oluşturduğu kısa, orta ve uzun menzilli konfigürasyonları nedeniyle eşsiz ve çok yönlü bir elementtir. Nötr bir karbon atomunun çekirdeğini çevreleyen altı elektron vardır. Elektron yörüngelerinin C-atomunun temel durumundaki dizilimi, $1s^2 2s^2 2p^2$ konfigürasyonudur. Diğer atomlarla bağlanma işlemi sırasında bileşikler oluşturmak için dört $2s^2$ ve $2p^2$ elektronu, üç temel hibridizasyon konfigürasyonundan sp¹, sp² ve sp³'ten birine dönüştürülür (Şekil 1.1). Sp¹ konfigürasyonunda, dört değerlik elektrondan ikisi σ orbitallerine girer. Her biri $\pm x$ ekseni boyunca yönlendirilerek σ bağı oluşturur ve diğer iki değerlik elektron zayıf ds bağları oluşturur (polimerler oluşturur). Sp² konfigürasyonunda grafit, stabil karbon allotropu, sp² trigonal bağ ile (120 derecelik ayırma ile 3 σ bağlar, düzleme dik 1'e 1 bağ) ve sp³ konfigürasyonunda (elmas) sp³ tetragonal bağ ile bir allotrop (4 σ bağ ile 109.5 derece açı) oluşturur (Şekil 1.6). Elmasın aşırı güçlü ve fiziksel özellikleri de σ bağlarından türetilir (Bunshah 1994).



Şekil 1.1. Olası σ ve π bağ yapıları ile karbon atomunun üç hibridizasyon yapılandırması

DLC, elmas benzeri karakterini, filmdeki C-C sp³ bağlarına borçlu olmasına rağmen, bir filmi DLC olarak adlandırmak için, içinde başka tür bağlar ve atomlar içermesi gerekir. Aksi halde elmas olarak adlandırılır, çünkü sadece elmas C-C sp³ tipi bağlarla doludur. Literatüre bakıldığında, bir filmin %70'inin altında sp³ oranına sahip olması hali amorf DLC olarak kabul edilmektedir.

DLC filmleri, farklı bağ türlerinden oluşabilen meta-stabil karışık faza sahiptir: C-C sp³, C-C sp², C-H. Young modülünün ve sertliğinin genel karakterlerinde C-C sp³ baskındır, C-C sp² bağları fazla katkıda bulunmaz. Dahası, C-H bağları da, ağı birbirine bağlamada etkin değildir, ancak bu durum bir yetersizliği de temsil etmemektedir. Tam tersine, saf elmasın esneklik karakterini film boyunca yaymasına ve rahatlamayı oluşturmasına yardımcı olur ve filme bir miktar esneklik katar. Ayrıca, C-H bağları sayesinde sofistike geometrilere uygun DLC kaplamalar yapmak daha kolaydır.

Hidrojen atomları genellikle karbon (C-H) ile kovalent bağ yaparak filme katılır. Bu bağlar oldukça güçlüdür (C-C bağlarından bile daha güçlüdür) ve karbon yüzeyinden çıkarmak zordur. Özellikle yüzeyde yer alan bu bağlar, birçok kimyasal maddede (asit ve baz dahil) eylemsizlik karakteri sergiler ve filmi sağlamlaştırır. Bununla birlikte, bir miktar hidrojen filme serbestçe dağılabilir ve ancak bu atomlar da ısı ile birlikte kaybolurlar. Ayrıca bu serbest hidrojen atomları rezervuar görevi görerek, özellikle mekanik olarak yüzeyden kaybolabilecek veya çıkartılabilecek olan hidrojen atomlarını değiştirebilir veya yenileyebilir.

İyon enerjileri bağ oluşumunda önemli rol oynamaktadır. Hem hidrojen içermeyen hem de hidrojenlenmiş DLC filmler için, optimum iyon enerjisi yaklaşık 100 eV'dir (Şekil 1.6). Hidrojene edilmiş DLC'de, bu noktanın üstünde bir iyon enerjisi olması durumunda, sp^2 fraksiyonu artar ve film grafite dönüşmeye başlar. Öte yandan, hidrojen içermeyen DLC'lerde enerji 100 eV'nin altına düştüğünde benzer durum gözlenir ve film, artan sp^2 fraksiyonu ile birlikte daha grafit olur. Bununla birlikte, hidrojenlenmiş DLC filmlerinde, iyon enerjisi 100 eV C(sp^3)-H bağ fraksiyonunun altına düştüğünde film artar ve film daha polimerik hale gelir (Şekil 1.2).



Şekil 1.2. a-C ve a-C:H'nin elmas benzeri karakterinin birikme iyon enerjisinin farklı değerleri için değişimi

Sp², sp³ ve diğer tür bağların bağlanma enerjileri, XPS gibi tekniklerle ayırt edilebilir (Şekil 1.2). Karakteristik karbon C 1s'ler 283 eV ile 290 eV arasındadır ve temel olarak karbon ve diğer olası elementlerin yapısı üzerinde birkaç bileşene ayrılabilir. C 1s içerisinde yer alan tepe noktalarının muhtemel sebebi C-C bağları olabilir. C-C bağlarında üç tepe noktası bulunmaktadır. C1s-2 olarak bilinen, 284.25 ± 0.30 eV'de ortaya çıkan sp² hibritlenmiş atomları, sp³ hibritlenmiş atomları olarak bilinen, 283 eV'de görünen ve son olarak, C1s-3 olarak bilinen 285.33 ± 0.38 eV'de görünen sp¹ tepe noktasıdır. Karbon-oksijen bağlanma tepeleri, her biri farklı bir bağlanma durumuna karşılık gelen C-C tepelerinden daha yüksek bağlanma enerjilerinde görülebilir (Şekil 1.3.). Tanımlanan zirvelerde, (CO) için C1-4, 285.5 eV civarında görünür, (C = O) için C1-5 görünür, yaklaşık 287.7 eV'dir (Donnet ve Erdemir 2008).

Not: Sadece XPS kullanılarak, C-C veya C-H bağlarının ayırt edilmesi zordur.



Şekil 1.3. Si malzeme yüzeyinde ki DLC'yi inceleyen bir XPS örneği (Donnet ve Erdemir 2008)

1.5. DLC Filmin Özelliklerine Genel Bir Bakış

DLC ince filmler, tipik olarak, sp³, sp² bağlarından oluşur. Üçüncü tanımlayıcı faktör hidrojen içeriğidir. Şekil 1.4'te yer alan üçlü diyagram, kompozisyona bağlı film yapısını gösterir. Diyagram detaylı incelendiğinde sp³ konsantrasyonu arttıkça, filmin karakteristiği daha elmas benzeri özellikler kazanır, yani tetrahedral amorf (ta) karbon oluşumu gözlemlenir. Diğer taraftan, sp² grafitli yapıyı temsil eder ve mekanik olarak yumuşaktır.



Şekil 1.4. sp², sp³ ve hidrojen içerikleri bakımından çeşitli DLC filmlerin üçlü faz diyagramı (Robertson 2002)

Elmas, doğada bilinen en sert malzemedir. Adından da anlaşılacağı üzere DLC film de elmas ile benzer özelliklere sahiptir. Üstün sertlik değerleri vardır ve sürtünme katsayısı çok düşüktür. Bu nedenle aşınma direnci bilinen diğer sert ince filmlerden nispeten daha iyidir. Bazı ta-C (tetrahedral amorf karbon) DLC, a-C: H (hidrojenlenmiş amorf karbon) DLC ve grafitin özellikleri karşılaştırmalı olarak Çizelge 1.1'de paylaşılmıştır.

Hidrojen yüzdesi a-C (amorf karbon) filmler için% 1'den azdır. Eğer hidrojen konsantrasyonu %1'i geçerse, filme a-C: H (hidrojen amorf karbon) denir. Ayrıca, plazma gravürlerindeki sp² bağlarında hidrojen (H) bulunur, bu da sp³ oluşumunu kolaylaştırır. DC voltajı arttıkça, H-C oranının, sp³/sp² oranı ile paralel arttığı görülmüştür.

	Elmas	DLC (ta-C)	DLC (a-C:H)	Grafit
Kristal Yapı	Kübik	Amorf	Amorf	Altıgen
	Elmas	(Şekilsiz)	(Şekilsiz)	
Kütle Yoğunluğu	3.51	2.5 - 3.3	1.5 - 2.4	2.26
(g/cm3)				
Hidrojen İçeriği (%)	0	0-1	10 - 50	0
Sertlik (GPa)	100	50 - 80	10 – 45	<5
Nemli Havadaki	0.1	0.05 - 0.25	0.02 - 0.3	0.1 - 0.2
Sürtünme Katsayıları				
Kuru Havadaki	0.1	0.6	0.02 - 0.2	>0.6
Sürtünme Katsayıları				
Bant Aralığı (eV)	5.5	1 - 2.5	1 – 4	-0.04
Elektriksel Direnç (Ω	1018	106 - 1010	104 - 1012	10-6 - 10-2
cm)				
Havadaki Termal	800	400 - 600	300 - 350	>500
Kararlılık (°C)				

Çizelge 1.1. ta-C ve a-C:H elmas ile grafit özelliklerinin karşılaştırılması (Taburoğlu 2017)

Aşağıdaki Çizelge 1.2'de DLC kaplamaya ait bazı özellikler ve sayısal veriler toparlanarak paylaşılmıştır.

