

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BAKIRIN KATODİK ARK ALÜMİNYUM PLAZMA İŞLEMİ İLE
Al-Cu BİLEŞİKLERİNİN ÜRETİMİ**

**DOKTORA TEZİ
Erdem ARPAT**

Anabilim Dalı : Mühendislikte İleri Teknolojiler

Programı : Malzeme Bilimi ve Mühendisliği

NİSAN 2011

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BAKIRIN KATODİK ARK ALÜMİNYUM PLAZMA İŞLEMİ İLE
Al-Cu BİLEŞİKLERİNİN ÜRETİMİ**

**DOKTORA TEZİ
Erdem ARPAT
(521032003)**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 10 Aralık 2010
Tezin Savunulduğu Tarih : 13 Nisan 2011**

**Tez Danışmanı : Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Mehmet KOZ (MÜ)
Prof. Dr. Erdem DEMİRKESEN (İTÜ)
Doç. Dr. Kürşat KAZMANLI (İTÜ)
Doç. Dr. Levent TRABZON (İTÜ)**

NİSAN 2011

ÖNSÖZ

Doktora tez çalışmalarım süresince değerli yorumları, yönlendirmeleri, gerekli anlarda verdiği cesaret, her konuda fikir alış veriş yapabileceğim konusunda güveni vermesi ve yakınlığı için Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN hocama teşekkürlerimi sunarım. Değerli katkıları, yönlendirmeleri için Doç. Dr. Kürşat KAZMANLI hocama teşekkürlerimi sunarım. Değerli katkılarından için Yrd. Doç. Dr. Nuri SOLAK' a teşekkür ederim.

Değerli yorumları, teknik tecrübelerini paylaşan ve malzeme tedariki konusundaki hassasiyeti için Semih ÖNCEL' e ve değerli yorumları ve tecrübelerini paylaşan Dr. Beril ÇORLU ve Dr. Mubarak ALİ' ye teşekkür ederim.

Laboratuar çalışmalarında yardımlarını esirgemeyen tüm çalışma arkadaşlarıma ve özellikle Semih OTMAN, Sinan AKKAYA ve Sevgin TÜRKEİ' ye teşekkür ederim.

SEM çalışmalarındaki yardımları ve sabrından dolayı Talat ALPAK 'a ve ayrıca yardımlarından dolayı Hüseyin SEZER' e; mikro sertlik çalışmalarındaki yardımları, sabrı ve özverisinden dolayı Dr. Özgür Çelik' e teşekkür ederim.

Maddi ve manevi desteği ile her zaman yanımda olan Mustafa AKAR' a teşekkür ederim.

Maddi ve manevi desteğini esirgemeyen, gerektiği anlarda gülmemi sağlayan ve cesaret veren Ayşegül ACAR' a teşekkür ederim.

Maddi ve manevi desteğini esirgemeyen, her ihtiyacım olduğunda yanımda olan, kardeşim Çiğdem ARPAT' a teşekkür ederim.

Mühendislik hayatımda aldığım kararlara ortak olan maddi ve manevi destek veren, ve hayat tecrübelerini paylaşarak beni yönlendiren aileme teşekkürlerimi sunarım.

Nisan 2011

Erdem ARPAT

(Metalurji ve Malzeme Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	v
KISALTMALAR.....	vii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	ix
ŞEKİL LİSTESİ.....	xi
ÖZET.....	xvii
SUMMARY.....	xix
1. GİRİŞ.....	1
2. FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME, KATODİK ARK, İYON YÜZEY ETKİLEŞİMLERİ.....	5
2.1 Katodik Ark Plazması ve Katodik Ark Fiziksel Buhar Biriktirme.....	6
2.2 Bias Voltajının Etkileri.....	10
2.3 İyon-Yüzey Etkileşimleri.....	10
2.4 İyon Demeti Karışımı.....	12
2.5 Balistik Karışım.....	12
2.5.1 Geri tepme karışımı (Recoil mixing).....	12
2.5.2 Şelale karışımı (Cascade mixing).....	13
2.5.3 Isıl odaklar.....	13
2.5.4 Radyasyon yardımcı difüzyon.....	15
3. ALÜMİNYUM BAKIR SİSTEMİ.....	17
3.1 Al-Cu İkili Denge Diyagramının Alüminyumca Zengin Kesimi (0<at.%Cu<40).....	17
3.2 Al-Cu İkili Denge Diyagramının Orta Kesimi (40<at.%Cu<68).....	18
3.3 Al-Cu İkili Denge Diyagramının Bakırca Zengin Kesimi (68<at.%Cu<100).....	20
4. ALÜMİNYUM BAKIR ALAŞIM VE İNTERMETALİKLERİNİN ÜRETİMLERİ.....	23
4.1 İntermetalik Alaşımların Kitlesel Üretim Yöntemleri.....	23
4.2 İntermetalik Alaşımların Laboratuvar Ortamında Üretim Yöntemleri.....	24
4.3. Alüminyum-Bakır İnce Filmlerinin Üretimi ve Diğer Çalışmalar.....	26
5. Al-Cu SİSTEMİNDEKİ ALAŞIM VE İNTERMETALİK FAZLARIN ÖZELLİKLERİ.....	31
5.1. Al-Cu İntermetaliklerinin Özellikleri.....	31
5.2 Alüminyum Bakır Yapıları ve Alüminyum Bronzları.....	32
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	33
6.1 Kaplama/ Bombardıman Çalışmaları.....	33
6.2 Karakterizasyon Çalışmaları.....	35
6.2.1 X-ışınları difraktometresi ile faz tayinleri.....	35
6.2.2 SEM ile yüzey ve kesit incelemeleri, EDS ile elementel içerik ve kesit boyunca çizgisel elementel içerik incelemeleri.....	36
6.2.3 Mekanik özelliklerin belirlenmesi.....	36

6.3 Sonuçlar	36
7. 65 A, -150/-500 V, 30-120 DAK. İŞLEM PARAMETRELERİNİN 50 µm' LİK SABİT TABAN MALZEYE UYGULANMASI.....	39
8. 60 A, -50/-300 V, 60 DAK. İŞLEM PARAMETRELERİNİN 25 µm' LİK SABİT VE DÖNGÜLÜ TABAN MALZEMEYE UYGULANMASI	49
8.1 60 A, -50/-300 V, 60 dak. işlem parametrelerinin 25 µm' lik sabit taban malzemeye uygulanması	50
8.2 60 A, -50/-300 V, 60 dak. işlem parametrelerinin 25 µm' lik döngü halinde olan taban malzemeye uygulanması	53
9. 40 A, -50/-300 V, 80-130 DAK. İŞLEM PARAMETRELERİNİN 25 µm' lik SABİT TABAN MALZEMELEYE HER İKİ YÜZEYİNDEN UYGULANMASI	57
9.1 40 A, -50/-300 V, 80 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması	57
9.2 40 A, -50/-300 V, 90 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması	62
9.3 40 A, -50/-300 V, 100 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması	66
9.4 40 A, -50/-300 V, 110 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması	69
9.5 40 A, -50/-300 V, 120 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması	73
9.6 40 A, -50/-300 V, 130 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması	76
10. 60 A, -50/-300 V, 120 DAK. İŞLEM PARAMETRELERİNİN 25 µm' lik SABİT TABAN MALZEMELEYE HER İKİ YÜZEYİNDEN UYGULANMASI	79
11. 24 SAAT 700 °C TAVLAMA SONRASI FAZ TAYİNLERİ	83
12. MEKANİK ÖZELLİKLER	87
13. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	91
KAYNAKLAR.....	95
EKLER	101
ÖZGEÇMİŞ	133

KISALTMALAR

BSE	: Geri Saçılan Elektron
EDS	: Enerji Dağılımı Prensipli Elementel Analiz Ünitesi
FBB	: Fiziksel Buhar Biriktirme
KA-FBB	: Katodik Ark Fiziksel Buhar Biriktirme
SEI	: İkincil elektron görüntüsü
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	: X-Işını Difraksiyonu

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Ark oluşumu sonucu enerji dağılımı.	8
Çizelge 3.1 : Al-Cu denge diyagramının alüminyumca zengin kesimindeki tersinmez reaksiyonların listesi, ilgili fazların kompozisyonları ve sıcaklıkları [9].	18
Çizelge 3.2 : Al-Cu denge diyagramının orta kesimdeki tersinmez reaksiyonların listesi, ilgili fazların kompozisyonları ve sıcaklıkları [9].	20
Çizelge 3.3 : Al-Cu denge diyagramının bakırca zengin kesimdeki tersinmez reaksiyonların listesi, ilgili fazların kompozisyonları ve sıcaklıkları [9].	21
Çizelge 6.1 : Çalışmada uygulanan kaplama/ yayındırma işlemi parametreleri.	35
Çizelge 7.1 : 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V işlem parametreleri sonucu 50 μm ' lik sabit bakır folyolar üzerine toplam biriktirme ve bombardıman süreleri.	39
Çizelge 7.2 : 50 μm sabit bakır folyonun 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 120 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama sonrası α_1 -Cu kompozisyonları dağılımları.	48
Çizelge 8.1 : 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonucu 25 μm ' lik sabit ve rotasyonlu folyolara toplam biriktirme ve bombardıman süreleri.	50
Çizelge 8.2 : 25 μm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama sonrası α_1 -Cu kompozisyonları dağılımları.	53
Çizelge 8.3 : 25 μm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama işlemi sonrası α_1 -Cu kompozisyonları dağılımları.	56
Çizelge 9.1 : 40 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 80-130 dak işlem parametreleri sonucu 25 μm ' lik sabit (5 dakikada bir diğer yüz) folyolara toplam biriktirme ve bombardıman süreleri.	58
Çizelge 9.2 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası α_1 -Cu kompozisyonları dağılımları.	60
Çizelge 9.3 : 80 ve 90 dakika işlem görmüş olan numunelerin yüzeylerinden alınan at-% alüminyum elementel analiz verileri.	64
Çizelge 9.4 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası α_1 -Cu kompozisyonları dağılımları.	66
Çizelge 9.5 : γ_1 -Al ₄ Cu ₉ ve δ -Al ₂ Cu ₃ fazlarının difraksiyon açıları, ilgili düzlemleri ve bağıl şiddetleri.	69

Çizelge 10.1 : 60 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonucu 25 µm' lik sabit (5 dakikada bir diğer yüz) folyoya toplam biriktirme ve bombardıman süreleri.	79
Çizelge 11.1 : 24 saat 700 °C homojenizasyon tavlama işlemine tabi olan numuneler.	83
Çizelge 12.1 : 40-60 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 110-120 dak işlem parametreleri sonucu 25 µm' lik sabit (5 dakikada bir diğer yüz) folyoların sertlik değerleri.	87
Çizelge 12.2 : Al-Cu ikili sistemindeki alaşım ve intermetaliklerin sertlik verileri ve literatür ile karşılaştırılması [53].	88
Çizelge 12.3 : Çalışmada üretilen numune fazlara ait sertlik değerleri.	90

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Enerjili parçacıkların bombardımanı sonucu altlık yüzeyindeki etkileşimler [2].	10
Şekil 2.2 : Kinetik enerji, sıcaklığa bağlı ve iyon tutunma ihtimali dağılımı [2].	11
Şekil 2.3 : Enerjili iyon ile katının balistik etkileşimleri [5].	14
Şekil 3.1 : Al-Cu ikili denge diyagramının alüminyumca zengin kesimi [36].	18
Şekil 3.2 : Al-Cu ikili denge diyagramının orta kesimi [36].	19
Şekil 3.3 : Al-Cu ikili denge diyagramının bakırca zengin kesimi [36].	21
Şekil 7.1 : 50 µm' lik sabit bakır folyoların 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 30-120 dak işlem parametreleri sonrası asimetric taranmış x-ışınları tayfları.	40
Şekil 7.2 : 50 µm sabit bakır folyonun 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 120 dak işlem parametreleri boyunca sıcaklık dağılımı.	41
Şekil 7.3 : 50 µm sabit bakır folyonun 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası numunenin BSE yüzey görüntüleri (a) alaşımlanmış makro parçacık ve (b) martenzitik dönüşüm göstermiş olan iğnesel yapılı β_1 -AlCu ₃ fazı.	42
Şekil 7.4 : 50 µm sabit bakır folyoların 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V işlem parametreleri sonrası BSE kesit görüntüleri (a) 30, (b) 60, (c) 90, (d)120 dak, (e) 120 dak (f) 90 dak kesit görüntüsü üzerinde yayınma derinliği ve noktasal at-Al% analiz verileri.	44
Şekil 7.5 : 50 µm sabit bakır folyoların 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 30-120 dak işlem işlem parametreleri sonrası simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	46
Şekil 7.6 : 50 µm sabit bakır folyonun 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 120 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	47
Şekil 8.1 : 25 µm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	50
Şekil 8.2 : 25 µm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parameteleri sonrası (a) 45° açılı yüzey görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, dağlanmış kesitin (c) SEI ve (d) BSE görüntüsü.	51
Şekil 8.3 : 25 µm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	52

Şekil 8.4 : 25 µm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	54
Şekil 8.5 : 25 µm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonrası (a) 45° açılı yüzey görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, dağlanmış kesitin (c) SEI ve (d) BSE görüntüsü.	54
Şekil 8.6 : 25 µm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	55
Şekil 9.1 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	59
Şekil 9.2 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	59
Şekil 9.3 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	61
Şekil 9.4 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	61
Şekil 9.5 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	62
Şekil 9.6 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	63
Şekil 9.7 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	65
Şekil 9.8 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	65
Şekil 9.9 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	67
Şekil 9.10 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	67

Şekil 9.11 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	68
Şekil 9.12 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	68
Şekil 9.13 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 110 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	70
Şekil 9.14 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 110 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	70
Şekil 9.15 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 110 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	72
Şekil 9.16 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50/ 6 sn -300 V, 110 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	72
Şekil 9.17 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	73
Şekil 9.18 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	74
Şekil 9.19 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	75
Şekil 9.20 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	75
Şekil 9.21 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	77
Şekil 9.22 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	77
Şekil 9.23 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	78

Şekil 9.24 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	78
Şekil 10.1 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	80
Şekil 10.2 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	80
Şekil 10.3 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	82
Şekil 10.4 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn - 50/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.	82
Şekil 11.1 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyoların 40 ve 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80-130 dak işlem parametreleri ve 24 saat 700 °C tavlama sonrası simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	84
Şekil 12.1 : α_1 -Cu ve γ_1 -Al ₄ Cu ₉ fazlarından alınan sertlik izlerine ait örnekler.	88
Şekil 12.2 : Elde edilen fazların yük-batma derinliği grafiklerinden örnekler.	89
Şekil A.1 : 50 µm' lik sabit bakır folyoların 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 30-120 dak işlem parametreleri sonrası asimetric taranmış x-ışınları tayfları (büyütölmüş gösterim).	103
Şekil A.2 : 50 µm' lik sabit bakır folyoların 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 30-120 dak işlem parametreleri sonrası simetrik taranmış x-ışınları tayfları (büyütölmüş gösterim).	104
Şekil A.3 : 50 µm sabit bakır folyonun 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 120 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları (büyütölmüş gösterim).	105
Şekil B.1 : 25 µm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	107
Şekil B.2 : 25 µm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	108
Şekil B.3 : 25 µm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	109
Şekil B.4 : 25 µm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	110
Şekil C.1 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	111

Şekil C.2 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri sonrası SEI yüzey görüntüsü	112
Şekil C.3 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	113
Şekil C.4 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrasındaki oluşan boşluk ve çukurlar (a) SEI ve (b) BSE yüzey görüntüleri.	114
Şekil C.5 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	115
Şekil C.6 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	116
Şekil C.7 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	117
Şekil C.8 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	118
Şekil C.9 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 110 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	119
Şekil C.10 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 110 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	120
Şekil C.11 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	121
Şekil C.12 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrasında BSE yüzey görüntüsü	122
Şekil C.13 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	123
Şekil C.14 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	124
Şekil C.15 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.	125

Şekil D.1 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetric taranmış x-ışınları tayfları.....	127
Şekil D.2 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn - 50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetric taranmış x-ışınları tayfları.....	128
Şekil E.1 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyoların 40 ve 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80-130 dak işlem parametreleri ve 24 saat 700°C tavlama sonrası simetric taranmış x-ışınları tayfları.	129
Şekil E.2 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyoların 40 ve 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80-130 dak işlem parametreleri ve 24 saat 700°C tavlama sonrası simetric taranmış x-ışınları tayfları, %5'lik şiddet bölgesi.	130
Şekil F.1 : Mikrosertlik çalışması ile bilgi alınan fazlara örnek batma izleri (a) β-AlCu ₃ , (b) α-Cu ve γ ₁ -Al ₄ Cu ₉ (c) γ ₁ -Al ₄ Cu ₉ (d) δ-Al ₂ Cu ₃ ve ζ ₂ -Al ₃ Cu ₄	131

BAKIRIN KATODİK ARK ALÜMİNYUM PLAZMA İŞLEMİ İLE Al-Cu BİLEŞİKLERİNİN ÜRETİMİ

ÖZET

Bu çalışmada, Ürgen, Şireli ve Çorlu' nun farklı çalışmalarında ortaya koydukları, düşük enerjili iyon plazması ile yüzey özelliklerinin geliştirme yöntemi kitlesel Al-Cu bileşiklerinin üretimi için adapte edilmiştir. Yüksek bias voltajlarının etkisi ile katodik ark plazmasına yayınma ve karışım özelliği kazandırılması yöntemin prensibi oluşturmaktadır. Düşük bias voltajları altında alüminyum biriktirilmesi ve ardından yüksek bias voltajları ile kazandırılan yayınma ve karışım etkilerinin (bombardıman) tekrarlı uygulanması ile alaşımlama yapılmıştır. Biriktirme/ bombardıman adımlarının sürelerine bağlı olarak, bombardıman adımında saniyeler içinde 700-800°C mertebelerinde sıcaklıklara çıkmıştır. Kaplama ve biriktirme adımlarındaki ısınma ve soğuma hızları altlık taban malzemenin kalınlığından dolayı hassastır. Çalışmada 25 ve 50 µm kalınlığındaki bakır folyo altlık malzeme olarak kullanılmıştır.