Kimyasal Özellikler	DLC
Bileșim	Karbon, Hidrojen
Үарı	Sp3 (tetrahedral elmas tipi), sp2 (trigonal grafitik) ve amorf karışımı
Reaktivite	Genel olarak çevre sıcaklığında asitlere, alkalilere, çözücülere, tuzlara, suya ve diğer reaktiflere karşı etkisizdir.
Fiziksel Özellikler	
Yoğunluk	$1.8 - 2.1 \text{ g/cm}^3$
Termal iletkenlik	10 W/cm x K
Genleşme katsayısı	9 x 10 ⁻⁶ /C
Elektrik direnci	$1 - 3 M\Omega x cm$
Dielektrik sabiti	4 - 11
Yapışma	34.473 MPa
Geçirgenlik	Hidrojene ve diğer gazlara karşı bariyer
Optik Özellikler	
Optik şeffaflık	NIR – PIR
Kırılma indisi	1.85 – 2.0
Kalınlık	Bağımlı fakat genel olarak (maks: 3µm)
Yüzey pürüzlülüğü	Seçilen alt tabakaya bağlı
Gerilmeler	Ölçülebilir değil
Diğer Özellikler	
Biriktirme sıcaklığı	10 °C
Operasyonel sıcaklıklar	-60 °C - +400 °C
Biouyumluluk	Hücre bütünlüğünü korur, etkileşime girmez

Çizelge 1.2. DLC kaplamanın bazı –özet- özellikleri (Taburoğlu 2017)

DLC filmleri, filtre edilmiş katodik vakumlu ark (FCVA), iyon ışını destekli biriktirme, DC ve RF-plazma destekli kimyasal buhar biriktirme ve püskürtme dahil olmak üzere çeşitli yöntemlerle biriktirilebilir. Bunlar arasında plazma ile güçlendirilmiş (RF destekli [13,56mHz]) buhar biriktirme (PECVD) çok güvenilir ve tekrarlanabilir bir işlemdir. CVD tekniklerinin çoğu yüksek sıcaklıklara sahip olsa da, DLC, PECVD tarafından 100 - 200° C gibi nispeten düşük sıcaklıkta gerçekleştirilebilir.

Kaplama işleminde kullanılan öncü gazlar, piyasada bilinen bazı hidrokarbonlar arasından olabilir; örneğin, CH₄ (metan), C₂H₂ (asetilen), C₂H₆ (etan), C₂H₄ (etilen), C₆H₁₂ (sikloheksan). Filmi, bir plazma aşındırma maddesi olarak argon kullanarak daha dayanıklı hale getirmek de mümkündür. Ar+ 'nın zayıf bağlarının dağlanması, sp² bağ konsantrasyonunu azaltır, kararlı sp³ ve "elmas benzeri" özellikleri arttırır.

Bias voltajı, iyonların kinetik enerjisini yöneterek, kaplama kalınlığının istenen seviyede olmasını sağlar (Deng ve ark. 2019).

Bir filmin iyi yapışma ve uzun süreli dayanıklılığa sahip olması için, yüzey ile benzer bir yüzeye ve benzer fiziksel özelliklere sahip olması önemlidir. Bu nedenle, film için doğru yüzeyi seçmek önemlidir ve bunun tersi de geçerlidir. Literatüre bakıldığında, DLC'nin birçok zorlu koşulları tolere edebildiği görülmektedir. Bu tezimizde de farklı alaşım oranlarına sahip metalleri ne kadar tolere edebileceği ve bias değerinin değişiminin sonuçlara etkisi incelenmektedir.

1.6. Yüzey Kaplama Teknikleri

Malzeme yüzeyindeki aşınma sorunlarına çözüm bulmak, korozyon direncini arttırmak, mekanik ve elektriksel özellikleri iyileştirmek için kullanılmaktadır.

Kaplama materyalinin fiziksel durumuna göre kaplama yöntemleri üç temel grupta incelenmektedir. Bunlar, termal püskürtme, buhar fazında ve kimyasal kaplamalar olarak sınıflandırılabilir (Şekil 1.5). Bizim tezimizde buhar fazında, kaplama malzemesinin farklı kaynaklar vasıtasıyla buhar fazına getirilmesi ve taban malzeme üzerine büyütülmesi esasına dayanan PE-CVD kaplaması kullanılacaktır. Bu nedenle sonraki bölümlerde bu yönde bilgi paylaşımı yapılmaya devam edilecektir.



Şekil 1.5. Yüzey kaplama teknikleri ve alt başlıkları

1.7. Buhar (Plazma) Fazında Kaplama Teknikleri

Buhar fazı prosesleri ile kaplama işleminde, buhar partiküllerinin kinetik enerjisinden faydalanılır. Buhar fazında yapılan kaplamalar, kaplamaya veya taban malzemeye herhangi bir sınırlama getirmeksizin yüksek kalitede kaplamalar elde etmeyi hedefler. Buhar fazında yapılan kaplama teknikleri, fiziksel buhar kaplama (PVD) ve kimyasal buhar kaplama (CVD) olarak iki ana başlık altında toplanabilir (Bozkurt 2006).

Bizim tezimizde kullanacağımız yöntem (Plasma-Enhanced CVD) PECVD'dir. Elektrik enerjisi kullanılarak gerçekleştirilen bu işlemin tercih edilme sebebi, kaplama işleminin diğer yöntemlere göre daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilebilmesi ve bu sayede kaplanacak malzeme çeşitliliğinin diğer yöntemlere göre daha fazla olmasıdır.

Malzeme	Sertlik (kg/mm2)	Termal İletkenlik (W/cm.K)	Termal Genleşme Katsayısı (m/m.°C 10 ⁻⁶)	Not/ Yorum
TiC	3200	0.17	7.6	Yüksek aşınma direnci ve düşük sürtünme
TiN	2100	0.33	9.5	Yüksek ve stabil kayganlık
Ti(CN)	2500 - 3000	0.2 - 0.3	0.8	Stabil kayganlık
Cr7C3	2250	0.11	10	900°C dereceye kadar oksidasyon dayanımı
SiC	2800	1.25	3.9	Yüksek iletkenlik
TiB2	3370	0.25	6.6	Yüksek sertlik ve aşınma dayanımı
A12O3	1910	0.34	8.3	Oksidasyon dayanımı yüksek ve stabil
DLC	3000 - 5000	2.0	9.0	Yüksek sertlik ve yüksek iletkenlik

Çizelge 1.3. CVD ile kaplanmış filmlerin -25°C de- özellikleri (Pierson 1992)

1.8. CVD'nin Farklı Uygulama Yöntemleri Hakkında Genel Bilgi

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi (CVD), bir buharlaşma öncülünün kimyasal reaksiyonu ile malzeme yüzeyinde ince, katı bir film oluşturması olarak açıklanabilir. Yüzey üzerindeki atom veya molekül türlerinin çoğunlukla fiziksel bir şekilde emişini içeren (buharlaşma) buhar biriktirmesi ile karakterize edilir. Öncü türlerin kimyasal reaksiyonları hem gaz fazında hem de malzeme yüzeyinde meydana gelebilir. Kimyasal reaksiyonlar ısı (termal CVD), yüksek frekanslı radyasyon UV (foto yardımlı CVD) ve düşük frekanslı radyasyon RF (radyo frekansı) ile desteklenebilir veya başlatılabilir.

Farklı CVD tekniklerinin farklı birçok kısaltması vardır. Bunlardan en sık kullanılanlar aşağıda verilmiştir.

MOCVD (Metal-Organic Chemical Vapor Deposition); Metal-organik, metal-oksijen veya metal-azot bağları içeren öncüler ve metal hidrit içeren metal-organik kimyasal buhar biriktirme yöntemidir.

OMVPE (Organometallic Vapor Phase Epitaxy); Organometalik buhar faz epitaksi yönteminde, metal-organik öncüllerinden tek kristalli (epitaksiyel) filmler üretmede kullanılır.

PECVD (Plasma-Assisted veya Plasma-Enhanced CVD); Plazma destekli veya plazma ile güçlendirilmiş CVD sırayla heterojen reaksiyonlara katılabilen kimyasal olarak aktif iyonların ve radikallerin üretimi için homojen reaksiyonları başlatmak için termal enerjiden ziyade elektrik enerjisinin kullanıldığı bir tekniktir. PECVD'nin termal CVD işlemlerine göre en büyük avantajı, birikimin, sıcaklığa duyarlı substratların kullanılmasına izin veren ortama yakın bile olsa, çok düşük sıcaklıklarda meydana gelebilmesidir.

CVD işleminin bir başka türevi, atomik katman biriktirme (ALD) veya atomik katman epitaksidir (ALE). Bazen darbeli CVD veya atomik tabaka kimyasal buhar biriktirme (ALCVD) olarak da adlandırılır. ALD'de, gaz halinde yer alan öncüler malzeme yüzeyine sırayla verilir ve reaktör öncül darbeler arasında atıl bir gazla temizlenir veya boşaltılır. ALD'de film birikmesine yol açan kimyasal reaksiyonlar, termal ayrışma sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda meydana gelir.

Uçucu metal-organik öncüllerin ve gaz halindeki öncüllerin kullanıldığı kimyasal ışın epitaksi (CBE) gibi başka CVD türevleri de vardır. Metal-organik moleküler ışın epitaksisinin (MOMBE) yakından ilgili başka bir tekniğinde, katı elementten türetilmiş uçucu metal-organik öncüler kullanılır. Hem CBE hem de MOMBE'de kimyasal reaksiyonlar yalnızca tek kristalli filmlere neden olan alt tabaka üzerinde gerçekleşir. Bu nedenle gaz fazı reaksiyonları film büyümesinde önemli bir rol oynamaz.

Bu çalışmada, bir kaplama malzemesi olarak DLC (elmas benzeri karbon) kaplama tanıtılmıştır. Farklı alternatifler olmasına rağmen, plazma üretmek için elektrik enerjisinin veya elektriksel potansiyel farkının kullanıldığı plazma destekli veya plazma ile güçlendirilmiş CVD (PECVD) tekniği DLC için uygun tekniklerden biridir.

Geleneksel bir CVD işleminin adımları aşağıdaki gibi özetlenir:

- Hacimsel gaz akışı bölgesindeki reaktiflerin (yani öncülerinden) buharlaştırılması ve taşınması
- Reaktif ara maddeleri ve gaz yan ürünleri üretmek için reaksiyon bölgesindeki öncüllerin gaz fazı reaksiyonları
- Reaktantların malzeme yüzeyine kütle taşıması
- Reaktantların malzeme yüzeyinde emilişi
- Büyüme bölgelerine doğru yüzey difüzyonu, çekirdeklenme ve film oluşumuna yol açan kimyasal reaksiyonlar
- Ayrışmadan geri kalan parçaların reaksiyon bölgesinden uzağa atılması ve kütle transferi

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Çelik Nedir?

Çelik, içindeki karbon (C) oranı %1,7'den az olan bir demir türüdür.

2.1.1. Çeliklerin Temel Özellikleri

- Demirden daha sert ve hafiftir.
- Plastik ve metallerle kaplama yapılabilir.
- Paslanmaz çelikler korozyona ve ısıya karşı dayanıklıdır, yüzde yüz geri dönüşüm yapılabilir, üretimi ve temizliği kolaydır.
- Karbon miktarı arttıkça çeliğin akma ve çekme mukavemeti artarken, kaynak ve şekillenebilme kabiliyeti azalır.
- Çeliklerin büyük çoğunluğu ısıl işlemlere karşı duyarlıdır. Kimyasal bileşimin yanı sıra uygulanan ısıl işlemler sonucunda istenen sertlik, mekanik ve fiziksel özellik, elektriksel özellik, korozyona ve yüksek sıcaklığa dayanım özelliklerine tam olarak kavuşturulabilir.
- Çelikler, yapılarının gerektirdiği sıcaklıklara kadar ısıtıldıklarında şekillenme özelliğine kavuşur (haddeleme, presleme, dövme).
- Kimyasal bileşimi ve içyapısı uygun olan bazı çelikler soğuk olarak da haddeleme ve presleme gibi yöntemlerle şekillendirilebilir.

Yukarıda bahsedilen özellikleri çeliklere kazandıran, içerdiği elementlerin kimyasal bileşimi ve çeliğin içyapısıdır. Çeliğe değişik oranlarda alaşım elementleri katılabileceği gibi, çeşitli işlemler (ıslah, normalizasyon vs.) ile içyapı kontrol edilerek, kullanım amacına göre değişik özelliklerde çelikler elde edilebilir.

2.1.2. Çelikler Sınıflandırılması

- Karbon ve alaşımlı çelik olarak bileşimlerine göre
- Üretim yöntemlerine göre
- Son üretim yöntemine göre
- Ürün şekline göre
- Kullanım yerleri, üretim programları ve deoksidasyon durumlarına göre

Bu tezimizde birinci kategoriye (Karbon ve alaşımlı çelik olarak bileşimlerine göre) göre yapılan sınıflandırmayı referans alarak analizlerimizi yapacağız. Bu nedenle de bir sonraki bölümde sadece bu başlığın alt kırılımlarına ait detaylar paylaşılacaktır.

Alaşımsız Çelikler

Bileşiminde karbondan başka genellikle aşağıda belirtilen üst sınırları aşmayan elementler (bunlar çelik imalinde teknolojik ve ekonomik zorunluluklar sebebiyle katılması gereken veya giderilmesi mümkün olamayan elementlerdir) bulunan ve içinde özel maksatlarla başka elementler bulundurmayan çeliklerdir. (Çizelge 2.1)

Çizelge 2.1. Alaşımsız çeliklerin bileşimindeki alaşım elementlerinin üst sınırları

Element	%
Silisyum	0,5
Mangan	0,8
Alüminyum	0,1
Bakır	0,25
Fosfor	0,09
Kükürt	0,06

Alaşımlı Çelikler

Bileşiminde alaşımsız çeliklerde belirtilen oranları aşan veya özel maksatlarla bünyesine farklı alaşım elementlerinden (nikel, krom, vanadyum, molibden ve wolfram gibi) bir veya birden fazlasını bulunduran çeliklerdir.

Bileşimindeki alaşım elementlerinin toplamı %5'i geçmeyen çelikler az alaşımlı, %5'i aşan çelikler yüksek alaşımlı olarak adlandırılır.

Paslanmaz Çelikler

Çeliklerin paslanmazlığını, yüzeylerinde meydana gelen kromca zengin oksit tabakası sağlar. Paslanmaz çelikler, en az % 10,5 Cr, en fazla % 1,2 C içeren çeliklerdir.

Aşağıdaki diyagramda gösterildiği üzere Cr oranının artmasıyla oksit tabakasının korozyon direnci de artar. Ancak diğer taraftan çeliğin üretimi, kaynaklanabilirliği ve mekanik özellikleri kötüleşir. (Şekil 2.1.)



Şekil 2.1. Paslanmaz çeliklerin %Cr içeriği ve korozyon arasındaki ilişkisi

2.2. Triboloji

Sürtünme, yağlama ve aşınma konularını inceleyen bilim ve teknoloji dalına "triboloji" denir. Triboloji terimi Yunanca 'tribo' yani sürtünme ve 'logia' öğretme, mantık kelimelerinden gelmektedir. DIN 50320 standardına ait tanımlamada "katı bir yüzeyden artan malzeme kaybı" olarak geçmektedir.

Tribolojik bir sistem, genel anlamda, aşağıdaki Şekil 2.2'de ki gibi gösterilebilir. Bu sistemde yer alan bileşenlerin ve malzemelerin tümü, sürtünme ve aşınmaya doğrudan katkıda bulunan unsurlar olmakla birlikte, her sistemde bulunan temel dört farklı öğe vardır. Bunlar; ana gövde, sürtünmenin karşı gövdesi, ara madde ve çevresindeki ortamdır.



Şekil 2.2. Triboteknik sistemin genel gösterimi ve fonksiyonları (DIN 50320)

Ana malzemeye uygulanan 'FN' normal kuvveti, ana gövde ile karşı gövde arasındaki nispi hareket ile sürtünme kuvveti 'FR'yi oluşturur ve bu sürtünme kuvveti de daimi hareketi engeller. Bu iki hareket arasındaki tribosistemsel ilişki aşağıdaki formül ile özetlenebilir.

$$FR = \mu \times FN \tag{2.1}$$

Tribosistemlerin işlevleri ve ana görevleri, bir girdi değişkenin bir çıktı değişkenine dönüştürülmesi olarak tanımlanabilir. Girdi değişkenler arasındaki stres süresinde etki eden hareketler, yükler, hızlar ve sıcaklıklar bulunur. Bu esnada mekanik enerji aktif yüzeylerden dönüştürülerek, sistemin çıktı değişkenleri, kuvvet, tork, malzeme miktarları, dönme hızı, hareketler, sinyal miktarları ve/veya mekanik enerji gibi teknik olarak kullanılabilir değişkenler haline getirir.

Çıktı miktarları veya sistemin davranışı yalnızca girdi değişkenler tarafından belirlenmez. Girdinin çıktı değişkene dönüşüm süreci, titreşimler gibi ek rahatsızlıklardan etkilenebilir ve bunun sonucunda sistemsel kayıplar oluşur ve sistemin kayıp büyüklükleri de, sürtünme ve aşınma olarak tanımlanır.

Aşağıdaki alt başlıklarda da bu kayıplara sebep olan deformasyon mekanizmaları hakkında bilgi verilecektir.

2.2.1. Aşınma

Aşındırıcı yıpranma, daha sert bir gövde ile sürtünmeli bir temas halinde bulunan ana malzeme yüzeyinde oluşan deformasyondur. Ayrıca girinti veya aşınma yıpranması olarak da adlandırılır. Sert gövdeye nüfuz eder ve malzemeyi kelimenin tam anlamıyla keser ve malzeme mekanik olarak uzaklaştırılmış olur. Bu deformasyon sonucunda yüzeyde oluşan izler ve oluklar kalıcıdır.

Aşınma mekanizması temas moduna bağlıdır. Çeşitli parça-parça etkileşimleri için temas modları aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir: (Taburoğlu 2017)

- Kayma modu
- Haddeleme modu
- Karışık mod; yuvarlanma ve kayma kombinasyonu
- Çarpma modu
- Karışık darbe ve kayma modu

İyi tasarlanmış kaplama sistemlerinde ortaya çıkan en baskın aşınma mekanizmaları şunlardır: (Taburoğlu 2017)

- Aşındırıcı aşınma
- Yapışkan aşınma
- Yorulma aşınma
- Aşındırıcı (Erosive) aşınma
- Aşındırıcı(Corrosive)aşınma
- Darbe aşınması

Yanlış tasarlanan kaplama sistemleri için, temel aşınma mekanizmalarından biri yük taşıma kapasitesiyle ilgilidir. Aşırı yükleme, yapışmada başarısızlığa ve dolayısıyla filmde bozulmaya neden olabilir veya filmin substratlardan veya bileşenlerden dökülmesinden dolayı yapışmada başarısızlık ile sonuçlanabilir.