Kaplama/ bombardıman adımlarının parametreleri ve altlık konumunun sabit/ rotasyonlu olduğu koşullar işlemin değişkenleri olarak seçilmiştir. Al kaynağı için 40, 60 ve 65 A akımlarında çalıştırılan saf Al hedef katot malzeme seçilmiştir. Kaplama/ bombardıman adımlarında, folyo kalınlığına bağlı olarak, -150 V, 30 sn/- 500 V, 6 sn ve -50 V, 60 sn/ -300 V, 6 sn bias voltaj setlerinde çalışılmıştır. Katottan 250 mm mesafedeki bakır folyo; sabit, kendi eksenini etrafında 4 devir/dk hızda dönerek ve 5 kaplama/ bombardıman çeviriminde bir diğer yüz görece şekilde alüminyum plazmasına ile işlem görmüştür. Toplam işlem süreleri 30 ila 130 dakika arasında değişmiştir. İşlem esnasında altlık sıcaklıkları optik pirometre ile dijital olarak kayıt altına alınmıştır. İşlem gören numunelerin homojenizasyonu için 700°C de 1, 6 ve 24 saat süre ile vakumda tavlama işlemini uygulanmıştır.

Numunelerin karakterizasyon çalışmalarında asimetrik ve simetrik geometrilerde ve her iki yüzeyden XRD taramaları yapılmıştır. Numune yüzeyleri ve kesitleri SEM ve EDS ile incelenmiştir.

Çalışmanın ilk hedefi altlık gövdesinin tamamının alaşımlanması olmuştur. İkincil olarak ise işlem parametreleri ve altlık konumu üzerinde çalışılarak verim artışı hedeflenmiştir. Çalışmada son olarak daha yüksek Al içeriğine sahip, Al-Cu ikili denge diyagramının bakır zengin kesimindeki, intermetaliklerin kendi kendini taşıyabilen biçimde üretimi amaçlanmıştır.

Bakır folyolara katodik ark alüminyum plazması ile işlem uygulanarak, Al-Cu ikili denge diyagramının bakır zengin kesimindeki, α_1 -Cu, α_2 -AlCu₄, β_1 -AlCu₃, γ_1 -Al₄Cu₉, δ -Al₂Cu₃, ζ_1 -Al₃Cu₄, ζ_2 -Al₃Cu₄ fazları üretilmiştir. Al-Cu katı eriyiğinin dışında, katı erikle intermetalik faz karışımları, tek faz γ_1 -Al₄Cu₉, δ -Al₂Cu₃ intermetalikleri, γ_1 -Al₄Cu₉ / δ -Al₂Cu₃ ve δ -Al₂Cu₃ / ζ_2 -Al₃Cu₄ intermetalik fazlarının karışımları üretilmiştir. Tavlama işlemi gören numunelerin yapı ve kompozisyonları Al-Cu ikili denge diyagramındaki kararlı fazla ile uyumluluk göstermiştir.

Batıcı ucun yüküne karşılık kat ettiği mesafe prensibine dayalı çalışan sertlik ölçüm cihazı ile numunelerin parlatılmış kesitlerinden sertlikleri ölçülmüştür. Al-Cu katı eriyiği, γ_1 -Al₄Cu₉, δ -Al₂Cu₃, ζ_2 -Al₃Cu₄ fazlarının sertlikleri ölçülmüştür. Al-Cu ikili denge diyagramının bakır zengin kesimindeki fazlara ait sertlik verileri ilk defa sistematik ve güvenilir olarak ortaya konulmaktadır.

Bu çalışmada katodik ark plazması işlemi uygulanarak Al-Cu ikili denge diyagramının bakır zengin kesimindeki katı eriyik ve intermetalik fazlar kitlesel olarak üretilmiş ve yapısal ve mekanik özellikleri ilk defa ortaya konulmuştur. Elde edilen sonuçlar yöntemin potansiyelini göstermektedir. Bu yenilikçi yaklaşım uygulanarak sadece kitlesel alaşımlama değil, kendi kendini taşıyabilen ve intermetalikler gibi üretimi zor olan malzemeler sentezlenebilir.

PRODUCTION OF Al-Cu COMPOUNDS WITH CATHODIC ARC ALUMINIUM PLASMA TREATMENT OF COPPER

SUMMARY

In this study a new approach, introduced by Ürgen, Şireli and Çorlu, for modifying surfaces by low energetic ion bombardment of cathodic arc plasma was utilized for production of bulk Al-Cu compounds. The enhancement of diffusion and mixing properties of cathodic arc plasma through high voltage biasing, of the substrate to be alloyed, constitutes the principle of the utilized technique. Alloying was done by depositing aluminum under low bias voltages and then by enhancing diffusion and mixing by applying a high bias voltage (bombarding) in a cyclic manner. During the bombarding step, depending on the duration, substrate temperatures in a range of 700-800 °C can be achieved in a time scale of seconds. The heating and cooling rates achieved during the depositing and bombarding cycles are also very sensitive to thickness of the substrate. In this study copper foils with 25 µm and 50 µm were used as substrates.

The parameters of the depositing and bombarding modes as well as substrate rotation interval were used as process variables. Cathodic arc currents for Al target was selected as 40 A, 60 A and 65 A. The deposition and bombardment durations and voltages of -150 V 30 s/-500 V 6 s and -50 V 60 s/-300 V 6 s were used as two sets depending on the thickness of the substrate. Copper foils which were placed 250 mm away from the cathode were treated with aluminum plasma under stationary, planetary rotation (4 rpm) and sequential rotation (each surface of the substrate is subjected to 5 cycles of deposition and bombardment). Total processing time varied between 30 to 130 min. During the treatment the temperature of the substrate was recorded digitally by an optical pyrometer. For homogenization of the treated samples an annealing heat treatment was applied at 700 °C for 1, 6 and 24 h.

Characterization of the samples was conducted by XRD-GIA scans with both asymmetric and symmetric geometries and on both sides of the samples. Surfaces and cross sections of the samples were investigated by SEM and EDS.

First goal of the study was to alloy the whole body of foil substrate. The second aim was to revise the process parameters in order to improve the efficiency of the treatment. Finally the third aim was to produce higher Al containing free standing intermetallic phases of copper rich side of Al-Cu binary phase diagram.

α_1 -Cu, β_1 -AlCu₃, γ_1 -Al₄Cu₉, δ -Al₂Cu₃, ζ_2 -Al₃Cu₄ phases on the copper-rich side of the Al-Cu binary phase diagram were successfully produced with cathodic arc aluminum plasma treatment of copper foils. Other than Al-Cu solid solution, mixtures of intermetallics with solid solution, single phase γ_1 -Al₄Cu₉, δ -Al₂Cu₃ and

intermetallic mixtures composed of γ_1 -Al₄Cu₉, δ -Al₂Cu₃ and δ -Al₂Cu₃ and ζ_2 -Al₃Cu₄ were obtained. The structure and composition of the annealed samples are in accordance with the stable phases given in the Al-Cu binary phase diagram

Hardness of samples was measured with micro indentation method from the cross sections. The hardness values of both Al-Cu solid solution, γ_1 -Al₄Cu₉, δ -Al₂Cu₃, and ζ_2 -Al₃Cu₄ intermetallics were determined. This is the first study in which the hardness of phases in copper rich side of binary Al-Cu system was measured in a systematic and reliable manner.

In this study solid solutions and intermetallic phases on the copper rich side of the Al-Cu binary system were produced in bulk state by the application of cathodic arc plasma treatment and characterized with respect to their structure and mechanical properties for the first time. The results of the study indicated the potential of this technique. By implementing this innovative approach, not only alloying of a whole metallic body but also synthesizing freestanding, difficult to produce materials such as intermetallics can be achieved.

1. GİRİŞ

Fiziksel buhar biriktirme yöntemi birçok alt başlık altında uygulanan yöntemleri tanımlamaktadır. Katodik ark fiziksel buhar biriktirme, fiziksel buhar biriktirme yöntemi türevlerinden biridir. Biriktirme işlemine destek olarak; iyon biriktirme, iyon demeti karışımı yöntemleri geliştirilmiştir [1-4].

Katodik ark buhar biriktirme; buhar oluşumunu ya da bir diğer deyişle biriktirilecek malzeme kaynağının oluşturulma mekanizmasını tanımlayan bir isimlendirmedir. Bu işlemde kaynak metali veya kaynak alaşımı düşük voltaj ve yüksek akım altındaki vakum veya düşük basınçlı gaz atmosferinde çalıştırılır. Kaynak katodu yüzeyinde oluşturulan arkın hareketi ve uygun konum ve yönde yerleştirilen manyetik alan ile kontrol altına alınabilir. Ark etkisi ile katot yüzeyinde çok yüksek sıcaklıklara ısınmış noktalar meydana gelir. Bu noktalardan ağırlıklı olarak atomlar, iyonlar ve elektronlar çıkması ile kaynak düşük basınçlı ortama yayılır. Bu yöntemdeki plazma verimi diğer FBB yöntemlerine göre en yüksek seviyededir. Ek olarak makro parçacık oluşumu da gözlenmektedir. Makro parçacıklar ise genellikle sıvı ve katı olmak üzere katot yüzeyinden kopan boyutları 100 µm 'dan düşük olan parçacıklardır [1-3].

Altığa uygulanan eksi yüklü bir potansiyel farkı ile kaynak plazmasındaki iyonlar yönlendirilir. Altık yüzeyine gelmekte olan iyonların kinetik enerjileri potansiyel farkının büyüklüğü ile artar. Bu uygulama iyon kaplama olarak isimlendirilmektedir. Genellikle <1keV enerjili iyonlar kullanılmış olur. Bu yöntemler yüzeyde oluşmakta olan filmin özellikleri geliştirilmektedir [2].

İyon demeti karışımında ise, bir iyon tabancısından çıkan iyonların yüzeyi bombardımanı ile biriktirilmiş katmanlar arasında genellikle biriktirme işlemi sonrasında karışım sağlanarak daha kuvvetli bağlanma hedeflenmektedir (1 keV-300 keV). Bombardıman esnasında enerjili iyonlar ile altık atomları arasında bir takım etkileşimler meydana gelir. Balistik karışım, şelale karışımı ve radyasyon destekli yayınma bu etkileşimlerin başında gelmektedir. İyon dozlarının iyi ayarlanması

gerekmektedir. Yüksek dozda iyon kullanılması durumlarında safsızlık dereceleri düşebilmektedir [5-7].

Benzer bir şekilde iyon tabancası kullanılarak altlık yüzeylerine iyon aşılması da yapılabilmektedir. İyon demeti karışımına göre çok daha yüksek enerjili iyonların (10 keV-5MeV) bombardıman durumları söz konusudur. Genellikle iyonların altlık malzemeye gömülmesi ile sonuçlanır [5-7].

İyon kaplama, iyon demeti karışımı gibi düşük ve orta şiddette olarak nitelendirebilecek iyon bombardımanı etkileri ile altlık atomlarının atomik düzenleri bozulmakta, hatalar ve boşluklar meydana gelmektedir. Bu etki yine iyonlardan kaynaklı ısı etkisinin de yardımı ile yayınmayı geliştirmektedir.

Yukarıda belirtilen iyon bombardıman etkileri; KA-FBB sistemi gibi yüksek iyonizasyon verimine sahip bir sistemle birlikte uygulanacak düşük şiddetli potansiyel alan etkisi ile benzer etkileşimleri yapabileceği açıktır. Şireli [8] ve Çorlu 'nun [10-12] bu bakış açısı ile yaptıkları çalışmalarında, KA-FBB sisteminde iyon bombardımanın etkileri ile Fe-Cr ve Al-Cu-Fe sistemleri yüzeylerde biriktirilerek ilgili kaynak atomlarının plazmaları ile sürekli ve çevrimli olarak bombardıman edilmişlerdir.

3 ana bölüm olarak derlenen bu çalışmada ise; katot ark iyonlarının bombardımanı etkisi destekli karışım modeli ile yüzey özelliklerinin geliştirilmesinden ziyade tüm gövdede alaşımlama oluşturmaya çalışılmıştır. Model olarak Al-Cu ikili sistemi seçilmiştir.

Çalışma; altlık olarak seçilen bakır folyoya uygulanan farklı bias voltajları ile öncelikle alüminyum kaplanması ve ardından kaplanan alüminyum tabakasının bombardıman etkisi ile bakır altlıkta karışım şelaleleri ve ısı odakları oluşturarak radyasyon destekli yayınma mekanizmasının çalıştırması sağlanmıştır.

65 A ile oluşturulan Al plazması, 30 sn/ 6 sn sürelerince sırası ile -150 V/ -500 V bias voltajlarının tekrarlı çevrimi ile 50 µm 'lik bakır folyoya biriktirilip bombardıman edilerek yapıya tamamen nüfuz etmesi sağlanmıştır.

İşlemin toplam süresini azaltmak amacı ile kalınlığı 25 µm olan folyo kullanılmış toplam kaplama süresinin de toplam işlem süresine göre oranı arttırılmıştır. Bias voltajlarının -50 V/ -300 V değerlerinde çalıştırıldığı bu grup çalışmasında ayrıca

numunenin kendi eksenini etrafında sürekli döndürülmesinin etkileri de görülmeye çalışılmıştır.

25 µm altlık malzemeye göre uygun olan parametreler ile 5 'er kaplama/ bombardıman döngüsü sürekli olarak ve sırası ile altlığın her iki yüzeyine de uygulanmıştır. Toplam işlem süreleri arttırılarak Al-Cu ikili denge diyagramındaki bakırca zengin intermetaliklerin üretilmesine çalışılmış ve yöntemin kapasitesinin ortaya konulmasına çalışılmıştır.

Yoğun çarpışma ile boşluk oluşumu sonucu ivmelendirilmiş difüzyon etkileri ile oluşturulan yapıların içerikleri Al-Cu sistemi için heterojen karakterli olarak gerçekleşmiştir. Bu durumu aşmak için vakum ortamında ikincil bir tavlama işlemi gereksinimi gündeme gelmiştir.

KA-FBB sisteminde iyon kaplama bias voltaj seviyelerindeki iyon enerjileri ile 25-50 µm kalınlıklarında kendi kendini taşıyabilen malzemeler üretilebilmeye çalışılmıştır. Örnek olarak seçilen Al-Cu ikili sisteminin bakırca zengin kesimindeki intermetalik alaşımlarının, ikincil tavlama işlemi ile yapı içerisinde homojen olarak elde edebileceği ön görülmüştür.

2. FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME, KATODİK ARK, İYON YÜZEY ETKİLEŞİMLERİ

FBB yöntemleri; malzemenin katı veya sıvı kaynaklardan atom ve/ veya molekül olarak buharlaştırılması esasına dayanmaktadır. Oluşturulan buhar; vakum veya düşük basınçlı buhar/ plazma ortamında atomal seviyede yoğunlaşacağı yüzeye taşınır. FBB yöntemleri ile tipik olarak nanometre mertebelerinden birkaç mikrometre mertebelerine kadar olan kalınlıklarda ince filmler biriktirilir. Bununla beraber; çok katmanlı kaplamalar, değişken kompozisyonlu filmler, kalın katmanlar ve kendi kendini taşıyabilen (freestanding) yapılar da bu yöntemlerin uygulamaları arasında sıralanabilirler. FBB yöntemleri ile biriktirme hızları genel olarak saniyede 1-10 nanometre arasında değişebilmektedir.

FBB yöntemleri element, alaşım ve ayrıca reaktif/ yarı-reaktif yöntemler ile bileşik katmanları oluşturmak için kullanılabilirler. FBB yöntemleri; vakum biriktirme, sıçratma biriktirme, ark buhar biriktirme, iyon biriktirme alt başlıkları altında toplanabilir. Bu yöntemlerin dışında FBB yöntemlerinin daha alt türevleri de bulunmaktadır.

Vakum biriktirmede ısı etkisi ile buharlaşan bir kaynak kullanılır. Tungsten tel veya elektron demeti ile kaynak atomları/ molekülleri buharlaştırılır. Vakum ortamındaki buhar, çok az veya hiçbir parçacık ile çarpışma yaşamadan altlık yüzeyine birikir ve yoğunlaşır. Biriktirilen malzemenin kompozisyonu sıvı fazdaki kaynakların bağıl buhar basınçları ile orantılı olmaktadır. Sonuç üründe talep edilen safsızlık seviyesine göre 10^{-5} - 10^{-9} torr basınç seviyelerinde çalışılır. Birikme hızlarının diğer yöntemlere göre en yüksek seviyede sağlanabildiği bu yöntemde buhar sadece gördüğü yüzeyde birikir.