	Aşındırıcı	Yapışkan	Yorulma
	Aşınma	Aşınma	Aşınması
Kayma Modu	Х	Х	
Haddeleme Modu	Х		Х
Yuvarlanma ve Kayma	Х	Х	Х
Kombinasyonu			
Çarpma Modu			Х
Karışık Darbe ve Kayma	Х		Х
Modu			

Çizelge 2.2. Farklı gövde etkileşimleri için çeşitli temas modları ve aşınma mekanizmaları (Taburoğlu 2017)

Endüstriyel uygulamaların çoğu için, temas yüklerinin mümkün olduğu kadar yüksek olduğu ve baz malzemelerin akma noktasına çok yakın olduğu bir kayma ve darbe aşınması kombinasyonu oluşabilir. Bu nedenle, bu malzemelerin yüzey bölgelerinin yük taşıma kapasitesini arttırarak, aşındırıcı, çarpma ve yorulma aşınmasını önleyecek şekilde tasarlanması ve optimize edilmesi gerekir.

Çizelge 2.3'te çeşitli temas mekanizmaları verilmiştir. Çizelge 2.2'de verilen temas modlarından oluşan pratik uygulamalar için temas mekanizmalarını göstermektedir.

	Kayma	Yuvarlanma	Kayma ve	Darbe	Darbe ve
			Yuvarlanma		Kayma
Makaralı		Х	Х		
Yatak					
Piston	Х			Х	
Sürgülü	Х				
Yatak					
Piston Pimi	Х				
Valf				Х	Х
Dümen	Х				Х
Dişli			Х		Х
Kam Mili	Х				Х
Ejektör Pimi	Х				

Çizelge 2.3. Farklı uygulamalar için etkileşim mekanizmaları (Taburoğlu 2017)

Yapışma/Adezyon

Yapışkan aşınması, lokal olarak yüksek basınçlarda, doğrudan katı parça teması ile oluşur. Özellikle iki metalin sürtünmeli temasında, yüzey tabakaları (oksitler, safsızlıklar) sürtünme işlemi ile uzaklaştırılır. Böylece metal ağlar atomik bağlanma kuvvetlerinin etkili olabileceği kadar birbirine yaklaşır. Soğuk kaynak adı verilen bu işlem doğrudan mekanik bir ayrılmaya yol açar. Bu da bir malzemenin diğer sürtünme ortağına aktarılmasına veya aşınma partiküllerinin tamamen ayrılmasına neden olur. Sürtünme ortakları kristallografik kafes yapılarında ne kadar benzerse, yapışkan aşınması olasılığı da o kadar yüksektir. Bununla birlikte, yapışma sadece metalik sürtünme teması ile sınırlı değildir, örnek olarak, seramik ve metalik malzemeler arasındaki yapışma ve malzeme transferin de verilebilir.

Tribokimyasal Reaksiyonlar

Sürtünen parçaların temas yüzeyinde, sıcaklık artışına veya yüzeyin mekanik aktivasyonuna bağlı olarak; sürtünmeye maruz kalan parçaları çevreleyen ortamda kimyasal veya elektrokimyasal reaksiyonlar meydana gelirse, yüzey bölgesinin yapısı değişir. Bu sebeple mukavemette azalmaya, yukarıda açıklanan diğer aşınma mekanizmalarının oluşmasına neden olabilir.

Erozyon

DIN 50320 standardı "erozyon aşınması" terimini kullanmaktadır. Erozyon aşınmasına neden olan durumunda, serbest akışta akan bir sıvı içerisinde var olan sert parçacıklar sürekli olarak gövdenin yüzeyine çarpar ve hasar oluşur. Bu hasar, temel olarak malzemenin aşınmasına ve yüzeyde bozulmalara sebep olur. Parçacık içeren sıvı aşındırıcı bir ortam ise, korozyon da başka bir etkileyici faktör olarak göz önünde bulundurulmalıdır

Kavitasyon

Akan sıvılardaki erozyon ve korozyona paralel olarak meydana gelebilecek bir diğer zarar olasılığı da, kavitasyondan kaynaklanan hasarlardır. Kavitasyon sırasında akışa bağlı basınç değişiklikleri, akan sıvının buhar basıncı yerel basıncın altına düştüğünde buhar kabarcıklarının oluşmasına neden olur. Bu buhar kabarcıklarının artan basınçla birlikte, malzemeye zarar verebilecek bir basınç dalgası oluşumuna yol açar.

2.2.2. Sertlik ve Sürtünme

Sertlik ve sürtünme, özellikle zorlu çevre koşullarına maruz kalan hareketli parça yüzeyleri için önem arz etmektedir. Dolayısıyla bu konu dayanıklılık ve verimlilik meselesi olarak da ele alınmalıdır.

Sıvı yağlama maddelerinin kullanılamadığı veya sürtünmenin üstesinden gelmek için yetersiz kaldığı endüstride katı yağlayıcı kaplamalar ve süper sert kaplamalar tercih edilmektedir. Bu kaplama çeşitleri için ana iki farklı kaplama sınıfı vardır: Bunlar, düşük sürtünme katsayısı sergileyen "yumuşak kaplamalar" (katı yağlayıcılar) ve genellikle aşınma direnci için iyi olan ve dolayısıyla uzun süreli dayanıklılığa sahip "sert kaplamalar" dır. Genel olarak yumuşak metaller, polimerler ve grafit gibi lamelli katı maddeler yumuşak kaplamalar arasında yer alırken, sert seramikler, nitritler, karbürler, boritler, oksitler sert kaplamalar arasındadır. Literatürde eşik 10 GPa'dır ve eğer sertlik 10 GPa'nın üzerindeyse, kaplama sert olarak kabul edilir; Başka bir yerde, 10 GPa'nın altında bir sertliğe sahipse, kaplama daha sonra yumuşak olarak kabul edilir. Benzer şekilde, sürtünme katsayısı için, 0,3 katı yağlayıcılar ve aşınma önleyici kaplamalar arasındaki sınırlama çizgisidir. Şekil 2.3 bu ayrımı açıkça göstermektedir.



Şekil 2.3. Sertlik ve sürtünme katsayısına göre kaplamaların sınıflandırılması ve özel karbon bazlı kaplamaların durumunun vurgulanması

Aynı zamanda yüksek aşınma direnci ve düşük sürtünme değerlerine sahip olmak çok zor olsa da, DLC kaplamalar hem düşük sürtünme katsayısına hem de düşük aşınma oranlarına sahip olabilmektedir. Diğer CVD filmleri arasında DLC en yüksek sertlik değerlerine sahip olandır ve bu da aşınma direncinde önemli bir rol oynamaktadır.

Katı cisimler arasındaki sürtünme kuvveti, üç olgunun sonucudur; aşınma, kesme ve yapışma kuvvetleri (Şekil 2.4).

$$Fn_{(sürtünme)} = F_{aşınma} + F_{kesme} + F_{yapışma}$$
(2.2)



Şekil 2.4. Fn sürtünme (veya teğetsel) kuvvetini etkileyen temel katkının şematik diyagramı

İki gövde arasındaki sertlik farkı, parça yüzeylerindeki döküntü veya pürüzlülükler, aşındırıcı kuvvet altında deformasyona sebep olur. Kesme kuvveti; plastik veya viskoz akıştan kaynaklanır. Ayrıca, yapışma kuvveti; elektrostatik kuvvet, kılcal kuvvet, polarizasyon kuvvetleri (van der Waals) ve bağlama kuvvetlerinden (kovalent, iyonik, metalik veya hidrojen bağı) kaynaklanabilir.

Aşınmayı azaltmak için tasarlanmış koruyucu bir kaplama için, aşınma hacmi (V), Archard yasasına göre FN (normal kuvvet), k (aşınma katsayısı), H (sertlik) ve L(kayma mesafesi) kullanılarak hesaplanabilir:

$$V = (k/H) \times L \times F_N$$
(2.3)

Not: Aşınma katsayısı (k) malzemelere ve aşınma rejimine bağlıdır.

Ayrıca, sertlik (H) ve elastise modülü (E), filmin tribolojik davranışında temel parametrelerdir. Aşınmaya dayanıklı sert kaplama için; sertliğin (H), Young modülüne (E), yani H / E oranı, film gerginliğinin toleransını tanımlar. Yüksek H / E oranları aynı zamanda yüksek elastik geri kazanım oranları sağlar (Çizelge 2.4.). Örneğin; ısıl işlem görmüş takım çeliği ile elde edilebilecek en yüksek değer yaklaşık 0,04'tür. Al₂O₃, ZrO₂, Si₃N₄, SiC gibi seramikler 0,06 civarında değerlere sahiptir. Nitrür bazlı kaplamalar (TiN, CrN) 0,08 civarında değerlere sahiptir. Bununla birlikte DLC filmleri 0,2'ye kadar değerlere sahip olabilir (Gomez 2017).

Çizelge 2.4. Farklı DLC kaplama tiplerinin; sertlik (H), Young modülü (E) ve H/E oran değerleri (a: Amorf; ta: Tetrahedral amorf)

	a-C	a-C:H	ta-C	ta-C:H
Sertlik (GPa)	12-18	7-30	28-65	28-60
Young Modülü (GPa)	160-190	60-210	210-650	175-290
H/E Oranı	0,08	0,1-0,16	0,1-0,2	0,16-0,21

Ayrıca, artan hidrojen oranı hem sertliği hem de Young modülünü azaltma eğiliminde olup, aynı zamanda mekanik özellikleri geliştiren sp³ fraksiyonunu arttırır.