Sıçratma biriktirmesi, hedef (kaynak) malzemenin fiziksel olarak atomal düzeyde sıçratma işlemi ile buharlaştırılması prensibine dayanır. Isıl bir işlem olmayan fiziksel sıçratmada, hızlandırılarak enerji kazandırılmış plazma ortamındaki gaz iyonlarının hedef malzemeyi bombardıman etmesi sağlanır. Hedef malzeme

yüzeyindeki atom ve moleküller ise çarpışma ile momentum transferi sonrası etkileşimler sebebi ile yüzeyden fırlayarak kopmaktadır. Hedef malzeme elementel, alaşım, bileşik olabilmektedir. Sıçratma buharının ve biriken katmanın kompozisyonu hedef malzeme ile aynı olmaktadır.

Ark buhar biriktirme yönteminde yüksek akım ve düşük voltaj kullanılarak kaynak elektrotu buharlaştırılır. Katodik elektrot kullanıldığında katodik ark, anodik elektrot kullanıldığında ise anodik ark buharı oluşturulur. Buhar altlık malzemede biriktirilir. Yüksek oranda iyonize olmuş kaynak buharı altlık malzemeye uygulanan potansiyel farkı ile hızlandırılıp enerji kazanması sağlanabilir.

İyon biriktirme yönteminde; eş zamanlı ya da periyodik olarak, biriktirilen katmanın enerjili ve atomal boyutlu iyonlarla bombardıman edilmesi söz konusudur. Biriktirme yöntemlerine yardımcı olan bir ek yöntem olarak tanımlanabileceği gibi, iyon destekli biriktirme ya da iyon buharı biriktirmesi olarak da isimlendirilmektedir. Bombardıman iyonların enerjisi, akısı ve kütlesi yöntemin önemli değişkenleridir. Isıl buharlaşma, sıçratma, ark buharlaştırması yöntemleri ile biriktirilecek malzeme oluşturulur. Bombardıman amaçlı kullanılan enerjili parçacıklar ise asal veya reaktif bir gazın iyonları olabileceği gibi biriktirilen malzemenin iyonları da olabilmektedir. Dolayısı ile iyon kaplama yönteminde, bombardıman iyonları plazma ortamından çekilir veya ayrı bir iyon tabancası kullanılır. İyon tabancası kullanıldığı durumdaki yöntem iyon demeti yardımcı (IBAD) biriktirme olarak isimlendirilmektedir. Plazma ortamında reaktif bir gazın kullanılması ile bileşik katmanların biriktirilmesi de mümkün olabilmektedir. İyon kaplama yöntemi kullanılarak yapılan biriktirme işlemlerinde; yapışma özelliği ve yoğunluğu arttırılmış sert katmanların oluşturulması mümkündür [1-4].

2.1 Katodik Ark Plazması ve Katodik Ark Fiziksel Buhar Biriktirme

Ark buhar biriktirmesi; elektriksel ark oluşum koşullarının sağlanması ile bir elektrot yüzeyinde (malzeme kaynağı) buharlaşma gerçekleşmesini içeren bir FBB yöntemidir. Elektrot malzemenin buharı veya ortamdaki gaz fazından geçen yüksek akımlı ve düşük voltajlı elektrik, ark oluşum koşulları tanımlar. Ark voltajının kaynak elektrot malzemesine ait buhar iyonizasyon potansiyelinin biraz üzerinde olması yeterlidir. Bu durum genellikle 25 V üzerindeki potansiyel farklarında

mümkündür. İşlem sırasında malzemenin büyük bir kısmı ısı etkisi ile buharlaşır. Bununla birlikte bir kısmı da erimiş damlacıklar veya katı parçacıklar olarak elektrot yüzeyinden çıkmaktadır. Buharlaşmış atomların yüksek bir yüzdesi ark buharlaşması esnasında iyonlaşmaktadır.

Ark oluşumu vakum arkı ya da gaz arkı olmak üzere iki şekilde gerçekleşebilir. Vakum arkı, birbirine yakın olarak konumlandırılmış elektrotların arasında elektrotun buharlaşması ile gerçekleşir. Gaz arkı ise elektrotlar arasındaki yüksek veya alçak basınçlı gaz ortamında gerçekleşir. Yüksek basınçlı gaz arkları ark kaynağı gibi yöntemlerde kullanılırken FBB yöntemlerinde tercih edilmezler. Ark buharlaşması ısı buharlaşma ve sıçratma yöntemlerini bünyesinde barındırmasından dolayı FBB yöntemleri içerisinde özgün bir buharlaşma yöntemi olarak tanımlanabilir.

Elektrotlar arasındaki düşük basınçlı vakumdan geçen elektrik akımı elektrot malzemesinin buharlaşması ve plazma oluşumunu sağlamaktadır. Genelde ark başlatmak için elektrotlar birbirlerine dokundurulduktan hemen sonra ayrılmalrı sağlanır. Katot tarafında 10^4-10^6 A/cm² seviyelerinde akım yoğunluğuna sahip katot noktaları oluşmaktadır. Bu seviyelerdeki akım yoğunlukları, katot yüzeyinden erimiş ve katı parçacıkların çıkmasını sağlar. Eriyen ve buharlaşan bölgelerde ark erozyonları meydana gelir. Buharlaşan malzemenin büyük bir çoğunluğu ark temasından dolayı iyonize olur ve genellikle çok değerlikli iyonizasyon seviyelerine ulaşır. İyon hareketliliğinin elektron hareketliliğine göre daha yavaş olmasından ötürü ortamın yükü artı yönde artar ve artı yüklü parçacıklar plazmadan enerji kazanarak uzaklaşırlar. Tipik olarak 50-150 eV enerjiye sahip bu iyonlar sayesinde, biriken film sürekli olarak bombardıman edilmiş olur. Bu etki öz-bias olarak adlandırılmaktadır.

FBB yöntemlerinde kullanılan gaz arkında vakum ortamındaki basınç bir miktar arttırılmış olur. Buharlaşan malzemenin gaz fazında çekirdeklenmesi bu sayede önlenmiş, plazmadan ivmelendirilen iyonların çarpışma oranları azaltılmış ve ısı kayıpları engellenmiş olur. Gaz arkında elektrot atomları ve aynı zamanda kullanılan gaz atomları ark oluşan yüzeyde iyonize olarak arkın devamlılığı sağlarlar. Bu durum elektrotlar arası mesafenin daha fazla olmasına yardımcı olmaktadır. Gaz arkı biriktirmesinde elementel katmanlar oluşturulacağı zaman kullanılacak gaz argon

gibi asal bir gaz olabilir. Bileşik katmanlar oluşturulacağı zaman ise reaktif gaz ve reaktif gaz ile birlikte asal gazların kullanılması da söz konusudur.

Ark erozyonu sebebi ile katot yüzeyinde buharlaşma olması durumundaki sistem sürekli katodik ark kaynağı olarak tanımlanır. Katot eriyik veya su soğutmalı katı katot olabilir. Su soğutmalı (soğuk katot) katodun en geniş uygulaması katodik ark kaynağı olarak kullanılmasıdır. Kararlı ark oluşturabilmek için arktan geçen elektrik akımının belirli değerlerin üzerinde olması gerekmektedir. Bakır ve titanyum gibi düşük ergime sıcaklığına sahip malzemeler için tipik olarak 50-100 A kullanılması gerektiği gibi, tungsten gibi yüksek ergime sıcaklığına sahip malzemeler için ise 300-400 A kullanılması gerekmektedir. Katottan anoda elektron hareketinin kolaylığı doğrultusunda ark voltajları da 15 ila 100 V arasında değişebilmektedir. Arkın enerji dağılımı Çizelge 2.1 'deki şekilde özetlenebilir.

Çizelge 2.1 : Ark oluşumu sonucu enerji dağılımı.

Etki	Etki yüzdesi
Isı	34%
Elektron emisyonu	21%
Buharlaşma (atomlar ve makro parçacıklar)	3%
İyonizasyon (tek ve çok değerlikli)	7%
İyonlara kazandırılan enerji	23%
Elektronlara kazandırılan enerji	10%

Katodik ark biriktirmesi tekniğindeki başlıca iki problemten biri arkın dengede tutulması ve ilerlemesinin yönlendirilmesi, diğeri ise katı yüzeyden çıkan mikrometre ebatlarında eriyik halde küresel parçacıklardır. Arkın kendi başına rastgele ilerlediği düzenekler rastgele katodik ark kaynakları olarak isimlendirilmektedir. Sınırlı bir alana sıkıştırılarak arkın belirli bir yol izlemesinin sağlandığı düzenekler ise yönlendirilmiş katodik ark kaynağı olarak isimlendirilmektedir. Manyetik alan düzenekleri yardımı ile birçok yönlendirilmiş ark tasarımı bulunmaktadır. Manyetik alan kullanıldığında makro parçacık oluşumunda azalma görülmektedir.

Yüksek yoğunluklu elektrik akımı genellikle katı katot yüzeyinde sönümlenene kadar katot noktaları oluşturur. Yüzeyde hareket eden katot noktalarındaki elektrik akımı 30-300 A değerleri arasında değişirken, akım yoğunluğu ise 10^4 A/cm² değerlerinin üzerindedir. Akım yoğunluğu çok yüksek olursa ark bir veya birkaç katot noktasına

bölünür. Rastgele harekette, katot noktası yüzeydeki bir tepeciğe ya da oksit kalıntısı gibi yüksek elektron salınımı yapan bir noktaya yapışıp o bölgeyi buharlaştıran kadar bekler.

Katottaki ark hareketi gaz kompozisyonu, gaz basıncı, katot malzemesi, katot malzemesi safsızlığı ve manyetik alanların varlığından etkilenir. Herhangi bir manyetik alanın olmadığı ortamda ark tamamen rastgele hareket etme eğilimi gösterir. Katot disk şeklinde olduğu durumlarda ark genellikle orta nokta etrafında gezer ve bu alanda erozyon daha fazladır. Katot yüzey normaline dik olan zayıf bir manyetik alanın varlığında ark rastgele ancak spiral bir hareket karakteri sergiler. Manyetik alan daha da kuvvetlendiğinde ise manyetik alanın yüzeye olan açısı ile arkın hareket karakteri belirlenir.

Katot noktalarındaki ısı şokları ve hidrodinamik etkiler sebebiyle katı yüzeyinden ayrılan katı ve erimiş makro olarak adlandırılan parçacıklar oluşturmaktadır. Makro'ların sayısı ve büyüklüğü katot malzemesinin ergime noktası, buhar basıncı ve ark hareketinin karakterine bağlıdır. Düşük ergime noktalı katot malzemesi ve yavaş ark hareketi bir araya geldiğinde ortalama 10 mikrometre büyüklüğünde makrolar oluşur. Ters durumda ise ortalama <1 mikrometre büyüklüklerinde makrolar oluşmaktadır. Bu durum biriken malzeme miktarının azı veya çoğunun makro parçacıklar içermesine sebep olabilmektedir. Makro oluşumlarının dağılımları yöne bağımlı olarak değişkenlik gösterir. En çok makro parçacık birikmesi yüzey normaline göre 60° açılarda gözlemlenmiştir. Makro parçacıkların 250-350 m/sn hızlarda ilerledikleri bilinmektedir. Ark buharı biriktirmesinde makro'ların ısı olarak buharlaşması sonucu plazmada rastlanan yüksüz parçacıklar ortaya çıktıkları varsayılmaktadır. Bu durum, alaşım katmanları biriktirilirken kompozisyon ve kalınlık açısından fark oluşumuna neden olabilmektedir.

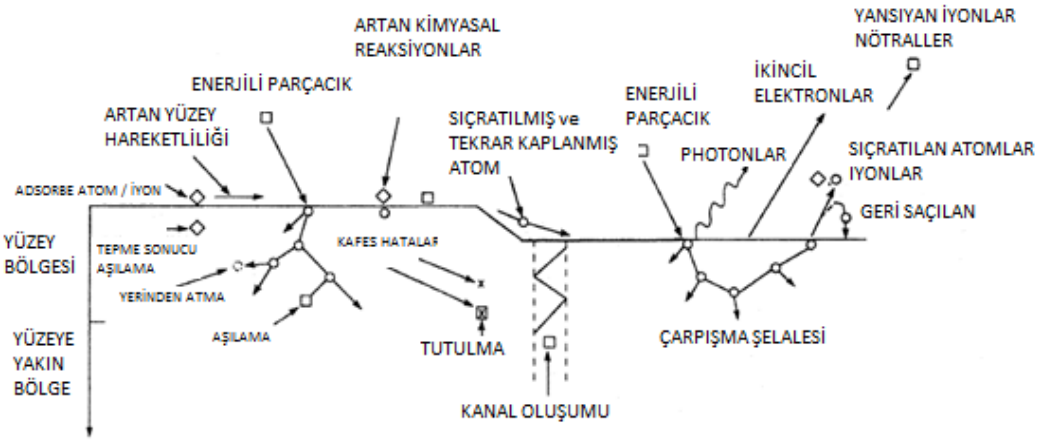
Makro'ların sayısı ve ebatlarının düşük ergime sıcaklığına sahip kaynak, yüksek katot akımlarında çalışma, yüksek katot sıcaklıkları gibi sebeplerle arttığı belirtilmiştir. Bu olumsuzluğu azaltabilmek için ark akımının azaltılması, kaynak altlık arası mesafenin artırılması, gaz basıncının artırılması ve plazma yoğunluğunun artırılması için orta-eksenli manyetik alan kullanılması önlemleri alınabilir [1, 3].

2.2 Bias Voltajının Etkileri

Elektronların pozitif yüklü iyonlara oranla hareketliliği çok daha fazla olduğundan plazma ile temas halindeki yüzey arasında eksi yüklü eğilim ortaya çıkabilir. Ayrıca dış kaynaklı bir eksi yüklü potansiyel farkı yardımı ile plazma ile yüzey arasındaki eksi potansiyel artırılabilir. Uygulanan eksi voltaj; doğru akım, darbeli doğru akım, alternatif akım ya da radyo frekanslı alternatif akım formunda olabilir. Uygulanan bias artı yüklü iyonları çok yüksek enerjilerde yüzeye yönlendirebilir.

2.3 İyon-Yüzey Etkileşimleri

Yüzeye çarpan iyonlara maruz kalmış katmanlarda bir takım olaylar silsilesi gerçekleşmektedir. Biriken katmanlar ve altlık yüzeylerinin gördüğü etkileşimler Şekil 2.1 'de görülmektedir. Biriktirme işlemlerinin, katman karakterizasyonun ve özelliklerinin iyileştirilmesi açısından bu etkileşimlerin anlaşılabilmesi çok önemlidir. Bu geniş konuda öne çıkan başlıklar aşağıdaki şekilde sıralanabilir.



Şekil 2.1 : Enerjili parçacıkların bombardımanı sonucu altlık yüzeyindeki etkileşimler [2].

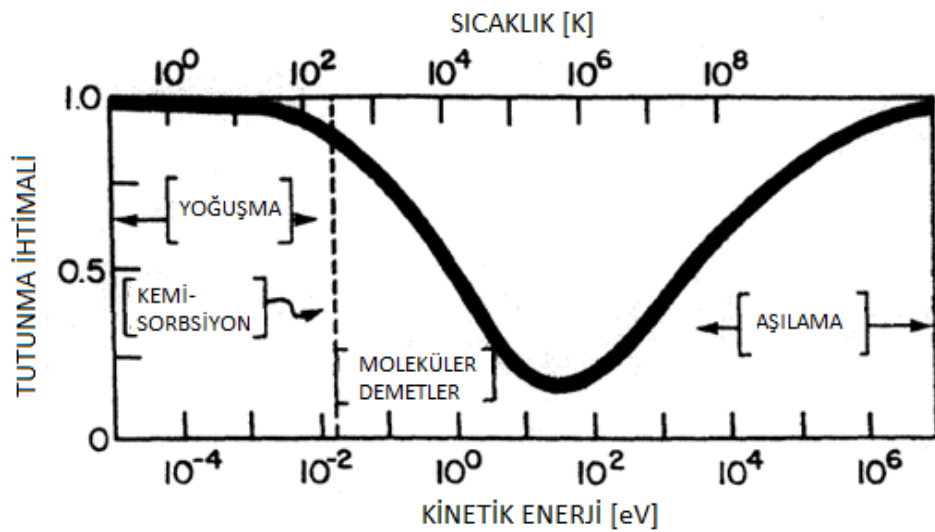
- Yüzeyi bombardıman eden iyonlar plazmadan ve/veya iyon kaynaklarından sağlanabilir.
- Bombardıman anından sonra gelen iyon; geri saçılabilir, tutunup adsorblanabilir, saçılabilir, yüzey atomlarını sıçratabilir, yüzey altına aşılabilir. Yüzeyin ısınması, kimyasal reaksiyonlar, atomal karışımlar, topografi değişimi iyon bombardımanın diğer etkileridir.

- Yüzeye tutunma veya reaksiyona girme olasılıklarını değiştirebilmesi açısından iyon demetinin enerjisi etkileşimin doğasını değiştirebilmektedir. Buna göre 10^{-2} eV' dan (oda sıcaklığındaki ısı enerjisi seviyesi) daha düşük seviyedeki kinetik iyon enerjilerde, biriken atom sayısının çarpan iyon sayısına oranı genelde 100% dır. Tutunma durumu olarak tanımlanabilecek bu koşulda yoğunlaşma ve kemisorbsiyon görülür.

Şekil 2.2 'de görüldüğü gibi 10^{-2} eV 'den 10^4 eV arasındaki enerji seviyelerinde tutunma ihtimali azalmaktadır. 20 eV 'de tutunma ihtimali 0,2 'ye inmektedir. Ancak enerji artışı ile birlikte tekrar 0,6 seviyesine çıkmaktadır. Belirtilen iyon enerjisi aralığında önemli sıçratma olayları gözlenmektedir.

10^4 eV 'den 10^6 eV' ye kadar olan iyon enerjisi seviyelerinde ise iyonların yüzey altına aşılmalari sebebi ile tutunma ihtimali tekrar artmaktadır. İyon enerjilerinin yanı sıra; iyonun kütlesi ve yükü, yüzeyin ve yüzey altının doğası, katman veya altlığın kristalografisi ve yapısal özellikleri diğer önemli değişkenler olarak sıralanabilir.

- Şerare etkisi ile oluşmuş iyonların enerjileri birkaç eV 'den 100 eV seviyelerine kadar değişkenlik göstermektedir. Katman büyütmede ve sıçratma ile dağlama/ temizlik işlemlerinde genel olarak enerji kazandırılan plazma ve düşük enerjili (<1 keV) iyon demetleri kullanılmaktadır. Öte yandan iyon aşılmasında yüksek enerjili iyon demetleri kullanılmaktadır [2].



Şekil 2.2 : Kinetik enerji, sıcaklığa bağlı ve iyon tutunma ihtimali dağılımı [2].

2.4 İyon Demeti Karışımı

İyon demetine maruz kalan malzemelerin atomik düzenlerinde önemli ölçüde değişiklik meydana gelmektedir. İyon ışınlaması esnasında iki farklı malzemeyi ayıran ara yüzeyde atomik karışım veya alaşımlama gerçekleşir. Bu işlem iyon demeti karışımı olarak tanımlanmaktadır. Enerjili iyonun katı ile etkileşiminden başlamak üzere iyon karışımı etkilerinden birkaç işlem sorumludur. Çarpışma şelalesi, ara yüzeyden geçen iyon sayısı, iyonun hedef ile etkileşiminin balistiği ve kinetiği işlemin basamaklarında etkili olmaktadır. Işınlanan iyonun kütlelerinin değiştirilmesi balistik ve çarpışma etkilerinin değişmesine neden olmaktadır. Kütlelerin arttırılması iyonun birim mesafedeki nükleer çarpışma enerjisinin artmasına sebep olmaktadır.

İyon hedef çarpışmalarının birincil etkilerinin yanı sıra altlık sıcaklığı da karışımın davranışını değiştirebilmektedir. Düşük sıcaklıklarda sıcaklık değişikliklerinden pek etkilenmeyen bir davranış görülse de belirli kritik sıcaklıkların üzerinde, sıcaklığa bağlı davranış görülmektedir [5].

2.5 Balistik Karışım

Enerjili iyon ile katı arasındaki etkileşimler birkaç süreç içermektedir. İyon katı içerisine nüfuz ettiğinde enerjisini katı atomları ve elektronlarına geçirerek yavaşlar. Atom çekirdeklerinin çarpışması adımıyla hedef atomları kristal kafes pozisyonlarından temelli ayrılabilir ve birkaç kafes pozisyonu uzakta tekrar yer alabilirler. Bu süreç iki malzemeyi ayıran sınırdaki gerçekleştiğinde ise arayüz karışımı gözlemlenir. Atomik yerleşme ve tekrar düzen oluşturma süreçleri balistik karışımı tanımlayan olaylardır [5, 7].

2.5.1 Geri tepme karışımı (Recoil mixing)

Altlık üzerine vuran iyonun enerjisinin bir kısmı altlık atomuna geçer. Altlık atomları yüksek enerjili çarpışmalarda, çarpışma öncesi pozisyonlarından çok uzaktaki bir kafes pozisyonuna geri tepilmiş olur. Gelen iyonlar ile hedef atomları arasında tekrarlanan tekil çarpışmaların sonucu olarak atomların taşınması içeren bu süreç, balistik karışımın en basit halidir. Diğer bir deyişle geri tepme aşılması veya geri tepme karışımı olarak isimlendirilmektedir. Bu süreç ile karışımın başarılı olabilmesi

iin geri tepilen atomun en uzun mesafeyi kat etmesi gerekmektedir. Bu durum da ancak gelen iyon ile hedef atomun kafa kafaya arpıřması ile mmkn olabilir. Kafa kafaya arpıřma ihtimali dřk olduėundan dolayı, arpıřmaların oėu yumuřak olarak nitelendirilmektedir. Yumuřak arpıřmalar ile oluřan geri tepmelerin hem enerjileri dřk seviyededir hem de kafa kafaya arpıřmalara gre daha az mesafe kat etmektedirler. Sonu olarak, geri tepme mekanizması ile karıřıma dahil olan hedef atomlarının sayıları az olmaktadır [5, 7].

2.5.2 řelale karıřımı (Cascade mixing)

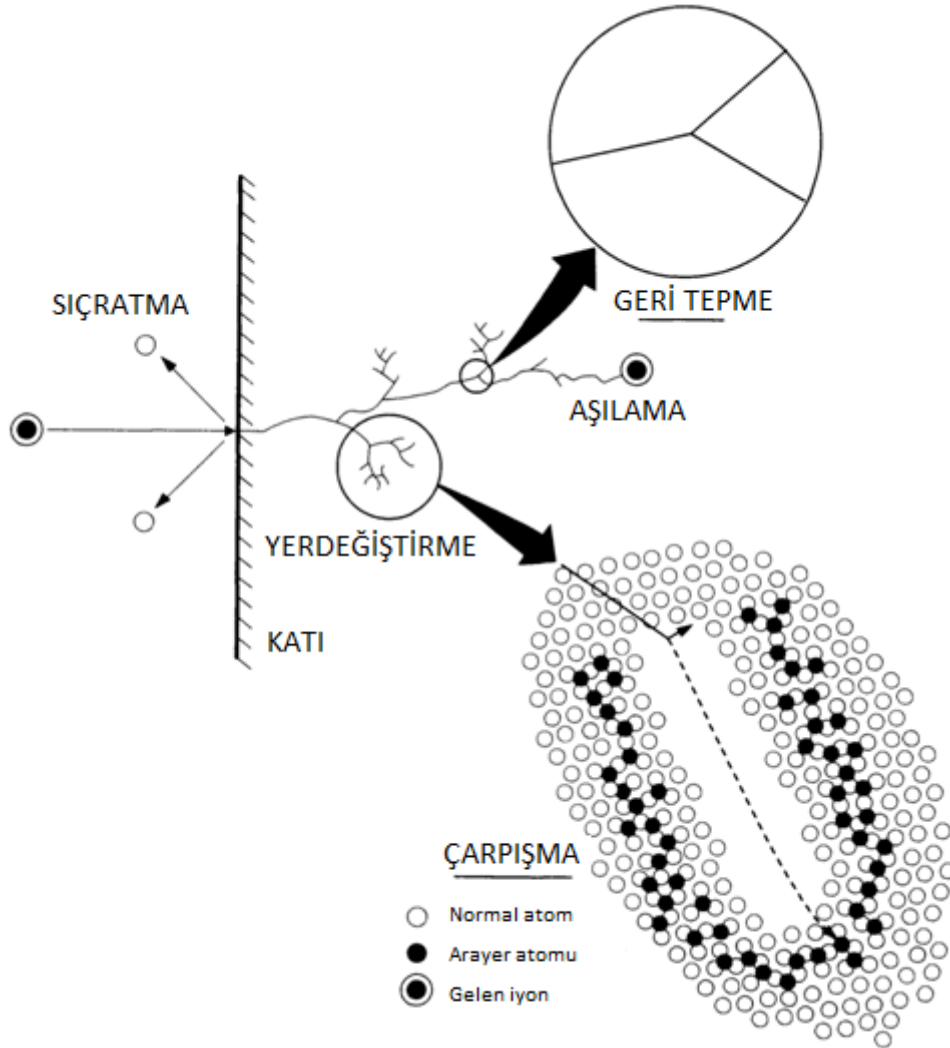
Geri tepme karıřımına ek olarak iyon ıřınlanması ve ařılması esnasında farklı bir balistik olay gzlenebilir. Tekil bir iyon birkaç hedef atomunu geri teperek yer deėiřtirmelerini saėladıėında geliřmiř bir atomik karıřım mekanizması gzlenir. oklu yer deėiřim srecinde ilk geri tepilen atom diėer komřu atomlar arpmaya devam ederek farklı atomlarında srece katılmalarını saėlamaktadır. Tek bir atomun yksek enerji sahibi olarak geri tepme ařılmasında rol almasından farklı olarak, arpıřma řelalesindeki atomlar birbirinden baėımsız birok dřk enerjili arpıřma ve tekrar konumlanma srecinden geerler. Bir seri dřk enerjili baėımsız atom yer deėiřiminin meydana geldiėi srece řelale karıřımı tanımlaması yapılmaktadır.

řekil 2.3' de enerjili iyonun katı ile balistik etkileřimleri grlmektedir. Yzeyde sıratma olayları, tek iyon-tek atom geri tepme olayları ve ok sayıda dřk enerjili atomun dahil olduėu řelale karıřımının geliřimi řekilde grlmektedir. Yer deėiřtirmiř olan atomların boř kafes pozisyonlarını evreleyen ara yer pozisyonlara yerleřtiėi de grlmektedir [5-7].

2.5.3 Isıl odaklar

řelale karıřımı katı altlık ierisinde dzensizliėi artmıř ve ok ısınmıř blgeler oluřmasına neden olmaktadır. Bu olay yzey sıcaklıėının geici olarak artması ile sonulanan ısıl odaklar olarak adlandırılmaktadır. Isıl odaklar ayrıca ařılama etkisi altındaki blgenin geici olarak ergimesi olarak da tanımlanmaktadır. Molekler dinamik benzetimlerinden elde edilen verilere gre bu etki bakır gibi metallerin ergime sıcaklıklarının zerinde sıcaklıklara ıkılmasını saėlayabilmektedir. [13, 14] Bu geici etki atomların blgesel olarak tekrar dzene girmesine yardımcı olmaktadır. [15, 16]

Anders' ın [17] açıklamalarına göre, yüzeye gelen iyonlar hem kinetik hem de potansiyel enerji taşımaktadırlar. Taşınan enerji altlığın ısınması ve büyütülen yapının özellikleri üzerinde ciddi etkilere sebep olmaktadır. Bahsi geçen potansiyel enerji; iyonların taşıdığı elektronların uyarılma enerjileri, toplam iyonizasyon enerjileri ve kohezif enerjilerini içermektedir. Uyarılma enerjisinin ısınmaya etkisi az ve yok sayılabilecek seviyededir. Bir atomun kafes konumundan tanımlanmamış çok uzak bir konuma hareketini sağlayan enerji kohezif enerji olarak tanımlanmaktadır.



Şekil 2.3 : Enerjili iyon ile katının balistik etkileşimleri [5].

Büyüyen film ile iyon birleştiğinde kohezif enerji kullanılabilir duruma gelmektedir. Kohezif enerji 1,5 ile 8,9 eV aralığında değişmektedir. Potansiyel enerjideki en çok pay, bir iyondaki yükün bağlı olan elektronlardan birinin koparılması ile +1 fazlası olan yüke geçişine neden olan iyonizasyon enerjisindedir. Dolayısı ile yüzeye

yaklaşan bir iyonun toplam enerjisi, kinetik enerjisi ve iyonizasyon enerjilerinin toplamı mertebesinde.

Bu noktada daha fazla iyonizasyon derecesine sahip ya da bir başka ifade ile daha yüklü bir iyonun toplam enerjisi daha yüksek olacağı söylenebilir. W^{+5} iyonlarının potansiyel enerjilerinin 151 eV olması göz önüne alındığında toplam iyonizasyon enerjilerinin potansiyel enerjiye en fazla katkı sağlayan enerji olduğu belirtilebilir [17].

2.5.4 Radyasyon yardımcı difüzyon

Radyasyon yardımcı difüzyon, enerjili iyonlar ile bombardıman edilip ısınmış yüzeylerde meydana gelebilmektedir. Sıcaklığa bağlı olan bu süreç, boşluk ve ara yer atomları gibi yapısal hataların difüzyonu ile sonuçlanmaktadır. Radyasyon yardımcı difüzyon; hata yoğunluğu, hataların hareketliliği ve çökelti yoğunluğuna bağlı olan difüzyon katsayıları ile tanımlanırlar [18, 19]. Çarpışma şelalesi sonucu oluşan yapı hataları iyon karışımına egemen olan mekanizmadır. Kritik sıcaklıklar üzerinde çalışıldığında bu mekanizma daha da etkin olmaktadır [20, 21].

İyon-katı çarpışmalarındaki enerji aktarımları yapısal değişimlere neden olabilecek özel süreçler ortaya çıkarmaktadır. Yüksek enerjili iyon bombardımanı esnasında bölgesel olarak 10^3 - 10^4 K gibi sıcaklıklara ulaşılabilen [20] ve 10^{14} and 10^{16} K/s mertebelerinde sıcaklık düşüşleri görülebilmektedir. Bu sebeple sonuç ürünlerde termodinamik dengelerinden bahsetmek pek mümkün olmamaktadır. Diğer yandan döküm, toz metalürjisi veya uzun ısıtma işlemleri ile elde edilebilen yapılar yukarıda belirtilen yöntemler kullanıldığı durumlarda da gözlenebilmektedir.

Sonuç olarak yüksek enerjili iyon bombardımanı esnasında yüzeyin ısınması, karışım ve radyasyon yardımcı difüzyon etkilerinin, katodik ark FBB yöntemi ile altlık ve biriken katmalar arasında mümkün olabileceğini ortaya çıkarmaktadır.

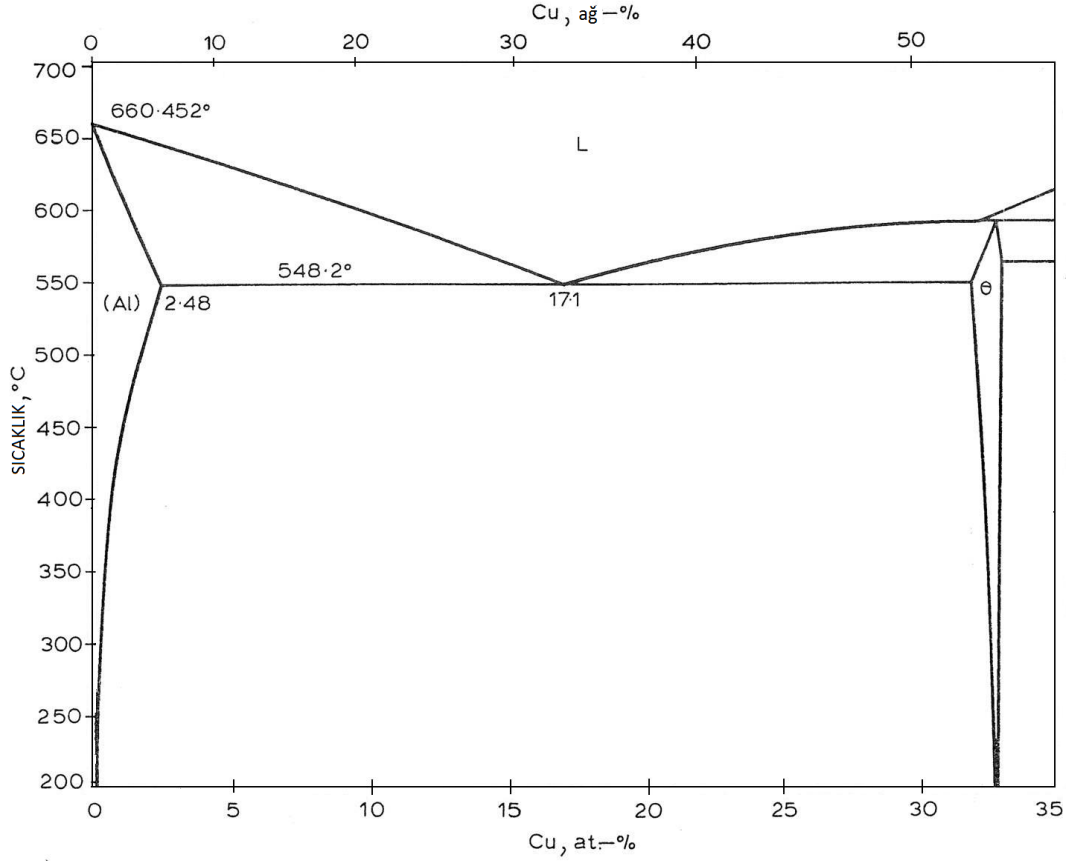
3. ALÜMİNYUM BAKIR SİSTEMİ

Alüminyum bakır sistemi 20. yüzyılın başlarından beri bilim ve teknoloji dünyasının ilgisi çekmiştir. Sistemdeki çözümlenememiş fazların varlığı [22-24], soğuma hızlarına bağlı oluşan mikro yapısal özellikler [25, 26], soğuma esnasında kullanılan manyetik ve elektriksel alanların etkileri [27,28], martenzitik ve masif dönüşümler [29], yarı-kararlı Guinier-Preston bölgelerinin varlığı [30-34] ilginin sürekli olmasını sağlamıştır. Al-Cu alaşımları yeterince iyi iletken ve daha uzun servis ömürlerinin olmaları ve kabul görmüş üretim yöntemleri sebebi ile bütünleşik devrelerdeki bağlantı elemanlarında kullanılmakta [30] ve yarı iletken aygıtlarda kullanılabilmektedirler [35]. Bakır temelli alüminyum alaşımları da elektriksel ve ısı iletkenli özelliklerinin yanı sıra kolay şekillendirebilirlikleri nedenleri ile mühendislik malzemeleri olarak tercih edilmektedirler.