Aslında bir kaplamanın aşındırıcı veya yapışkan aşınmasını önlemek oldukça zordur. Ancak gerilmeye karşı dayanıklı olması, çatlak ilerlemesinin önlenmesi ve özellikle de kaplamalar ve alt tabakaları arasında elastik modülde büyük farklılıklar olduğunda, alt tabaka deformasyonlarını takip etmek için zorlanması gerekir. Bazı durumlarda çok sınırlayıcı olabilir, bu nedenle kaplama prosedürünün tasarımında göz önünde bulundurulmalıdır.

2.2.3. Kayganlık ve Akışkanlık

Süper akışkanlık, sürtünme olmayan bir akış rejimini tanımlar. Süper akışkanlıktaki ana direklerden biri, kayan yüzeylerde atom ölçeği uyumsuzluğudur. Aslında, iki kayma yüzeyinin ideal olarak yanlış hizalandığı veya birbirine uymadığı, sürtünme kuvvetlerinin kayma sırasında ortadan kalktığı durumlarda oluşan orantısızlık olarak adlandırılmaktadır.

DLC kaplamalar, olağanüstü düşük sürtünme katsayısı değerleri nedeniyle süper-akışkanlık için umut vaat etmektedir. Dahası, DLC'nin şekilsiz bir yapıya sahip olması nedeniyle, DLC ile kaplanan yüzeyler doğal olarak orantısızdır.

Sp³, sp² ve H'nin fraksiyonlarına bağlı olarak sürtünme ve süper akışkanlık üzerinde etkileri vardır. Dolayısıyla, çok yönlü filmlerin gereksinimlerini karşılayacak şekilde üretmek mümkündür.

DLC filminin yüzeyindeki hidrojen bağlanması süper akışkanlık üzerinde olumlu bir etkiye sahiptir. C-H bağları kovalent olduğu ve C-C bağlarından bile daha güçlü olduğu için, yüzeyin pasivasyon seviyesini düşürücü yapışmayı arttırıcı etki yapar. Ayrıca, filme batırılan arada kalmış hidrojenler, yüzeyde kaybolan herhangi bir hidrojen veya karbon atomunun içinde rezervuar olarak işlev görebilir. Bu nedenle, yüzeyi herhangi bir yapışkan saldırısından korur ve kendiliğinden pasif hale getirir.

Süper akış sürtünmesinde, süper akış sürtünme katsayısı eşiği 0,01 olarak tanımlanır. Başka bir deyişle, sürtünme katsayısı 0,01'den küçük olduğunda, buna süper akış sürtünmesi adı verilir. Ayrıca DLC kaplı yüzeyler arasında, DLC filmlerinin yüzeyindeki C-H σ -bağlarının oluşturduğu elektrik dipol sayesinde süper akış sürtünmesini arttırma imkanı vardır. C-H bağında karbon atomları elektronları çeker ve yüzeye daha yakın olan hidrojen çekirdeğini bırakır. Bu nedenle, kayan ara yüzünde böyle bir dipol konfigürasyonunun oluşturulması, DLC filmlerinin hidrojenle sonlanan kayan yüzeyleri arasındaki çekimden ziyade itişe neden olabilir (Şekil 2.5).



Şekil 2.5. Hidrojenli yüzeyde süper akış sürtünme olaylarını açıklayan model

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Numune Hazırlama

Parçalar DLC kaplama için uygun yüzey kalitesine sahip hale getirmek adına, Ghiringhelli'nin CF400 serisi taşlama makineleri ile iki operasyonda taşlanmıştır. İlk adımda kaba taşlaması, ikinci adımda ince taşlaması yapılmıştır. Düz çubuk halinde gelen parçaların çapı 3,5 cm, uç açısı 60° olacak şekilde işlenmiştir.



Şekil 3.1. Parçaların Taşlamasında Kullanılan CF400 Serisi Ghiringhelli Taşlama Makinesi (Anonim, 2019a 2019)

3,5 cm ve 2,8 cm çap, elimizdeki parça tutucu ekipmanların kullanılabilmesi adına belirlenmiş ölçüdür. 60° uç açısı da ölçüm cihazlarına ait fikstürlerin bu açı ile bağlamaya uygun olmasından dolayı tercih edilmiştir.



Şekil 3.2. Numune parça görüntüsü ve boyutlandırması

DLC kaplamanın parçaya daha iyi yapışması için; taşlama işleminden gelen ve çevresel etkilerden dolayı parça üzerinde oluşan kirlilikleri, yağ ve kimyasal kalıntıları

temizlemek amacıyla, kaplama prosesi öncesinde parçalar yıkanmış ve vakum ile kurutularak prosese hazır hale getirilmiştir.

Aynı geometriye sahip, farklı malzemelerden üretilmiş numune parçaları birbirine karıştırmamak için dört farklı malzeme için dört farklı malzeme kodu tanımlanmış olup, parçaların kaplanmayan yüzeylerine bu kodlar lazer ile yazılmıştır. (Gruplar; A1-6, B1-6; C1-6; D1-6)



Şekil 3.3. Gruplandırma örneği: C grubuna ait 1 numaralı parçaya ait görsel

A Serisi Numuneler

X40CrMoV5-1 olarak bilinen Cr, Mo, V alaşımlı bir sıcak iş çeliğidir. Isıl şoklara karşı dayanımı, yüksek seviyedeki saflığı, homojenliği sebebi ile çok geniş bir kullanım alanı vardır. Nitrasyon için uygundur. Hafif metallerin enjeksiyon kalıplarında, dövme kalıpları ve çekirdekleri, ekstrüzyon kalıpları, sıcak kesme bıçakları, aşındırıcı plastiklerin kalıplarında kullanılır. Bizim tezimizde tercih etmemizin sebebi; yüksek alaşımlı çelik sınıfında olup, piyasada bulunmasının kolay olmasından dolayıdır. Genel çalışma sertliği aralığı 30 - 54 HRC'dir

Çizelge 3.1. A serisi numunelerin malzeme bileşimi (X40CrMoV5-1)

С	Si	Cr	Mo	V
0,40	1,00	5,30	1,40	1,00

B Serisi Numuneler

16MnCr5 sementasyon çelikleri; yüzey sertliği, aşınma dayanımı ve sünekliği iyileştirilmiş çeliklerdir. Karbon oranı % 0.10 – 0.20 arasında olup, düşük alaşımlı bileşime sahiptir. Genel çalışma sertliği aralığı 27 – 47 HRC'dir.

Cizelge 3.2. B serisi numunelerin malzeme bilesimi (16Mn

С	Si	Mn	Cr
0,15	0,04	1,10	1,00

C Serisi Numuneler

C serisi numuneler, 304 kalite paslanmaz çelik, paslanmaz çeliğin temel çeşitlerinden biri olup, en yaygın kullanılanıdır. Bu paslanmaz çelik kalitesi; kimyasal bileşiminin, mekanik özelliğinin, kaynak yapılabilirliğinin ve korozyon-oksidayson direncinin fiyatına oranla çok iyi olması sebebiyle tercih edilir. Bu paslanmaz çelik kalitesi piyasada kolay bulunabilirlik açısından, kolay şekil verilebilmesi açısından ve rahat kaynak yapılabilmesinden ötürü en sık tercih edilen paslanmaz kalitelerinden birisidir. Genel çalışma sertliği değeri 92 HRB'dir.

Çizelge 3.3. C serisi numunelerin malzeme bileşimi (304 kalite paslanmaz çelik)

С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni
< 0.08	<2.0	< 0.045	< 0.03	< 0.75	20	10

D Serisi Numuneler

K40XF sert metal karbürler, küçük parçacıklar olan sert malzemelerin bir metal matrisi ile bir arada tutulduğu metal matriks kompozitlerdir. Bu nedenle saf sert malzemelerden daha sert, ancak daha kırılgandırlar.

Tungsten karbür, kobalt karbürler (WC-Co karbürler), esas olarak kobalt (Co) bir bağlayıcı faz tarafından bir arada tutulan tungsten karbür (WC) parçacıklarından oluşan semente karbürlerdir. Bu karbür kalitesi, sert metallerin en büyük bölümünü oluşturan standart kalitedir. Kesici takımlar dahil çeşitli takımlar için kullanılırlar. Yüksek sıcaklıklarda çelikle kimyasal olarak reaksiyona girdikleri için çeliği kesmek (döndürmek, öğütmek, delmek) için kullanılmazlar (özel kaliteler vardır), ancak dökme demir için uygundurlar. Kesme malzemeleri olarak K uygulama grubuna aittirler. DIN'e göre kısaltma HW'dir (sert metal, tungsten karbür bazlı) veya HC kaplanmışsa (sert metal, kaplanmış = kaplanmış). Dayanıklılık ve sertlik, tane büyüklüğü ne kadar küçükse o kadar iyidir. Her ikisi de kobalt içeriğinden de etkilenir (Anonim, 2019b, 2019). K40XF sert metal, sertliği <45 HRC olan sert malzemelerin, düşük kesme hızlarında, yüksek ilerleme oranlarında kesilmesinde kullanılmaktadır.