Al-Cu sistemi birçok faz ve tersinmez reaksiyon içeren karışık bir sistem olarak ifade edilebilir. Bu fazların çoğu da denge diyagramının bakırca zengin tarafında konumlanmıştır [36]. Al-Cu denge diyagramı; alüminyumca zengin, orta bölge ve bakırca zengin olmak üzere üç alt başlıkta incelenebilir.

3.1 Al-Cu İkili Denge Diyagramının Alüminyumca Zengin Kesimi ($0 < \text{at. \% Cu} < 40$)

Al-Cu ikili faz diyagramının bu kesiminde dengede bulunan ve sırası ile sıvı, α -Al katı eriyiği ve θ -Al₂Cu intermetaliti olmak üzere üç faz mevcuttur (Şekil 3.1). Saf alüminyumun ergime sıcaklığı yaklaşık olarak 660 °C 'dir. Çizelge 3.1' de görüldüğü ve detaylandırıldığı üzere at-17,1% Cu içeriğindeki sıvı 548 °C 'de $\text{sıvı} \rightarrow \alpha + \theta$ reaksiyonu ile ötektik olarak ayrışır. Alüminyum en çok at-2,48% Cu 'ı ötektik sıcaklığında çözebilmektedir. θ -Al₂Cu fazı , 591 °C 'de $\text{sıvı} + \eta_1 \rightarrow \theta$ peritektik reaksiyonu ile ayrışır. Kompozisyon aralığını en çok ötektik sıcaklıkta sağlayan θ -Al₂Cu fazı bu sıcaklıkta at-31,9-32,9% Cu içerebilmektedir.



Şekil 3.1 : Al-Cu ikili denge diyagramının alüminyumca zengin kesimi [36].

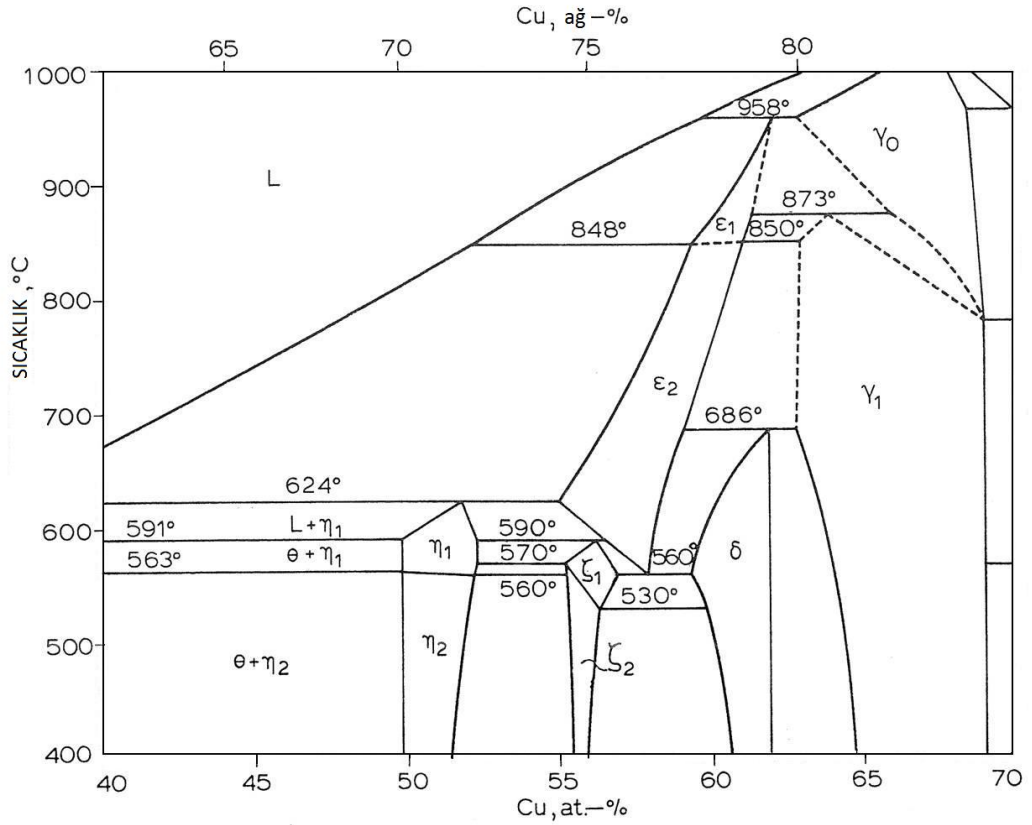
Çizelge 3.1 : Al-Cu denge diyagramının alüminyumca zengin kesimindeki tersinmez reaksiyonların listesi, ilgili fazların kompozisyonları ve sıcaklıkları [9].

Tersinmez Reaksiyon	Fazların kompozisyonları (at- Cu%) (reaksiyondaki görünüme göre sıralı)			Sıcaklık (°C)	Reaksiyon Tipi
$\text{SIVI} \rightarrow (\text{Al})$	-	0	-	660,45	-
$\text{SIVI} \rightarrow (\text{Al}) + \theta$	17,1	2,48	31,9	548,2	Ötektik
$\text{SIVI} + \eta_1 \rightarrow \theta$	32,2	49,8	32,8	591	Peritektik

3.2 Al-Cu İkili Denge Diyagramının Orta Kesimi (40<at.% Cu<68)

Al-Cu denge diyagramının orta kesimlerinde birçok tersinmez reaksiyon görülmektedir (Şekil 3.2 ve Çizelge 3.2). Sistemin bu bölgesindeki faz ilişkileri ve ζ_1 ve ζ_2 gibi 55<at-Cu% <60 aralığında yer alan fazların yapıları net olarak ortaya konulamamıştır [23-24, 37]. Bu aralıktaki intermetalik fazlar başlangıç bileşenlerine göre daha serttir ve elektriksel dirençli fazlardır [38].

Şekil 3.2' de görüldüğü gibi Al-Cu denge diyagramının orta kesiminde sıvı, ϵ_1 , γ_0 , ϵ_2 , γ_1 , δ , η_1 , ζ_1 , η_2 , ζ_2 olmak üzere 10 adet faz mevcuttur. Çizelge 3.2' de detaylandırıldığı üzere 958°C 'deki peritektik $\gamma_0 + \text{sıvı} \rightarrow \epsilon_1$ reaksiyon ile $\epsilon_1\text{-Al}_2\text{Cu}_3$ fazı ayrışır . Reaksiyon sıcaklıkları açısından soğuma ile birlikte ; 873°C 'de $\gamma_0 + \epsilon_1 \rightarrow \gamma_1$ peritektoid ayrışması görülmektedir. Daha düşük sıcaklıklarda ise sırası ile; 850°C 'de $\epsilon_1 + \gamma_1 \rightarrow \epsilon_2$ peritektoid ayrışması , 848°C 'de $\epsilon_1 + \text{sıvı} \rightarrow \epsilon_2$ ötektik ayrışması, 686°C 'de $\gamma_1 + \epsilon_2 \rightarrow \delta$ peritektoid ayrışması , 624°C 'de $\text{sıvı} + \epsilon_2 \rightarrow \eta_1$ peritektik ayrışması, 590°C 'de $\epsilon_2 + \eta_1 \rightarrow \zeta_1$ peritektoid ayrışması, 570°C 'de $\zeta_1 + \eta_1 \rightarrow \zeta_2$ peritektoid ayrışması , 563°C 'de $\eta_1 + \theta \rightarrow \eta_2$ peritektoid ayrışması , 560°C 'de $\eta_1 \rightarrow \eta_2 + \zeta_2$ ve $\epsilon_2 \rightarrow \zeta_1 + \delta$ ötektoid ayrışmaları , 530°C 'de $\zeta_1 \rightarrow \zeta_2 + \delta$ ötektoid ayrışmaları görülmektedir.



Şekil 3.2 : Al-Cu ikili denge diyagramının orta kesimi [36].

Çizelge 3.2 : Al-Cu denge diyagramının orta kesimdeki tersinmez reaksiyonların listesi, ilgili fazların kompozisyonları ve sıcaklıkları [9].

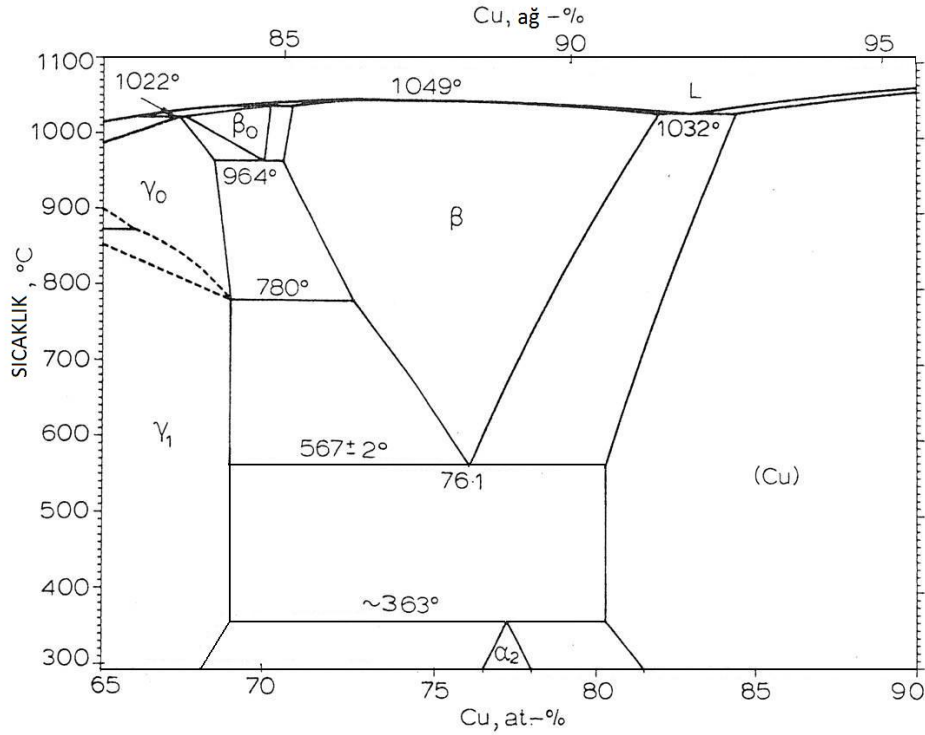
Tersinmez Reaksiyon	Fazların kompozisyonları (at- Cu%) (reaksiyondaki görünüme göre sıralı)			Sıcaklık (°C)	Reaksiyon Tipi
$\gamma_0 + \text{SIVI} \rightarrow \varepsilon_1$	59,8	62,9	62,1	958	Peritektik
$\gamma_0 + \varepsilon_1 \rightarrow \gamma_1$	66	61,4	63,9	873	Peritektoid
$\varepsilon_1 + \gamma_1 \rightarrow \varepsilon_2$	~61,1	62,5	~61,1	850	Peritektoid
$\varepsilon_1 + \text{SIVI} \rightarrow \varepsilon_2$	~59,4	52,2	~59,4	848	Ötektik
$\gamma_1 + \varepsilon_2 \rightarrow \delta$	62,8	59,2	61,9	686	Peritektoid
$\text{SIVI} + \varepsilon_2 \rightarrow \eta_1$	36,3	55	51,8	624	Peritektik
$\varepsilon_2 + \eta_1 \rightarrow \zeta_1$	56,5	52,4	56,2	590	Peritektoid
$\zeta_1 + \eta_1 \rightarrow \zeta_2$	55,2	52,3	55,2	570	Peritektoid
$\eta_1 + \theta \rightarrow \eta_2$	49,8	33	49,8	563	Peritektoid
$\eta_1 \rightarrow \eta_2 + \zeta_2$	~52,3	~52,3	55,25	560	Ötektoid
$\varepsilon_2 \rightarrow \zeta_1 + \delta$	57,9	56,9	59,3	560	Ötektoid
$\zeta_1 \rightarrow \zeta_2 + \delta$	~59,8	56,3	~59,8	530	Ötektoid

3.3 Al-Cu İkili Denge Diyagramının Bakırca Zengin Kesimi (68<at.%Cu<100)

Al-Cu ikili denge diyagramının bakırca zengin kesimine incelendiğinde görece orta sıcaklıklarda yüksek sıcaklık β_0 fazının α_1 -Cu ve γ_0/γ_1 fazlarına ayrıştığı görülmektedir. Şekil 3.3 'de görüldüğü ve Çizelge 3.3' de detaylandırıldığı üzere 567°C 'de $\beta_1 \rightarrow \alpha_1\text{-Cu} + \gamma_1$ ötektoid ayrışması gerçekleşmektedir. Bu ötektoid reaksiyonun ağırkanlı olmasından ötürü β_1 -AlCu₃ fazı yarı-kararlı olarak yapı içerisinde kalabilmektedir [36]. 363°C 'deki $\alpha_1 + \gamma_1 \rightarrow \alpha_2$ peritektoid reaksiyonu ile de α_2 -AlCu₄ fazı ayrılmaktadır.

Bakırca zengin yapılar içerisinde alüminyum bronzları teknolojik açıdan ilgi çekmektedir. Alüminyum bronzları yüksek sertlik, iyileştirilmiş çekme mukavemeti, iyi derece korozyon ve aşınma direnci sergilemektedirler [39]. Öte yandan alüminyum bronzlarının katılma eğrileri çok dar bir aralıktadır. Dolayısı ile karmaşık reaksiyonlar dizisi içeren bu alaşımların teknolojik uygulamaları askıda kalmıştır [39]. Konvansiyonel döküm yöntemleri alüminyum bronzlarının üretimi için tercih edilmemektedir [40]. 567°C dolaylarındaki yavaş soğuma sonucu β fazının ötektoid α_1 -Cu ve γ_1 fazlarına ayrışması görülmekte ve iç tavlama olarak nitelendirilen bu durum kırılmalığa sebep olmaktadır [40]. γ_1 fazı oluşumunun engellenebilmesi için yüksek soğutma hızlarına ihtiyaç duyulmaktadır.

Reaksiyon sıcaklıkları açısından soğuma ile birlikte; 1084 ve 1049 °C 'de sıvı→ α ve sıvı→ β dönüşü, 1037 °C 'de sıvı+ β → β_0 peritektoid ayrışması, 1022 °C 'de sıvı+ β_0 → γ_0 peritektik ayrışması, 964 °C 'de β_0 → β + γ_0 ötektoid ayrışması, 567 °C 'de de ötektoid β → α_1 + γ_1 ve 363 °C 'de peritektoid γ_1 + α_1 → α_2 ayrışması görülmektedir.



Şekil 3.3 : Al-Cu ikili denge diyagramının bakırca zengin kesimi [36].

Çizelge 3.3 : Al-Cu denge diyagramının bakırca zengin kesimdeki tersinmez reaksiyonların listesi, ilgili fazların kompozisyonları ve sıcaklıkları [9].

Tersinmez Reaksiyon	Fazların kompozisyonları (at- Cu%) (reaksiyondaki görünümüne göre sıralı)			Sıcaklık (°C)	Reaksiyon Tipi
sıvı→(Cu)	-	100	-	1084,87	-
sıvı→ β	-	75	-	1049	-
sıvı+ β → β_0	69,2	70,9	70,2	1037	Peritektik
sıvı→(Cu)+ β	83	84,4	82	1032	Ötektik
sıvı+ β_0 → γ_0	66,1	67,6	67,4	1022	Peritektik
β_0 → β + γ_0	70	70,6	68,5	96	Ötektoid
β → α_1 + γ_1	76,1	80,3	69	567	Ötektoid
γ_1 + α_1 → α_2	69	~80,3	77,25	363	Peritektoid

4. ALÜMİNYUM BAKIR ALAŞIM VE İNTERMETALİKLERİNİN ÜRETİMLERİ

İntermetalik alaşımlar seçkin yüksek sıcaklık özelliklerinden dolayı yapısal uygulamalar için umut verici malzemelerdir. Mukavemet, sertlik, sürünme direnci ve oksidasyon direnci bu özelliklerin başında gelmektedir. Bu sebeple 80' li yılların başlarından beri bu tip alaşımların üretimlerine yönelik çalışmalara ivme verilmiştir. Başta uzay endüstrisi gelmekle birlikte otomotiv, petrokimya ve diğer alanlar da bu tip malzemelere ihtiyaç duyulması bu çalışmalara itici kuvvet kazandırmıştır.

Birçok ileri malzemedeki olduğu gibi yapısal uygulamalarda tercih edilen intermetaliklerin özellikleri de mikro yapı ve kompozisyona bağımlılık göstermektedir. Dolayısı ile üretim yöntemleri ve ikincil işlemler malzemeye özellik kazandırılması, kontrolü ve servis ömrü boyunca sürekliliği konularında önemli rol oynamaktadır. Bugüne kadar ki üretim yöntemleri buhar, sıvı ve katı fazlı başlangıçlar olarak geniş bir yelpazede yer almaktadır. Buhar fazı uygulamalarında öne çıkan FBB 'de elektron demeti ile buharlaştırma ve sıçratma yöntemleri tercih edilmiştir. Sıvı fazdan üretimlerde ise konvansiyonel sürekli ark döküm metodlarından, sprey döküm ve eriyikten gaz atomizasyonu ya da plazma dönen-elektrot yöntemlerine kadar farklı uygulamalar mevcuttur. Katı fazı tekniklerinde ise elementel tozların reaktif sinterlemesi ve mekanik alaşımlama tercih edilmiştir.

İkincil işlemler ise genellikle toz metalurjisinde tozların sıkılaştırılması veya sürekli döküm yöntemi devamı olarak ekstrüzyon, dövme, haddeleme ve levha üretimi olarak sıralanabilir.

4.1 İntermetalik Alaşımların Kitlesel Üretim Yöntemleri

Kitlesel intermetalik alaşım üretimlerine bakıldığında, alüminyum temelli alaşımların üretimleri ön plana çıkmaktadır. Fe_3Al intermetalığı temelli demir alüminitler, yapısal mühendislik uygulamalar için en fazla miktarda üretilen alaşım olduğu söylenebilir. Bu alaşımlar paslanmaz çeliklere göre daha ucuz olmalarının yanı sıra

çok iyi seviyede oksidasyon ve sülfidasyon dirençlerine sahiptirler. Bu nedenlerden ötürü demir alüminidlerin bazı alanlarda potansiyel uygulamaları bulunmaktadır. Metal işleme kalıpları, ısı kalkanları, fırın ve ısıtma elemanları ve birçok otomotiv parçalarında bu alaşım tercih edilmektedir. Sikka ve arkadaşları Fe_3Al intermetalik alaşımların döküm yöntemi ile üretimine ek olarak, 900 ile 1200°C aralığında sıcak çekme, haddeleme, dövme işlemlerinin geliştirilmesine öncülük etmişlerdir. Yüksek safiyetteki ürünün 500 ile 600°C arasında haddelenmesi ile oda sıcaklığında 15 ile 20% dolaylarında çekme uzaması kazandırabilmişlerdir. Öte yandan bu alaşım soğuk hadde ya da soğuk çekme için yeterli işlenebilirlik özelliğine sahip değildir [42].

YMK γ -TiAl içeren titanyum alimunit alaşımları da ticari anlamda ikinci bir intermetalik alaşım sınıfı olarak ön plana çıkmaktadır. Bu alaşımlar uçak motorlarının sıcak bölgelerinde çalışan süper alaşımların yerine geçmekte ve sesten hızlı araçların ısı kalkanları olarak kullanım alanları bulabilmektedirler. Geçmişte döküm ve toz metalürjisi sonrasında işlenemeyeceği düşünülen bu alaşımlar için birçok metal işleme yöntemleri geliştirilmiştir. Orta ve büyük ebatlı kütüklerin eşısı dövme ve sıcak çekme işlemlerinin olumsuz sonuçlar doğurması örnek olarak verilebilir. Geliştirilen teknik detaylar ile sıcak çekme ve dövme yöntemleri bu tip alaşımlar için başarı ile uygulanabilir seviyeye gelmiştir [42].

4.2 İntermetalik Alaşımların Laboratuvar Ortamında Üretim Yöntemleri

Kitlesel üretim yöntemlerinin yanında laboratuvar ortamında uygulanabilecek olan yöntemler ile de intermetalik fazların üretimi gerçekleştirilebilmektedir. Bu bölümde, yukarıdaki ve bir sonraki bölümlerde değinilmemiş olan yöntemlerden örneklere ağırlık verilecektir.

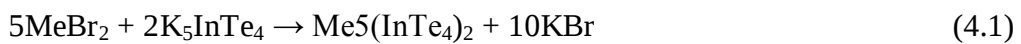
Başlangıç malzemelerinin birbirleri ile reaksiyonları hızlı ve yüksek ısı açığa çıkaran karakterli olması durumlarında, termik reaksiyon süreçleri intermetalik fazların üretimi için tercih edilebilmektedir. Noktasal olarak başlatılan reaksiyon sonucu açığa çıkan ısı enerjisi tüm başlangıç malzeme gövdesine ilerleyen bir süreç olarak devam etmektedir. Bu yöntem ile NiAl, RuAl, CuNi ve nadir toprak elementlerinin intermetalik alaşımları ile ilgili çalışmalar literatürde yer almaktadır. Bu yöntemin türevlerinden mikrodalga yardımcı çalışmalarda ise $CuInS_2$, MPS_3 (M: Mn, Cd), Cu_2SnSe_4 , Na_3SbTe_3 , $NaSbTe_2$, K_3SbTe_3 fazlarının çalışıldığı raporlanmıştır.

Genellikle tek fazlı intermetaliklerin elde edilmesi mümkün olmamaktadır. Heterojen bir karışım hazırlanması ile istenilen ve istenilmeyen fazlar ve bileşiklerin oluşturulması ise mümkündür. Bu yöntemde denge içeriğinden uzak bir kompozisyondaki bileşik, sıvı faza geçirildikten sonra kontrollü soğutma yapılarak, çözünürlüğü sınırlı olan fazın, sıvı içerisinde büyütülmesi sağlanır. Daha sonra mekanik olarak ya da filtreleme, santrifüj, distilasyon gibi adımlarla istenilen faz elde edilir. Ayrıca istenilmeyen bileşiklerin kimyasallara olan aktifliği daha fazla ise kimyasal ayrıştırma da uygulanabilir. Al zengin kütüklerden CrAl_7 ve MnAl_6 gibi fazların kimyasal ayrıştırılmaları örnek olarak gösterilebilir [43].

Çözeltiden sentezleme yönteminde uygun bir çözücüde metallerin reaksiyonu sağlanabilir. Çözücü ayrıca bileşik oluşumunda reaktif rol de alabilir. Bu yöntemde elementel metallere karışık bileşiklere kadar geniş bir seçenek çözücü olarak kullanılabilir. Metallerin bu yöntemde uygun olarak nitelendirilebilmesi için; ergime sıcaklığının düşük, ergime ve buharlaşma sıcaklıkları arasında farkın yüksek, ürünlerden kimyasal ve mekanik olarak ayrılabilir özellikte olması gerekir.

Eriyik bakır çözücüsünden CeCu_2Si_2 elde edilmesi örneğinde, uygun stokiometrideki kristaller asetik asit ve hidrojen peroksit çözeltisi kullanılarak liç edilebilmektedir. Bir başka örnekte kristal büyütmesi esnasındaki In fazlalığı Hg' de çözülerek CeIn_3 kristalleri alınabilir. Kristaller üzerindeki biriken Hg kontrollü ısıtma ile buharlaştırılarak uzaklaştırılabilir. Çözücünün elektrokimyasal olarak uzaklaştırılması da yöntem olarak kullanılmakla birlikte bu yöntemin alt türevleri ait detaylar ilgili referanstan takip edilebilir [43].

Başlangıç malzemelerini oluşturan bileşik içeriklerindeki elementlerin karşılıklı değişimine dayalı reaksiyonlar intermetalik fazların üretimi için tercih edilebilir. Sulu metal klörür ve bromür çözeltilerden çökeltme prensibine dayanarak intermetalik fazlar üretilebilir. Bu yöntemle üretilmiş fazlara aşağıdaki reaksiyon ürünleri örnek olarak gösterilebilir (Me: Mn, Cr, Fe, Co, Ni).



Elektrolitik biriktirme yöntemi de intermetalik faz üretimi için kullanılmaktadır. Yöntem elektrolitik bir hücrede iyonların uygulanan potansiyel farkı sayesinde katot yüzeyine biriktirilmesi prensibine dayanır [43].

4.3. Alüminyum-Bakır İnce Filmlerinin Üretimi ve Diğer Çalışmalar

Al-Cu ince filmlerinin üretim süreçleri birkaç başlık altında toplanabilir. Bu yöntemlerden biri alaşım kaynak kullanılarak FBB yöntemi ile yapılan çalışmalar olarak belirtilebilir. Bu yöntem izlendikten sonra yüzeyde intermetalik filmlerin oluşumu için ek olarak ısıtma işlemi gerekebilmektedir.

Çorlu ve Ürgen çalışmalarında < at-1% demir içerikli alüminyum plakaları katodik ark bakır plazması ile işleme tabi tutmuşlardır. Katodik ark ve iyon kaplama yöntemlerine yeni bir türev ortaya koyarak yaptıkları çalışmalarda değişen ve tekrarlı bias voltajları kullanmışlardır . 500°C altında ve üzerindeki altlık sıcaklıklarında yaptıkları çalışmalarda θ -Al₂Cu, η -AlCu ve düzgün çokyüzlü (düzgün çok yüzlü Al-Cu-Fe) yapıları elde etmişlerdir. Daha yeni olan diğer çalışmalarında ise bakır yüzeylerini alüminyum plazması ile işlemişlerdir. İşlem parametrelerine bağlı olarak Al-Cu denge diyagramının bakırca zengin kesiminde yer alan β_1 -AlCu₃ ve γ_1 -Al₄Cu₉ fazlarınca zengin 10 μ m kalınlıklarında modifiye edilmiş yüzeyler elde etmişlerdir [10, 11].

Lokker ve arkadaşlarının çalışmasında sıçratma yöntemi ile biriktirilmiş 500 nm kalınlıktaki Al -Cu ince filmler 90°C altındaki sıcaklıklarda Si (100) yüzeylerde biriktirilmiştir [30]. Isıl işlem ve ardından yapılan kontrollü yavaş soğuma sonrasında yapılan mikro yapısal analizlerde θ -Al₂Cu ikincil fazlarının oluştuğu gözlemlenmiştir. Draissia ve arkadaşları ise katodik RF manyetik sıçratma yöntemi ile cam altlıklar üzerine biriktirme yapmışlardır. Altlık sıcaklığı 130 °C' yi geçmemiştir. Bu çalışmalarından birisinde ikili denge diyagramını taramış [44] ve diğerinde ise bakır zengin kesimde yoğunlaşmışlardır [45]. Al ve Cu katı eriyiklerinin yanı sıra θ -Al₂Cu ve β -AlCu₃ intermetalik fazının da oluşumlarını raporlamışlardır. İkincil bir ısıtma işlemi uygulamadıkları çalışmalarında elde ettikleri ürünlerin sertlik değerlerini ortaya koymuşlardır.

FBB yöntemlerine diğer bir üretim süreci olarak da, elementel kaynaklardan sıralı ve ince çok katman dizileri biriktirilmesi olarak belirtilebilir. Biriktirme işlemi ardından ısıtma işlemi kademeleri uygulanmaktadır. Son ve arkadaşlarının çalışmasında 10⁻⁶ torr basınçtaki vakum odasında ısıtma buharlaştırma yöntemi ile elementel Al ve Cu buharları sıralı olarak oda sıcaklığında 282 ve 100 nm kalınlıklarda biriktirilmiştir . Altlık olarak ısıtma oksidasyon görmüş Si kullanılmıştır . Örnek 580°C 'de 10 dakika

uygulanan ısıtma işleminin ardından yaklaşık $10^{\circ}\text{C}/\text{sn}$ hızlarında soğutulmuştur. Saf $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ üretilmiştir [46]. Ene ve arkadaşlarının yaptığı bir diğer çalışmada ise 10 nm kalınlıklarda Al/Cu/Al ve Cu/Al/Cu dizgilerinde katmanlar iyon demeti sıçratma yöntemi ile parlatılmış tungsten altlıklar üzerine biriktirilmiştir. 110°C 'de 5 dakika süresince yapılan ısıtma işlemi sonucunda ara yüzeylerde $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ fazının oluşumu gözlemlenmiştir [47].

Duguet ve arkadaşları düzgün çok yüzlü Al-Cu-Fe kristal-benzeri yapıların yüzeylere yapışma özelliklerini geliştirmeye çalışmışlardır. Al-Cu alaşımlarının taban ile kristal-benzeri yapılar arasında ara katman olarak kullanılabilirliğini araştırmışlardır. Termal ve elektron demeti buharlaştırma yöntemi kullandıkları çalışmalarında; 5' li simetrik düzgün çok yüzlü Al-Cu-Fe malzeme yüzeyinde Al ve Cu katmanları biriktirmişlerdir. Oda sıcaklığındaki biriktirmeler sonucunda yüksek sıcaklık fazı olan $\beta\text{-AlCu}_3$ fazı elde etmişlerdir. düzgün çok yüzlü Al-Cu-Fe taban üzerinde Cu biriktirip ikincil tavlama işlemi ile $\gamma\text{-Al}_4\text{Cu}_9$ filmi oluşturmuşlardır. Daha sonra metalik Al filmi biriktirerek, $\gamma\text{-Al}_4\text{Cu}_9$ fazının ikosahedral Al-Cu-Fe malzeme ile metalik yüzeyler arasında tutunmayı geliştiren bir ara katman olabileceği sonucunu raporlamışlardır [55]. Bir diğer çalışmalarında ise Cu taban malzeme üzerine biriktirdikleri Al tabakaların tavlama ile benzer bir çalışmada bulunmuşlardır [56]. Grup en son çalışmalarında doğru akım manyetik sıçratma metodu kullanmıştır. Si (100), 304L çelik ve ikosahedral Al-Pd-Mn altlıklar üzerine Al-Cu katmanları biriktirmişlerdir. Si (100) ve 304L çelik üzerine biriktirdikleri toplam 1 ve 4,58 μm kalınlıktaki katmanları 220°C 'de 1 saat süresince tavlamışlardır. Değişen katman kalınlık oranlarına göre Al-Cu ikili denge diyagramına göre oda sıcaklığında kararlı olan fazların tümünü gözlemlemişlerdir. Bu fazlardan yalnızca $\gamma\text{-Al}_4\text{Cu}_9$ saf olarak elde ettiklerini belirtmişlerdir [57].

Markwitz ve arkadaşları Si (100) yüzeylerine termal buharlaştırma yöntemi ile 30 'ar nm' lik Au/Cu, Al/Cu ve Cr/Cu çift katmanlarını biriktirmişlerdir . Çalışmanın Al/Cu kısmında 150°C ve 300°C sıcaklıklarda tutulan altlık malzeme üzerinde biriken filmin yapısal karakterizasyonu yapılmıştır. Toplam 60 nm kalınlıktaki filmde $\eta\text{-AlCu}$ ve $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ yapıları tespit edilmiştir [64].

Mozetic ve arkadaşları sıçratma tekniği ile alüminyum yüzeylerine bakır biriktirmişlerdir. Daha sonra düşük basınçtaki hidrojen plazmasını yüzeylere

uygulamışlardır. 500 nm biriken Cu katmanının plazma işlemi ile 250 ve 320 °C’ lerde Al-Cu alaşımı oluşturması ile sonuçlandığı raporlamışlardır [65]. Diğer bir çalışmalarında ise altlık olarak Al folyo kullanmışlardır. Aynı teknikler ile işlem gören Al folyo üzerindeki Cu katmanı 300 °C sıcaklıktayken 200 °C sıcaklığa düşüş gösterdiğini ve bu durumun ilgili bölgede farklı bir fazın oluşmasına işaret olduğunu vurgulamışlardır. η -AlCu fazı elde ettiklerini belirtmişlerdir [66].

Sartale ve Yoshitake nin çalışmaları 400 ile 525 °C arasındaki farklı sıcaklıklardaki bakır atıklara alüminyum biriktirmişlerdir. RF manyetik sıçratma tekniğini kullandıkları çalışmalarında intermetalik içermeyen katı eriyik elde etmeye çalışmışlardır. Çalışma içeriğinde değişen parametreleri ile fazların oluşum koşullarını ortaya koymuşlardır [67].

Sternberg ve Sputnisek, alüminyum üzerine sıçratma yöntemi ile biriktirdikleri bakır tabakalarını iyon bombardımanına maruz bırakmışlardır. 53 μ m tabaka kalınlığının kompozisyon ve kristalinite yönünden farklı yapılarak sahip dört bölge gözlemlemişlerdir [68].

Jiang ve arkadaşları doğru akım sıçratma tekniği ile cam ve silisyum wafer üzerine 45/5 nm ’lik Cu/Al ikili tabakalarından 15 kat biriktirmişlerdir. Farklı hızlardaki tavlama işlemleri ile oluşan θ -Al₂Cu ve γ -Al₄Cu₉ fazların yapısal karakterizasyonlarını yapmışlardır [62].