Çizelge 3.4. D serisi numunelerin malzeme bileşimi (K40XF)

Со	WC
10	90

3.2. PECVD Kaplama Prosesi

Reaktif (ve seyreltme) gazlar, işlem odasına, numunenin üzerinde bulunan büyük delikli bir metal plaka olan bir duş başlığı içinden akar. Duş başlığı, numune yüzeyi üzerinde daha homojen bir reaktif gaz akışı dağılımı sağlamaya yardımcı olur. Plazma oluşturmak için duş başlığına bir RF potansiyeli uygulanır. Plazmadaki enerjik elektronlar, daha kimyasal olarak reaktif kökler oluşturmak için reaktif gazları iyonize eder veya ayrıştırır ("çatlak") ve numunenin üstüne ince biriktirme malzemesi filmi oluşturmak için reaksiyon gösterir.



Şekil 3.4. Kaplama Tesisinin Çizim Gösterimi

Dört farklı çelik malzemesi PECVD yöntemi ile DLC kaplanmıştır. Plazma kaynağı olarak yüksek frekanslı jeneratör kullanmıştır. Çalışma basıncı 10⁻³ mbar olarak belirlenip, DLC kaplamadan önce, parçanın yüzeyi Ar plazma ile aktive edilmiştir. Bu işlem sonrasında 60 dakika süre ile 180° C sıcaklık altında, DLC kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Aşağıdaki Çizelge 3.5, deney koşullarını özetlemektedir.

Cizelge 3.5. Deney parametrelet	ri
--	----

Deneme No	Ar (sccm)	C ₂ H ₂ (sccm)	Basınç (mbar)	Güç (W)	Bias (A)	Sıcaklık (°C)	Süre (dk)
1.Deneme	120	300	10 ⁻³	12	-200	180	60
2.Deneme	120	300	10^{-3}	12	-250	180	60

3.3. Zeiss Evo50 SEM ve EDX

Taramalı elektron mikroskopları (SEM), odaklanmış bir elektron ışını ile parçayı tarar ve parçanın topografyası ve kompozisyonu hakkında bilgi alarak görüntüler elde ederek paylaşır.

EDX, bir numunenin elemental analizi veya kimyasal karakterizasyonu için kullanılan analitik bir tekniktir. X-ışını uyarma kaynaklarının ve bir numunenin etkileşimlerine dayanır. Karakterizasyon yetenekleri, büyük ölçüde, her bir elementin elektromanyetik emisyon spektrumunda benzersiz bir tepe noktası sağlayan benzersiz bir atomik yapıya sahip olması temel prensibine bağlıdır.



Şekil 3.5. Zeiss EVO50 SEM ve EDX Cihazı

3.4. Zeiss Reflektometre

Reflektometre, numunenin yükseklik ve eğim ayarı ile en hassas tek ışınlı yansıma ölçümlerine ve optik düzenin yüksek ışık iletkenliğine sahiptir. Bu sayede çok ince filmlerin kalınlık ölçümlerini sağlar.

Kalınlık, sönme katsayısı ve tekli filmlerin veya katman yığınlarının kırılma indisi, cihaz içerisinde yer alan bir yazılım yardımı ile hesaplanabilir. 5 nm ile 50 um kalınlığındaki tekli filmler, tabaka yığınları ve substratlar UV - VIS - NIR spektral aralığında analiz edilebilir.



Şekil 3.6. Zeiss Reflektometre

3.5. Revetest Scratch Tester

Revetest scratch tester, sert kaplamalı malzemelerin 1 µm'yi aşan tipik bir kaplama kalınlığını karakterize etmek için (HFK: yapışma testi) yaygın olarak kullanılan endüstriyel standarttır. Kaplama-alt tabaka karakterizasyonu için dünya standartlarında, güvenilir bir araçtır. Kullanımı kolay bir yazılım paketi ile donatılmış olması da önemli tercih sebeplerindendir.



Şekil 3.7. Revetest Scratch Tester

3.6. Fischerscope HM2000

Fischerscope HM2000, nanoindentasyon yoluyla malzemelerin mekanik ve elastik özelliklerinin analizi için kullanılan profesyonel bir ölçüm cihazıdır. Oldukça sert ve boyutsal olarak stabil yapısı, titreşim ve dalgalanmaların sıcaklıktaki etkisini azaltır. Sabit ölçüm koşulları, araştırma ve endüstriyel uygulamalarda zorlu ölçüm görevleri için idealdir.



Şekil 3.8. Fischerscope Sertlik Ölçüm Cihazı

4. BULGULAR

PE-CVD prosesinde kaplanan iki farklı denemeye ait parçaların sonuçları bu bölümde paylaşılacaktır. Deneme bir ve deneme iki arasındaki tek fark; prosese ait bias değerinin -200A'den -250A'e çekilmiş olmasıdır.

A, B, C ve D malzeme gruplarına ait, her gruptan, altışar parça denemelerde kullanılmıştır. Bunlardan üç tanesi birinci denemede diğer üç tanesi ikinci denemede kullanılmıştır.

Çizelge 4.1. Denemelerde kullanılan parçaların numaralandırılması

Deneme No	А	В	С	D
1 (Bias: -200A)	1 - 2 - 3	1 - 2 - 3	1 - 2 - 3	1 - 2 - 3
2 (Bias: -250A)	4 - 5 - 6	4 - 5 - 6	4 - 5 - 6	4 - 5 - 6

4.1. SEM Görselleri ve EDX Sonuçları

Fotoğraflarda görüldüğü ve EDX analizinde incelendiği üzere kaplama işlemi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Çizelge 4.5 ve Çizelge 4.6'da, kaplama işlemi sonrası EDX analizi sonucunda ortaya çıkan kimyasal bileşimleri her parça için paylaşılmış olup, parçalar arasında bir fark gözlemlenmemiştir. Beklendiği üzere K40XF sert metal D numunelerinde, önemli bir bileşen olan W tespit edilmiş olup, W elementi kaplama işleminden değil malzeme bileşiminden eser miktarda gelen bir elementtir.

SEM resimlerinde görüldüğü gibi, farklı malzemelerin DLC kaplanmış yüzeylerinin pürüzlülükleri arasında bir fark yoktur. Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'te, DLC kaplanmış parçaların, 80x büyütmede, 180 dereceleri incelenmiş olup, parçaların yüzeylerinde az miktarda pürüzlülük tespit edilmiştir. Bu da sputtering prosesi esnasında metalik kaplamada (Krom kaplama) oluşan çıkıntıların DLC kaplama sonrasında pürüzlülük olarak görünmesine sebep olmuştur. Aynı proses içerisinde ki tüm parçalar sputtering prosesine maruz kalmasından dolayı da her parçada bu çıkıntılar görülmektedir.

Ayrıca D, sert metal, malzeme grubunun, numune hazırlık aşamasında işlenebilirliğinin kolay olmamasından dolayı, SEM resimlerinde de görüldüğü gibi şekil olarak diğerlerinden farklılaşmıştır. Buna karşın, B grubu numunelerin en yumuşak malzeme olmasından dolayı, B grubu parçaları rahatlıkla işlenmiştir.

Bias parametresinin -200A'den -250A'e çekilmesi sonucunda, EDX analizinde tespit edilen kimyasal bileşimler arasında ve bileşen oranlarında herhangi bir değişim gözlemlenmemiştir. İlk deneyde olduğu gibi D numune grubuna ait parçalarda diğer numune grubundan farklı olarak W elementi tespit edilmiş olup, W elementinin kaplama işleminden değil malzeme bileşiminden eser miktarda gelen bir element olduğu değerlendirilmiştir.

İki denemeye ait Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'te yer alan SEM resimleri incelendiğinde, bias parametre değişikliğinin parça yüzeyinde ki pürüzlülüklere bir etkisinin olmadığı sonucuna varılmıştır.

Çizelge 4.2. SEM ve EDX a	analizi için kullanılan	parametreler
---------------------------	-------------------------	--------------

Büyütme	80x
Enerji	20 kV
Parça ile enerji kaynağı	12 mm
arasında ki mesafe	



Çizelge 4.3. Birinci denemeye ait SEM görüntüleri



Çizelge 4.4. İkinci denemeye ait SEM görüntüleri

Spec.	Spec. 1	Spec. 2	Spec. 3	Spec. 4	Spec. 5	Spec. 6
Label	A1	A2	A3	B1	B2	B3
С	88,96	89,27	89,58	88,87	89,04	89,23
Cr	10,01	9,72	9,51	10,05	9,87	9,75
Fe	1,03	1,01	0,91	1,08	1,09	1,02
W						
Toplam	100	100	100	100	100	100
	Spec. 7	Spec. 8	Spec. 9	Spec. 10	Spec. 11	Spec. 12
	C1	C2	C3	D1	D2	D3
С	89,02	89,18	88,89	88,92	88,82	88,75
Cr	10,01	9,87	10,14	9,93	9,98	10,01
Fe	0,97	0,95	0,97	0,42	0,41	0,41
W				0,73	0,79	0,83
Toplam	100	100	100	100	100	100

Çizelge 4.5. Birinci denemeye ait EDX analiz sonuçları

Çizelge 4.6. İkinci denemeye ait EDX analiz sonuçları

Spec.	Spec. 1	Spec. 2	Spec. 3	Spec. 4	Spec. 5	Spec. 6
Label	A4	AS	Ab	B4	B2	B0
С	89,73	88,15	89,6	89,06	89,35	88,74
Cr	9,24	10,74	9,47	9,79	9,51	10,08
Fe	1,03	1,11	0,93	1,15	1,14	1,18
W						
Toplam	100	100	100	100	100	100
	Spec. 7	Spec. 8	Spec. 9	Spec. 10	Spec. 11	Spec. 12
	C4	C5	C6	D4	D5	D6
C	88,92	88,75	89,18	88,96	88,79	88,53
Cr	10,06	10,26	9,94	9,84	10,01	10,21
Fe	1,02	0,99	0,88	0,46	0,45	0,45
W				0,74	0,75	0,81
Toplam	100	100	100	100	100	100

4.2. Kaplama Kalınlığı Ölçüm Sonuçları

100x büyütme ile yapılan, dört taraflı kaplama kalınlığı ölçüm sonuçlarında; DLC kaplamanın, parçanın her yüzeyine homojen bir şekilde yapıştığı sonucuna varılmıştır. Aynı deneme üretiminde yer alan farklı bileşime sahip malzemelerin kaplama kalınlıklarının, her iki denemede de, birbirleri ile kıyaslanabilir olduğu görülmüştür.