Alam ve arkadaşları bakır temelli alüminyum bronzü üretimi için düşük basınçlı plazma sprej yöntemini kullanmışlardır. 40-60 mm tane boyutlu ağ-90% bakır ve ağ-10% alüminyum içeren Amperit-269,5 tozu kullanmışlardır. 20 m/dk hızda ve 8 mm çapa sahip şaloma ile SS400 çeliği üzerine yaklaşık 300 μ m kalınlıklı kaplamalar üretmişlerdir. Optimum çalışma parametrelerinde yüksek yoğunluklu, sert, düşük sürtünme katsayılı ve yüksek aşınma dirençli örnekler üretmeyi başarmışlardır [49].

Liu ve arkadaşları ise plazma sprej kaplama metodu kullanılmıştır. Alüminyum yüzeyine 3 mm kalınlığında 5 μ m tane boyutlu saf bakır tozlar organik bağlayıcı yardımı ile pastalanmıştır. Alüminyum yüzeyinde α -Al matrisi içerisine dağılmış olan θ -Al₂Cu fazları oluşturulmuştur. Yüzey sertliğinde 3 kata kadar artış gözlenmiştir [63].

Liang ve arkadaşları ise parça besleme mekanizmalı çukur katotdeşarjlı iyon kaplama yöntemi kullanarak çok katlı 20 µm kalınlıkta alüminyum bronz kaplama üretmişlerdir. Altlık ve kaynak olarak demir ve nikel içeren QAL 10-4-4 alüminyum bronzunu kullanılmıştır. İşlem altlık sıcaklığı 300 °C değerlerinde tutulmuştur. Bias voltajı olarak ise -40 V kullanılmıştır. Kaplama tabakasında altlıktan daha fazla γ_1 -Cu₉Al₄ ve β -NiAl olduğu görülmüştür [50].

Şaloma plazması kullanılarak yapılan farklı bir çalışmada ise 3 mm kalınlığında alüminyum plaka yüzeyine organik birleştirici ile yapıştırılan ortalama 5 µm tane boyutlu bakır toz kullanılmıştır. θ -Al₂Cu/ α -Al kompozit kaplaması elde edilmiş ve iyi yapışma özellikleri kaydedilmiştir. Çalışma akımı olarak 250 A ve tarama hızı olarak da 500 mm/dk kullanılmıştır. İşlem esnasında ısıyı absorblayan bakır tozu ısının bir kısmını alüminyum yüzeyine geçirmiş ve alüminyum yüzeyinde ergime meydana gelmiştir. Plazma demeti ilerlediğinde, eriyik hava ve alüminyum matris teması dolayısı ile çift taraflı dengesiz ve yarı- kararlı bir soğuma etkisine maruz kalmıştır [48].

Gulay ve Harbecht ζ -Al₃Cu₄ intermetaliklerinin kristal yapılarının ortaya koymaya çalışmışlardır. Saf Al ve Cu başlangıç malzemelerinden ark ergitmesi yöntemi ile ilgili kompozisyonları elde ettikten sonra 400 ile 550 °C 'ler arasında 240 saatlere varan homojenizasyon tavlamaları uygulamışlardır [59, 60].

Hurtadoa ve arkadaşları argon atmosferi altındaki indüksiyon fırını kullanarak ağı-11 ila 15% Al aralığında alaşım üretmişlerdir. Numuneler 850 °C' de iki saat boyunca argon atmosferinde çalıştırılan fırında tutulduktan sonra buzlu suda su verilmiştir. Daha sonra yine aynı sıcaklıkta 120 saat homojenizasyon tavlamasının ardından, 450 °C kadar soğurken çeşitli sıcaklıklarda su verme işlemi yapılmıştır. α_1 -Cu, γ_1 -Al₄Cu₉ ve β_1 -AlCu₃ fazlarının yüksek sıcaklıklardaki kararlılıkları ve yapısal karakteristiklerini incelemişlerdir [61].

Finamuzi ve Watanabe saf alüminyum ve bakır plakalar kullanarak vakumda ısıtılma işlemine tabi tuttıkları difüzyon çiftleri oluşturmuşlardır. 120 µm' lik bir difüzyon tabakası içinde oda sıcaklığında kararlı olan Al-Cu intermetalik alaşımlarını elde etmiş ve fazların difüzyon katsayılarının ortaya koymuşlarıdır [58].

Abbasi ve arkadaşlarının çalışmasında farklı bir yöntem olarak soğuk hadde ile kaynak yöntemi kullanılmıştır. Hadde sonrası 1 ile 1000 saat sürelerince 250 °C 'de

uyguladıkları tavlama ile Al-Cu intermetaliklerinin büyüme hızlarını ve intermetalik kalınlığı ile mukavemet ve direnç özelliklerinin değişimini çalışmışlardır. Cu_3Al , Cu_4Al_3 , CuAl , CuAl_2 fazlarının ara yüzeyde oluşumlarını gözlemişler ve literatürdeki sürtünme kaynağı verileri ile kendi çalışmalarını karşılaştırmışlardır [51].

Braunovic ve Aleksandrov sürtünme kaynağı ile üretilmiş Al-Cu birleşimlerinden numune işleyerek atmosferik ortamda 250 ile 515 °C sıcaklıklarda ısıtma işlemi uygulamışlardır. Daha sonra numuneleri üzerinde intermetalik fazların oluşum kinetiği, elektriksel direnç ölçümleri ve mikro sertlik çalışmalarında bulunmuşlardır [52, 53].

Cakoja ve arkadaşları organometalik yöntemler ile Al-Cu fazları elde etmişlerdir. Al-Cu denge diyagramının bakır zengin kesimindeki intermetalik fazları saf olarak elde etmeleri sonucunda sadece $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ fazında başarılı olabilmişlerdir. $\eta\text{-AlCu}$ ve $\gamma\text{-Al}_4\text{Cu}_9$ fazlarını da elde etmiş olmalarına rağmen sonuç ürünlerin tümünde organik safsızlıkların varlığını da bertaraf edememişlerdir [54].

5. Al-Cu SİSTEMİNDEKİ ALAŞIM VE İNTERMETALİK FAZLARIN ÖZELLİKLERİ

5.1. Al-Cu İntermetaliklerinin Özellikleri

Al-Cu alaşımları iyi iletkenlik özellikleri ve kabul görmüş üretim süreçleri dolayı [30] entegre devrelerde bağlantı elemanları olarak kullanılmaktadırlar. Ayrıca yarı iletken aygıtların metalizasyon süreçlerinde de bu alaşımlar tercih edilmektedir [35]. Daha büyük alanlar ve kitleler üretebilecek yeni yüzey işlemleri uygulamaları geliştirilerek bu alaşımların kullanım alanları daha da arttırılabilir [9].

Alüminyum ve alüminyum alaşım temelli metal matrisli kompozitlerin otomotiv ve uzay endüstrisinde geniş kullanım alanı olduğu bilinmektedir [69, 70]. Bu amaçla ikili denge diyagramındaki alüminyumca zengin θ -Al₂Cu and η_2 -AlCu fazları alüminyum matris özelliklerinin geliştirilmesi için kullanılabilir [71]. Diğer elementlere nazaran bakırın alüminyumda yüksek çözünürlüğünden dolayı, Al-Cu sistemindeki alüminyumca zengin kompozisyonlar eş zamanlı reaksiyon tekniklerinde tercih edilmektedir. Bu duruma, sinterlenmiş Al-Cu ürünlerin içerdiği katı eriyik Al matrislerinin saf alüminyuma göre daha yüksek tokluk özellikleri göstermeleri örnek olarak verilebilir. θ -Al₂Cu and η_2 -AlCu fazlarına ait 650 kg/mm² ve 1000 kg/mm² mertebelerinde çekme mukavemeti değerleri literatürde yer almaktadır [38].

Al-Cu ikili denge diyagramının orta kesimindeki intermetalik fazlar çok sert ve kırılgan özellikler göstermektedirler. Rabkin ve arkadaşları bakır zengin kesimden orta kesime kadar olan intermetalik fazlara ait 500 ile 1150 kg/mm² arasında değişen mikro sertlik değerleri raporlamışlardır [38]. İlgi çalışmada bahsi geçen fazlar içinde en yüksek sertlik değerine sahip γ_1 -Al₄Cu₉ fazı olduğunu ve fazların elektriksel dirençlerinin metalik alüminyum ve bakırdan daha yüksek seviyelerde olduklarını belirtmişlerdir. Elektriksel direnç özelliklerine göre ise en dirençli fazın 0,25 Ω -mm²/m değer ile δ -Al₂Cu₃ ve ardından 0,17 Ω -mm²/m değer ile γ_1 -Al₄Cu₉ fazı olduğunu belirtmişlerdir.

5.2 Alüminyum Bakır Yapıları ve Alüminyum Bronzları

Bakır zengin yapılar içerisinde alüminyum bronzları bilimsel ve teknolojik açıdan en çok ilgiyi çeken grup olmuştur. $Ag-5\% < Al < ag-11\%$ aralığında değişen kompozisyonlara sahip alüminyum bronzları endüstride kullanım alanına sahiptir. Söz konusu alaşımlar ilave edilen demir, nikel, mangan ve silisyum ile özellikleri iyileşmektedir. Alüminyum bronzları korozyon dirençleri, iyileştirilmiş çekme mukavemetleri ve aşınma davranışları ile tercih edilen mühendislik malzemeleri olarak kendilerini kanıtlamıştır.

Bu alaşımlar kararmayan davranış göstermeleri ile birlikte, atmosferik koşullarda düşük korozyon hızları ve yüksek sıcaklıklarda iyi oksidasyon dirençleri ile ön plana çıkmaktadırlar. Endüstriyel işlemlerin yanma ürünleri emisyonları ve kükürt ile düşük seviyede reaktivite göstermektedirler. Aynı zamanda denizcilik sektöründe de korozyon dirençleri iyi seviyededir. Alüminyum bronzlarının içeriğindeki alüminyum, atmosferik koşullarda okside olarak yüzeyde çok ince ve tok bir koruyucu film oluşturmaktadırlar. Söz konusu alüminyum oksit filmi bakırca zengin alaşımı korozyona karşı koruyucu özelliktedir.

Alüminyum bronzlarının bir diğer önemli özelliği ise biyostatik olmalarıdır. Alaşımın bakır içeriği su yosunu, midye benzeri deniz canlılarının kolonize olmasını engellemektedir.

Alüminyum bronzlarının ek olarak korozyon dirençlerinden dolayı uçakların iniş takımları ve yatak bileşenleri, gemi motorları, savaş gemileri ve deniz altıların su altı bağlantı parçaları ve gemi pervaneleri gibi mühendislik uygulamalarında tercih edilmektedirler. Ayrıca altın rengi verdiklerinden dolayı mücevherat sektöründe de tercih edilmektedirler [72].

6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada; KA-FBB sisteminde taban malzeme üzerine metal biriktirilmesi ve ardından biriken metalin aynı metal plazması ile bombardımanı tekrarlı döngü olarak uygulanıp yayındırılmasına çalışılmıştır. Bu yöntem ile metalik alaşımlama ve/ veya intermetalik faz üretiminin yapılabileceği öngörülmüştür. Bilindiği gibi FBB yöntemi ile yapılan çalışmalarda genel olarak taban malzeme yüzey özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmaktadır. Belirtilen yöntem klasik yaklaşımın dışında uygulanarak, yapı oluşumunun yüzeyden ziyade tüm gövdede oluşturulması amaçlanmıştır. Pratik uygulamalarda ve bilimsel literatürdeki çalışmalara farklı bir açıdan yaklaşarak, KA-FBB sisteminde yeni bir model ortaya konulması üzerine yoğunlaşmıştır. Bu bağlamda örnek olarak Al-Cu sistemi seçilmiştir.

Alüminyumun bakıra difüzyonunun, bakırın alüminyuma difüzyonundan daha hızlı olduğu [62, 54, 73], ve ayrıca bakırın ergime sıcaklığının alüminyuma göre daha yüksek olduğu bilinmektedir. Bu iki metalin belirtilen özellikleri göz önünde bulundurularak taban malzeme olarak bakır, hedef malzeme olarak ise alüminyum tercih edilmiştir. 50 ve 25 μm ' lik bakır folyolar taban malzeme olarak kullanılmıştır. İşlem esnasında taban malzeme safiyetinin numune tutucudan gelecek elementlerin difüzyonu ile azalması muhtemeldir. Üründeki safsızlık artışını önlemek için 2 mm et kalınlığında ve ticari saflıkta bakır plaka temin edilerek numune tutucu olarak işlenmiştir. Katot malzemesi olarak ise vakumda döküm yöntemi ile üretilmiş saf alüminyum kaynak malzeme kullanılmıştır.

6.1 Kaplama/ Bombardıman Çalışmaları

Kaplama/ bombardıman süreci öncesinde; taban malzemeye yüzey temizliği uygulanmıştır. 1000 kalite zımparalama kademesinin ardından sırası ile ultrasonik olarak 10 dakika süresince aseton ve 10 dakika süresince isopropil alkol ile temizleme adımları izlenmiştir.

Taban malzeme ince olmasından dolayı, deneme çalışmaları esnasında aşırı ısınmış ve ergimiştir. Ek olarak, altlığın numune tutucuya yakın bölgelerin orta kesimlerine göre daha hızlı soğuması sonucu yüzey alanı kapsamında heterojen elementel içerik ve kalınlık boyunca heterojen yayınma gözlenmiştir. Ergime problemi aşmak ve yüzey alanı ve kalınlık boyunca homojen elementel içerik elde edilebilmesi için numune tutucu tasarımı, konumu, sabit/ hareketli olması ve kaplama/yayındırma parametrelerinde üzerinde durularak homojenite artırılmıştır.

Kaplama/ bombardıman çalışmalarında Novatec-SIE marka NVT-12 model (vakum odası, katot ve kontrol ünitesi -Oncel- tadilatlı) KA-FBB sistemi kullanılmıştır. Voltaj ve sürelerin, farklı ve tekrarlı kaplama/ bombardıman çalıştırma durumları olarak tanımlanabildiği ITM marka IBP-1030 model bias güç kaynağı kullanılmıştır. Numuneler bakır numune tutucu yardımı ile katot karşısına 250 mm uzaklığa konumlandırılmıştır. Ön ısıtma veya sıçratma temizliği uygulanmamıştır. Dias marka Pyrospot DG 10N model optik pirometre ile işlem süresince numune sıcaklıkları 1 saniye aralıklı olarak kayıt altına alınmıştır.

Yapıdaki homojenitenin artırılması amacı ile Oncel marka VTHK-300 model vakum tavlama fırını kullanılmıştır. Fırın 10^{-5} torr mertebelerindeki vakum değerlerinde çalıştırılmış olup, tavlama işlemleri 1, 6 ve 24 saat sürelerince 700 °C gerçekleştirilmiştir. Soğutma kontrollü olarak yapılmış olup, numunelerin kompozisyonları ve faz diyagramındaki dönüşüm sıcaklıklarına göre 2 °C/dak ve faz dönüşüm sıcaklıklarının ± 10 °C aralıklarında 1 °C/dak hızlarında gerçekleştirilmiştir. 250 C nin altına inildiğinde fırının kendi soğuma rejimine bırakılmıştır.

Çizelge 6.1’de çalışmada uygulanan parametreler belirtilmiştir.

Çizelge 6.1 : Çalışmada uygulanan kaplama/ yayındırma işlemi parametreleri.

No.	Katot	Taban Malzeme	Katot Akımı	Kaplama parametreleri	Yayındırma parametreleri	Basınç	Ar akışı	Süre
EA-6	Al	Cu - 50 µm Sabit	65 A	150 V x 30 sn	500 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	30 sccm	30 dak
EA-5	Al	Cu - 50 µm Sabit	65 A	150 V x 30 sn	500 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	30 sccm	60 dak
EA-7	Al	Cu - 50 µm Sabit	65 A	150 V x 30 sn	500 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	30 sccm	90 dak
EA-8	Al	Cu - 50 µm Sabit	65 A	150 V x 30 sn	500 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	30 sccm	120 dak
EA-13	Al	Cu - 25 µm Sabit	60 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	30 sccm	60 dak
EA-14	Al	Cu - 25 µm Döndürme Itur /15 sn	60 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	30 sccm	60 dak
EA-23	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	80 dak
EA-24	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	90 dak
EA-22	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	100 dak
EA-26	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	110 dak
EA-21	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	120 dak
EA-25	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	130 dak
EA-18	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	60 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	30 sccm	120 dak

6.2 Karakterizasyon Çalışmaları

Kaplama/ bombardıman işlemi ile üretilen numunelerin karakterizasyon çalışmalarında kullanılan yöntemler ve detayları aşağıda verilmektedir.

6.2.1 X-ışınları difraktometresi ile faz tayinleri

Numunelerin x-ışınları ile faz tayini, Philips PW3710 ve X'ccelerator ataçmanlı XPert Pro XRD model x-ışınları difraktometresi ile yapılmıştır. Faz tayinlerinde 40 kV ile 40 mA' de üretilen Cu-K α radyasyonu kullanılmıştır. Asimetrik, bir diğer deyişle sabit giriş açılı, tarama ve simetrik tarama geometrileri kullanılmıştır. Asimetrik taramada giriş açısı $\theta=2^\circ$ olarak seçilmiş ve her iki simetride de taramalar 10° - 140° arasında yapılmıştır. Çalışmada sunulan difraktogramlar, ilgili bölgelerin daha belirgin olarak gösterilebilmesi için belirtilenden daha dar tarama aralıklarında sunulmuştur. Ek olarak sunulan difraktogramların tümü en yüksek şiddete göre normalize edilerek ilgili fazların oranları hakkında kalitatif bilgi edinilmeye çalışılmıştır.