Ancak Bias değerinin -200A'den -250A'e çekilmesi ile birlikte, iyonizasyon artmış olup, birim alana düşen atom miktarı da artmıştır. Bu artış da numune parçalara yapışan atom sayısını arttırarak, parça üzerinde ki kaplama kalınlığının artışına sebep olmuştur.

Parça Tanımı	S	Sitz Kaplama	ı Kalınlığı (µ	m)
	0°	90°	180°	270°
A1	2.66	2.65	2.66	2.66
A2	2.61	2.61	2.61	2.62
A3	2.62	2.62	2.62	2.62
B1	2.63	2.62	2.62	2.63
B2	2.50	2.50	2.50	2.50
B3	2.61	2.61	2.62	2.62
C1	2.61	2.61	2.61	2.61
C2	2.58	2.57	2.58	2.58
C3	2.57	2.58	2.58	2.58
D1	2.60	2.59	2.61	2.61
D2	2.59	2.58	2.58	2.59
D3	2.64	2.63	2.62	2.64

Çizelge 4.7. Birinci denemeye ait kaplama kalınlık ölçüm sonuçları

Parça Tanımı	Sitz Kaplama Kalınlığı (µm)			
	0 °	90°	180°	270°
A4	2.18	2.19	2.19	2.18
A5	2.10	2.13	2.13	2.11
A6	2.22	2.21	2.21	2.21
B4	2.14	2.14	2.14	2.14
B5	2.17	2.17	2.17	2.17
B6	2.14	2.14	2.14	2.14
C4	2.15	2.14	2.15	2.14
C5	2.15	2.15	2.15	2.15
C6	2.18	2.18	2.18	2.18
D4	2.17	2.17	2.16	2.17
D5	2.17	2.16	2.18	2.17
D6	2.14	2.14	2.15	2.14

Çizelge 4.8. İkinci denemeye ait kaplama kalınlık ölçüm sonuçları

Her iki denemeye ait ölçüm sonuçlarını Şekil 4.1'de görselleştirilmiştir.



Şekil 4.1. Kaplama kalınlık sonuçlarının grafik gösterimi

4.3. Yapışma Testi Sonuçları

Belirli bir süre uygulanan kuvvet ile kaplama yüzeyinde deformasyon oluşturarak, kaplama ile malzeme arasındaki ilişki, DLC kaplamanın parçaya yapışma kalitesi incelenmiştir. Tahribatla yapılan bu ölçüm sonucundaki değerlendirme, DIN4856:2018-02 referans alınarak, parçalar HF1'den HF6'ya kadar sınıflandırılmıştır. HF1, kaplamanın malzemeye en iyi yapıştığı durumu temsil ederken, HF6 ise kaplamanın malzemeye iyi yapışmadığı, en kötü durumu temsil etmektedir. Bu kapsamda referans alınan değerlendirme görselleri Çizelge 4.10'da, numune parçaların görselleri ve değerlendirme sonuçları Çizelge 4.11 ve Çizelge 4.12 de paylaşılmıştır.

Çizelge 4.9. Yapışma testi parametreleri

Uygulanan kuvvet	150 N
Yükü parçaya uygulama süresi	90 s
Yükü uygulayan uç	120° açıya, 0,5 μm çapa sahip elmas

Yapılan yapışma testi sonucunda, B grubuna ait numunelerin yüzeylerinde bozulmalar gözlemlenmiştir. Bu bozulmalar kaplama kaynaklı olmayıp, malzemenin sertlik değerinin diğer malzemelere göre düşük olmasından kaynaklanmaktadır. Ancak bu bozulmalar HF sınıflandırmasını yapabilmek için herhangi bir engel teşkil etmemektedir. İlave olarak, B grubuna ait numunelerin sertlik değerlerinden daha düşük değerlere sahip parçaların kaplama-malzeme yapışmasına bakılmak istenmesi durumunda, uygulanması gereken kuvvet <150 N olarak belirlenmelidir.

Aynı deneme üretimi içerisinde yer alan farklı malzeme bileşimine sahip parçaların kaplama-malzeme arası ilişkisini gösteren yapışma testi sonucu beklendiği gibi iyi seviyede çıkmıştır. Tek tek analiz edilen parçalar Çizelge 4.11 ve Çizelge 4.12 de özetlenmiş olup, bütün parçalar HF1 sınıfında, yani en iyi yapışma olarak değerlendirilmiştir. İkinci denemede, bias değerinin arttırılması ile birlikte parçaların üzerinde daha kalın bir DLC kaplama tabakasının oluşturulması, kaplamanın malzeme ile olan olumlu etkileşimini değiştirmemiştir. Her iki denemeye ait ölçüm sonuçları Şekil 4.2'de görselleştirimiştir.



Çizelge 4.10. DIN4856:2018-02 HF sınıflandırması

A1 Değerlendirme:	A2 Değerlendirme:	A3 Değerlendirme:
HF: 1	HF: 1	HF: 1
BI Degeriendirme:	B2 Degerlendirme:	B3 Degerlendirme:
	nr. 1	III. I
C1 Değerlendirme:	C2 Değerlendirme:	C3 Değerlendirme:
C1 Değerlendirme: HF: 1	C2 Değerlendirme: HF: 1	C3 Değerlendirme: HF: 1
C1 Değerlendirme: HF: 1	C2 Değerlendirme: HF: 1	C3 Değerlendirme: HF: 1
C1 Değerlendirme: HF: 1	C2 Değerlendirme: HF: 1	C3 Değerlendirme: HF: 1
C1 Değerlendirme: HF: 1 IIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIII	C2 Değerlendirme: HF: 1	C3 Değerlendirme: HF: 1 D3 Değerlendirme: HF: 1

Çizelge 4.11. Birinci denemeye ait parçaların yapışma test sonuçları

A4 Değerlendirme:	A5 Değerlendirme:	A6 Değerlendirme:
HF: 1	HF: 1	HF: 1
P4 Dečevlondirme:	PE Dečadondisma	Pé Dažadandisma
B4 Degeriendirme:	B5 Degeriendirme:	Bo Degeriendirme:
C4 Değerlendirme:	C5 Değerlendirme:	C6 Değerlendirme:
HF: 1	HF: 1	HF: 1
D4 Değerlendirme:	D5 Değerlendirme:	D6 Değerlendirme:
D4 Değerlendirme: HF: 1	D5 Değerlendirme: HF: 1	D6 Değerlendirme: HF: 1

Çizelge 4.12. İkinci denemeye ait parçaların yapışma test sonuçları



Şekil 4.2. Yapışma testi sonuçlarının grafik gösterimi

4.4. Mikro Sertlik Ölçüm Sonuçları

Belirli bir süre kuvvet uygulayarak yapılan mikro sertlik ölçümü ile DLC kaplamanın sertliği ölçülmektedir. Her denemenin kendi içerisindeki sonuçları Çizelge 4.14 ve Çizelge 4.15'te incelendiğinde, aynı denemede yer alan (aynı parametrelerle kaplanan) parçaların mikro sertlik sonuçlarının birbirlerine yakın, kendi içerisinde tutarlı olduğu gözlemlenmiştir. Bu sonuçlara bakarak, mikro sertlik ölçümünün malzeme bilişiminden bağımsız bir ölçü olduğu sonucuna varılmıştır.

Ancak iki farklı bias değerinde yapılan denemelerin sonuçları incelendiğinde, bias değerinin -200A'den -250A'e arttırılması ile birlikte sertlik değerlerinde artış görülmüştür. Bu artışın sebebi, iyonizasyonun artması ile birlikte birim alana düşen atom sayısının artması ve sabit yüzey alanında daha yoğun bir DLC kaplamanın oluşması sebebiyle mikro sertlik değerlerinde de artış gözlemlenmiştir.

Çizelge 4.13. Mikro sertlik ölçüm parametreleri

Uygulanan kuvvet	50 mN
Yükü parçaya uygulama süresi	20 s
Yükü uygulayan uç	120° açıya, 0,5 μ m çapa sahip elmas

Parça Tanımı	Mikro Sertlik (GPa)
A1	33,42
A2	35,17
A3	33,57
B1	31,13
B2	34,34
B3	35,24
C1	35,56
C2	36
С3	34,13
D1	36,01
D2	35,24
D3	31,08

Çizelge 4.14. Birinci denemeye ait mikro sertlik ölçüm sonuçları

Çizelge 4.15. İkinci denemeye ait mikro sertlik ölçüm sonuçları

Parça Tanımı	Mikro Sertlik (GPa)
A4	38,64
A5	38,42
A6	36,82
B 4	38,42
B5	38,64
B6	38
C4	41,42
C5	39,36
С6	38,32
D4	38,15
D5	37,44
D6	41,46





Şekil 4.3. Mikro sertlik sonuçlarının grafik gösterimi

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Parçaların SEM görüntüleri Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'te paylaşıldığı gibi, kaplama sonrası parça yüzeylerinde herhangi bir bozukluk, süreksizlik ya da pürüzlülük problemi ile karşılaşılmamıştır. Bu sonuca istinaden, aynı deneme içerisinde yer alan ve aynı parametrelerle kaplanan A, B, C ve D grubuna ait parçaların alaşım elementlerinin ve oranlarının farklı olmasının DLC kaplama sonrası yüzey kalitesine olumsuz bir etkisi olmadığı sonucuna varılmıştır. Benzer değerlendirme bias parametresindeki değişim üzerine de yapılabilmektedir. İlk deneme ve ikinci denemeye ait parçaların yüzeyleri karşılaştırmalı incelendiğinde, iki denemeye ait parçaların yüzeyleri arasında bir farklılık tespit edilmemiştir.

Çizelge 4.5'te ilk denemeye ait EDX analizi sonuçları, Çizelge 4.6'da ikinci denemeye ait EDX sonuçları incelenmiş olup, iki farklı deneme sonuçları kendi içlerinde ve birbirleri ile kıyaslandığında, numunelerin parça yüzeylerinin kimyasal bileşiminde beklenmedik/anormal bir element tespit edilmemiştir. Yüzeyde beklendiği üzere yaklaşık %90 oranında C elementi, sputtering prosesi esnasında metalik kaplamadan (Krom kaplama) gelen yaklaşık %9 oranında Cr elementi ve malzeme bileşiminden gelen eser miktarda Fe elementi tespit edilmiştir. Farklılık olarak, sadece D malzeme grubuna ait numunelerin yüzeylerinde W elementi tespit edilmiş olup, W elementinin kaplama işleminden değil, Fe elementi gibi, malzeme bileşiminden eser miktarda gelen bir element olduğu değerlendirilmiştir.

Bias parametresinin -200A'den -250A'e çekilmesi sonucunda, EDX analizinde tespit edilen kimyasal bileşimler arasında ve bileşen oranlarında herhangi bir değişim gözlemlenmemiştir. İlk deneyde olduğu gibi D numune grubuna ait parçalarda diğer numune grubundan farklı olarak W elementi tespit edilmiş olup, W elementinin kaplama işleminden değil malzeme bileşiminden eser miktarda gelen bir element olduğu değerlendirilmiştir.

Parçaların görsel sonuçları kadar önemli olan ve DLC kaplamanın kalitesini bize gösteren bir diğer kalite ölçümü de, malzeme ile kaplamanın birbirine yapışma kalitesidir. Tahribatla yapılan bu ölçümlerin değerlendirilmesi için Çizelge 4.10'da paylaşılan, DIN4856:2018-02 standardında yer alan görseller referans alınarak

sınıflandırma yapılmıştır. Bu sınıflandırmaya ait sonuçlar Şekil 4.2'de paylaşıldığı üzere, malzeme alaşım oranlarının farklı olduğu A, B, C ve D grubuna ait numunelerin yapışma kaliteleri arasında bir fark görülmemiştir. Şekil 4.2'de turuncu renkle görselleştirilen deneme bire ait parçaların sonuçları ve mavi renkle görselleştirilen deneme ikiye ait parçaların sonuçları kıyaslandığında, bias değerinin -200A'den -250A'e çıkarılmasının DLC kaplamanın malzemeye yapışma kalitesi üzerine bir etkisinin olmadığı gözlemlenmiştir. Ancak 'Residual stress and microhardness of DLC multilayer coatings' makalesinde (J. Deng ve M. Braun 1996) paylaştığı gibi bias değerinin çok fazla arttırılması, malzeme ile kaplamanın yapışma kalitesi üzerinde olumsuz etki yarattığı bilgisine ulaşılmıştır.

Aynı proses parametreleri ile kaplanan dört farklı malzeme grubuna ait parçaların kaplama kalınlık değerleri Şekil 4.1'de paylaşıldığı üzere, birbirleri ile kıyaslanabilir sonuçlara sahiptir. Malzeme alaşım oranlarının farklı olmasının, DLC kaplamanın kalınlığı üzerinde bir etkisi olmadığı gözlemlenmiştir. Şekil 4.1'de turuncu renkle görselleştirilen deneme bire ait parçaların sonuçları ve mavi renkle görselleştirilen deneme ikiye ait parçaların sonuçları kıyaslandığında, bias değerinin -200A'den - 250A'e çıkarılması, kaplama kalınlık değerinin artmasına sebep olmuştur. 'Effect of substrate bias on microstructure and mechanical properties of WCDLC coatings deposited by HiPIMS' makalesinde (L. Wang ve ark. 2018) de belirttiği gibi 'Bias' değerinin artmasıyla, iyonizasyon da artar. Bunun sonucu olarak da, numune yüzey alanı değişmediği sürece, birim alana düşen karbon atom sayısı artar ve sayısal sonuçlarla desteklendiği üzere malzemenin karbon kalınlık değerinde artış olur.

Yaptığımız tez çalışmasının sonuçlarını kıyaslayabileceğimiz son ölçüm değerleri de DLC kaplamanın mikro sertliğidir. Mikro sertlik sonuçları Şekil 4.3'te paylaşıldığı üzere, aynı parametrelerle kaplanan (aynı deneme grubuna ait), farklı metal alaşımlarına sahip malzemelerin mikro sertlik değeri incelendiğinde, malzeme alaşım oranlarının farklı olduğu A, B, C ve D grubuna ait numunelerin mikro sertlik sonuçları arasında bir fark görülmemiştir. Bu beklenen sonucun en büyük sebebi, mikro sertlik ölçümünün kaplama ve malzeme arasındaki ilişkiyi incelemiyor olmasıdır. 'Residual stress and microhardness of DLC multilayer coatings' makalesinde (J. Deng ve M. Braun 1996) bahsettiği gibi, malzeme ile DLC kaplamanın yapışma kalitesinin iyi olduğu

parametrelerle yapılan kaplama işleminde artık gerilmelerin düşük seviyelerde olmasından dolayı DLC kaplamanın mikro sertlik değerlerinde bir farklılaşma, bir sapma beklenmemektedir.

Şekil 4.3'te turuncu renkle görselleştirilen deneme bire ait parçaların sonuçları ve mavi renkle görselleştirilen deneme ikiye ait parçaların sonuçları kıyaslandığında, bias değerinin -200A'den -250A'e çıkarılması ile birlikte DLC kaplamanın mikro sertlik değerlerinde bir artış gözlemlenmiştir. Birinci denemeye ait parçalar kendi içinde 31,08 – 36,01 GPa arasında sonuçlara sahipken, ikinci denemeye ait parçalar kendi içinde 37,44 – 41,46 GPa aralığında dağılım göstermektedir. Bu artışın sebebi 'Mechanical and Tribological Properties of Diamond-Like Carbon Films Prepared on Steel by ECR-CVD Process' makalesinde (K.Y. Li ve ark. 2000) bahsettiği gibi, bias değerinin artması ile birlikte iyonizasyon artmış olup, birim alana düşen karbon atom sayısının da artmasına sebep olmuştur. Bununla birlikte aynı yüzey alanına sahip numunelerin yüzeylerinde daha yoğun bir DLC kaplama oluşarak, mikro sertliğin artmasına sebep olmuştur.

KAYNAKLAR

Anonim, 2019a. Ghiringhelli taşlama makine görseli https://www.ghiringhelli.it/gb/service/cf400/ - (Erişim Tarihi: 16.10.2019).

Anonim, 2019b. Hart metal tanımlaması

https://de.wikipedia.org/wiki/Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall - (Erişim Tarihi: 09.07.2019).

Bozkurt T. 2006. TiN, TiAlN ve AlTiN Kaplamaların Aşınma Performanslarının İncelenmesi ve Farklı Altlık Malzemede TiN Kaplamanın Etkisinin Araştırılması

Bunshah R.F. 1994. Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings 2nd Edition

Deng J., Braun M. 1996. Residual Stress and Microhardness of DLC Multilayer Coatings

Deng Q.Y., Wang C.M., Zhang T.F., Yang W., Li X., Huang N., Leng Y.X. 2019. Regulating the Uniformity of DLC Films in ECR Plasma with Negative Substrate Biasing

Donnet C., Erdemir A. 2008. Tribology of Diamond-Like Carbon Films

Li K.Y., Zhou Z.F., Chan C.Y., Bello I., Lee C.S., Lee S.T. 2000. Mechanical and Tribological Properties of Diamond-Like Carbon Films Prepared on Steel by ECR-CVD Process

Pierson, H.O., 1999. Handbook of Chemical Vapor Deposition Second Edition, Park Ridge, New Jersey, U.S.A, 506pp.

Robertson J. 2002. Diamond-like amorphous carbon

Taburoğlu V.E. 2017. Characterization and Enhancement of IR Optical and Tribological Properties of DLC Films Synthesized By RF-PECVD

Wang L., Li L., Kuang X. 2018. Effect of Substrate Bias on Microstructure and Mechanical Properties of WCDLC Coatings Deposited by HiPIMS.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı	: Sercan TÜRE
Doğum Yeri ve Tarihi	: Bursa, 1994
Yabancı Dili	: İngilizce - Almanca

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise	: Bursa Malcılar Anadolu Lisesi / 2012
Lisans	: Uludağ Üniversitesi, Makine Mühendisliği/ 2016
Yüksek Lisans	: Uludağ Üniversitesi, Konstrüksiyon ve İmalat
Anabilim dalı, Makine Mühen	ndisliği/ 2020

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl	: Bosch Tic. ve San. AŞ / 2016 -
İletişim(e-posta)	: sercanture16@gmail.com