6.2.2 SEM ile yüzey ve kesit incelemeleri, EDS ile elementel içerik ve kesit boyunca çizgisel elementel içerik incelemeleri

Numunelerin elementel içeriklerinin belirlenmesi ve yüzey ve kesit incelemeleri için JEOL 5410 model taramalı elektron mikroskop ve birlikte çalışan Noran EDS analiz sistemi kullanılmıştır. Ayrıca yüksek büyütmedeki yüzey ve kesit incelemeleri ve elementel içerik tayini için JEOL JSM-7000F model taramalı elektron mikroskop ve birlikte çalışan Oxford Instruments 7557 analiz sistemi kullanılmıştır. Kesit incelemeleri için, numuneler vakuma uygun soğuk epoksi-bakalite alınmıştır. Bakalite alınan numuneler 400 kaliteden 2500 kaliteye kadar zımparalanmış ve ardından 1 μm ' lik elmas pasta ile parlatma işlemlerine tabi tutulmuştur. Ağırlıkça 6% FeCl_3 - isopropil alkol çözeltisi hazırlanarak dağlama yapılmıştır.

6.2.3 Mekanik özelliklerin belirlenmesi

Mekanik özelliklerinin belirlenmesi için CSM Instruments marka MHT model mikro-sertlik cihazı kullanılmıştır. Mekanik özelliklerinin belirlenmesi için kesitten parlatılmış olan numuneler kullanılmıştır. 2 mN/sn hız ile 100 mN son yük yüklenmiş ve boşaltılmıştır. Yükleme ile boşaltma adımları arasında 2 sn beklenmiştir.

6.3 Sonuçlar

Deneyisel çalışmalar aşağıda belirtilen alt başlıklar altında toplanarak derlenmiştir.

- 65 A katot akımı ve tekrarlı -150/-500 V bias voltajı döngüsünün sabit konumdaki 50 μm 'lik kalınlığa sahip olan taban malzemelere farklı toplam işlem sürelerince uygulanması,
- 60 A katot akımı ve tekrarlı -50/-300 V bias voltajı döngüsünün sabit konumdaki veya kendi ekseninde sürekli döndürülen 25 μm 'lik kalınlığa sahip olan taban malzemelere sabit toplam işlem süresince uygulanması,
- 40 A katot akımı ve tekrarlı -50/-300 V bias voltajı döngüsünün sabit konumdaki 25 μm 'lik kalınlığa sahip olan taban malzemelere farklı toplam işlem sürelerince uygulanması,

- 60 A katot akımı ve tekrarlı -50/-300 V bias voltajı döngüsünün sabit konumdaki 25 μm 'lik kalınlığa sahip olan taban malzemeye sabit toplam işlem süresince uygulanması.

7. 65 A, -150/-500 V, 30-120 DAK. İŞLEM PARAMETRELERİNİN 50 µm 'LİK SABİT TABAN MALZEYE UYGULANMASI

Bu grup çalışmasında 50 µm bakır folyo taban malzeme olarak kullanılmıştır. 30 sn süresince -150 V bias voltajı etkisi altında kaplanan alüminyum, 6 saniye süresince -500 V bias voltajı etkisi ile bombardıman edilerek bakır folyoya alaşımlanmasına çalışılmıştır. Katot akımı 65 A olarak seçilmiştir. Bias voltajlarının tekrarlı çevrimi 30, 60, 90 ve 120 dakika toplam işlem sürelerince uygulanmıştır. Çizelge 7.1' de işlemler boyunca toplam kaplama, bombardıman süreleri ve çevrim adetleri görülmektedir. Altlık malzemeye biriktirilen alüminyumun belirtilen sürelerde taban malzemeye ne kadar yayındığı ve hangi fazların oluştuğu tespit edilmeye çalışılmıştır.

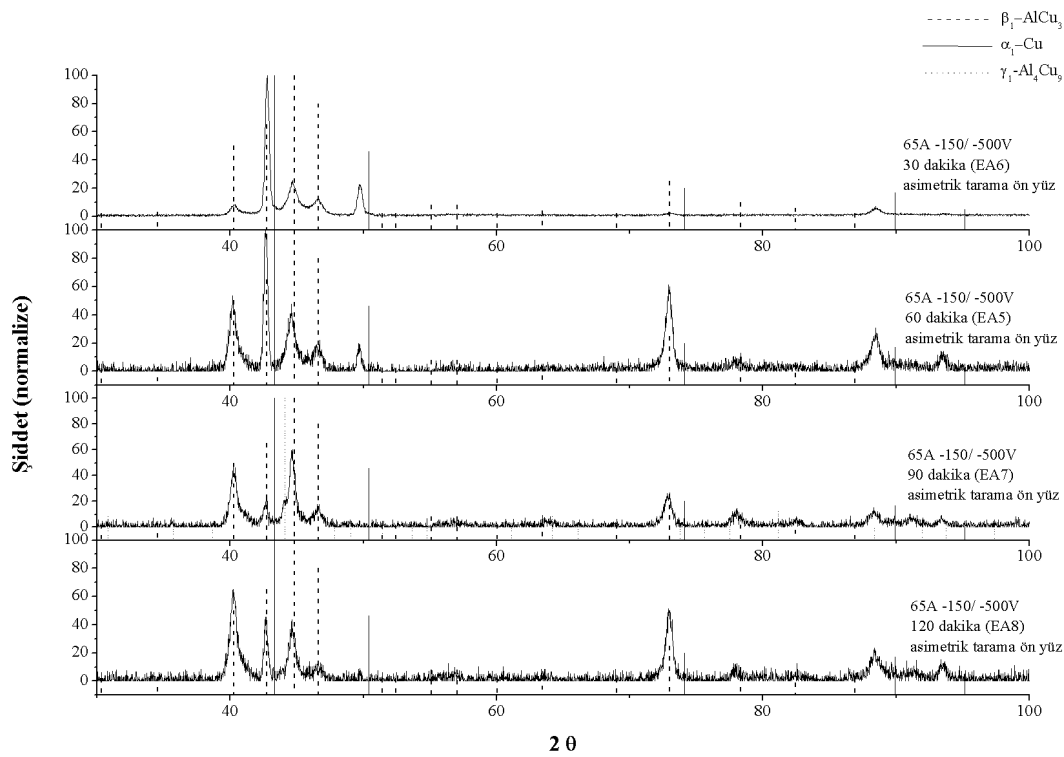
Çizelge 7.1 : 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V işlem parametreleri sonucu 50 µm' lik sabit bakır folyolar üzerine toplam biriktirme ve bombardıman süreleri.

	Toplam biriktirme [dak]	Toplam bombardıman [dak]	Toplam döngü [adet]	Toplam işlem [dak]
EA-6	25	5	50	30
EA-5	50	10	100	60
EA-7	75	15	150	90
EA-8	100	20	200	120

Şekil 7.1 ve Şekil Ek A.1.1' deki asimetrik geometrili x-ışını tayfları incelendiğinde görüleceği üzere; işlem parametrelerinin sabit olup, işlem süresinin artırılması ile β_1 -AlCu₃ yarı-kararlı fazının α_1 -Cu katı eriyiğine göre oranının arttığı görülmektedir. Bu durum süre ile birlikte alüminyum içeriğinin yüzeyde artışına işaret etmektedir. β_1 -AlCu₃ yarı-kararlı fazının yapıda kalması Şekil 7.2' deki 120 dakika işleme tabi tutulan numunenin sıcaklık dağılımı incelendiğinde ortaya çıkmaktadır. Bombardıman adımı esnasında 750-800 °C civarında sıcaklıklara çıkılmaktadır. Kaplama adımı geri geçildiğinde ise folyonun ince olmasından ötürü >20 °C/sn gibi hızlı bir soğuma gerçekleşmektedir. Döküm yöntemi ile yapılan üretimlerde üst limit olarak belirtilen bu soğuma hızında, alüminyum içeriğinin artışı ve sıcaklık ile birlikte kararlı hale gelen β_1 -AlCu₃ fazı ötektoid ayrışma için yeterli zaman

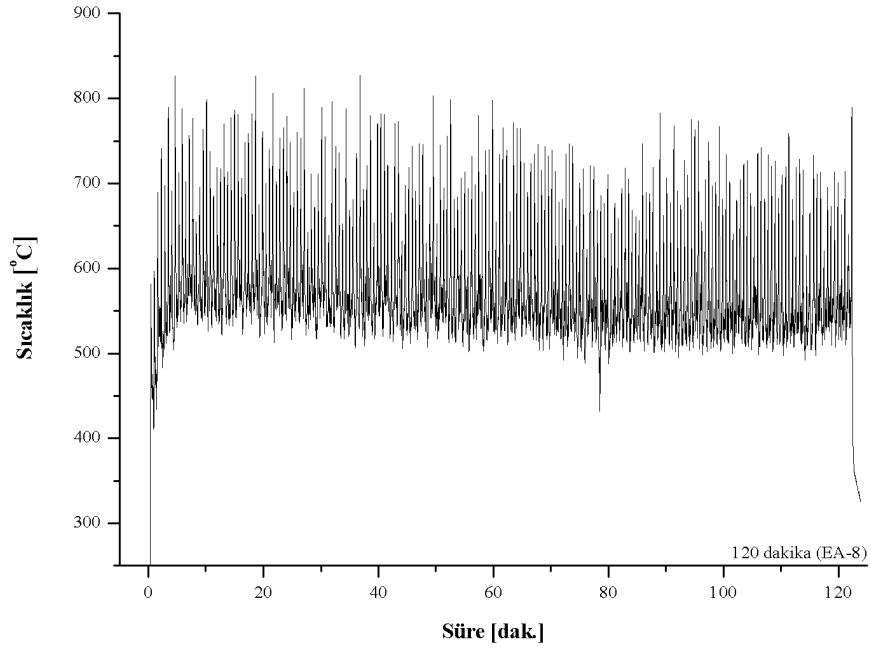
bulamamaktadır. β_1 -AlCu₃ fazı martenzitik dönüşüm gösterip yarı-kararlı olarak yapıda kalmaktadır. Bu durumun ayrıca β_1 -AlCu₃ $\rightarrow$ γ_1 -Al₄Cu₉ + α_1 -Cu ötektoid ayrışma reaksiyonunun durağan karakterli olmasından da kaynaklandığı da bilinmektedir [36].

Şekil 7.2’ deki ilgili numunelerin sıcaklık dağılımları incelendiğinde 60 dakika toplam işlem uygulanana kadar ölçülen kaplama adımıdaki taban sıcaklıklarında azalma olduğu görülmüştür. Bu durum gövdeye göre alüminyumca zenginleşmiş yüzey bölgelerinde faz dönüşümleri olduğunun bir göstergesi olarak değerlendirilmiştir. Mozetic ve arkadaşları da benzer durumu raporlamışlardır [53].



Şekil 7.1 : 50 μm ’ lik sabit bakır folyoların 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 30-120 dak işlem parametreleri sonrası asimetrik taranmış x-ışınları tayfları.

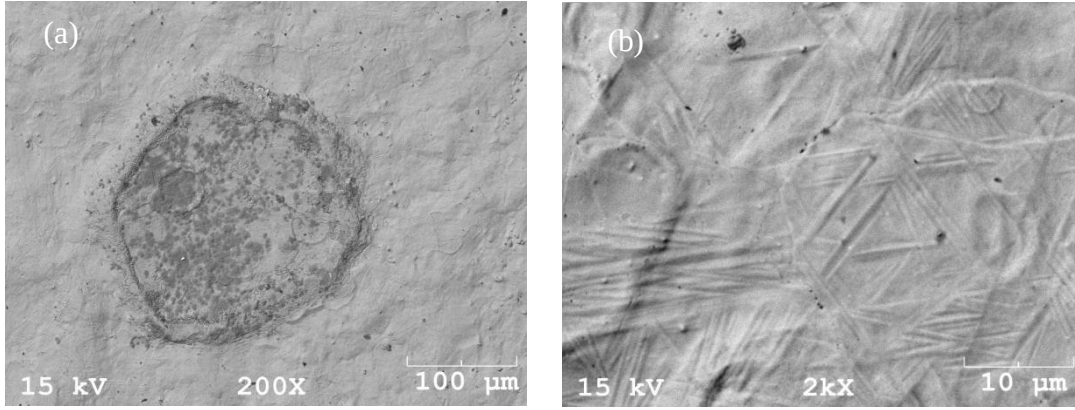
Yüzeyden yapılan SEM incelemelerine göre β_1 -AlCu₃ fazının martenzitik dönüşümü Şekil 7.3 ’de belirgin bir şekilde görülmektedir. Bahsi geçen martenzitik dönüşüm gösteren yapı literatürde de yer almaktadır [24]. Martenzitik β_1 -AlCu₃ yapısı haricinde, makro parçacık oluşumu da göze çarpmaktadır. KA-FBB yönteminin en önemli kusurlarından biri makro parçacık oluşumudur [1-3].



Şekil 7.2 : 50 µm sabit bakır folyonun 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 120 dak işlem parametreleri boyunca sıcaklık dağılımı.

Katot yüzeyinden fırlayıp bakır taban yüzeyine, işlem sonlarına doğru, ulaşmış olan alüminyum makro parçacıkları EDS analizleri incelendiğinde belirli bir seviyede taban malzeme ile alaşımlanabildikleri görülmüştür. Diğer bir ifade ile söz konusu makro parçacıkların elementel içerikleri büyük bir dağılım göstermektedir ve dolayısı ile yüzey bölgelerin elementel içerik ve oluşan fazlar yönünden homojenliği bozulmaktadır. Öte yandan, bombardıman adımıyla taban malzeme yüzey sıcaklığı alüminyum ergime sıcaklığının üzerine çıkmakta olduğu görülmüştü (Şekil 7.2). Bu durumda yüzeyde birikmiş olan alüminyum ve makro parçacıklarının sıvı fazda yayınacağı ortam oluşmaktadır. Bu sebepten, makro parçacıklar aynı zamanda iyi bir alüminyum kaynağı olarak da değerlendirilebilir. Yüzeyin ana yapısı ve elementel oranından farklı yapı ve içerikte oldukları tespit edilen ve alaşımlanmasını tamamlamamış makro parçacıklarda yer yer >90 atomik-% alüminyum seviyelerinde elementel içerik tespit edilmiştir. 120 dakika işlem görmüş olan numunenin Şekil 7.3 'deki yüzey görüntüsünde makro parçacıklar ile ilgili yukarıda belirtilen hususlar görülebilmektedir.

Alüminyumun süre ile bakır altlığına yayınma davranışının ortaya konulması için dağlanmış numunelere kesitten SEM ile inceleme yapılmıştır. Yayınma prensipleri



Şekil 7.3 : 50 µm sabit bakır folyonun 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası numunenin BSE yüzey görüntüleri (a) alaşımlanmış makro parçacık ve (b) martenzitik dönüşüm göstermiş olan iğnesel yapılı β_1 -AlCu₃ fazı.

gözden geçirildiğinde en önemli iki faktörün konsantrasyon gradyanı ve sıcaklık olduğu bilinmektedir. Bir difüzyon çiftindeki durumda, başlangıçta konsantrasyon gradyanı en keskin durumdadır. Zamanla arayüzeydeki difüzyon tabakasının oluşumu ve kalınlığının artışı ile birlikte gradyan daha yumuşak bir geçiş gösterir. Ancak bu durumda da çiftin her iki tarafında da kompozisyonlar %100' dür. Bu bakış açısına göre bu çalışmadaki durum, tipik bir difüzyon çiftinden sapma göstermektedir. Başlangıçta Al atomik seviyede kaplandığı (ve daha sonra bombardıman edildiği) için Cu folyonun kalınlığına göre çok sonlu bir malzeme kaynağı olarak görülebilir. Ancak işlemin bütünü göz önünde bulundurulursa, altlık durumunda olan Cu folyolar 25-50 µm' lik kalınlıkları ile sonlu malzeme kaynağı ve sürekli çalışır durumda olan Al katot kaynağı ise sonsuz malzeme kaynağı olarak değerlendirilebilir.

İşlemin adımlarına odaklanılacak olursa, biriktirilmiş ve ince olan, Al tabakası bombardıman öncesinde difüzyon çiftinin %100 Al içeren bir tarafı durumundadır. Bu tabakanın bombardıman edilmediğini düşünülürse hali hazırda 500 °C civarındaki yüzey sıcaklığı ve kompozisyon gradyanı ile Cu ile karşılık difüze (interdiffusion) olacağı beklenmelidir. Prosese bombardıman adımının eklenmesi ile yüksek sıcaklık artışları görmek mümkün olmuştur. Bombardıman adımlarında 800-900 °C mertebelerinde sıcaklıklara erilmiştir. Dolayısı ile sadece sıcaklık açısından bakıldığında bombardıman adımı yayınmayı hızlandırıcı bir etki göstermektedir. Öte yandan ölçülen sıcaklık değerleri yüzeyden alınan değerdir. Atomistik olarak bakıldığında ise, yüksek hızlı olan Al katyonları çarpışmalar ve sonrasındaki

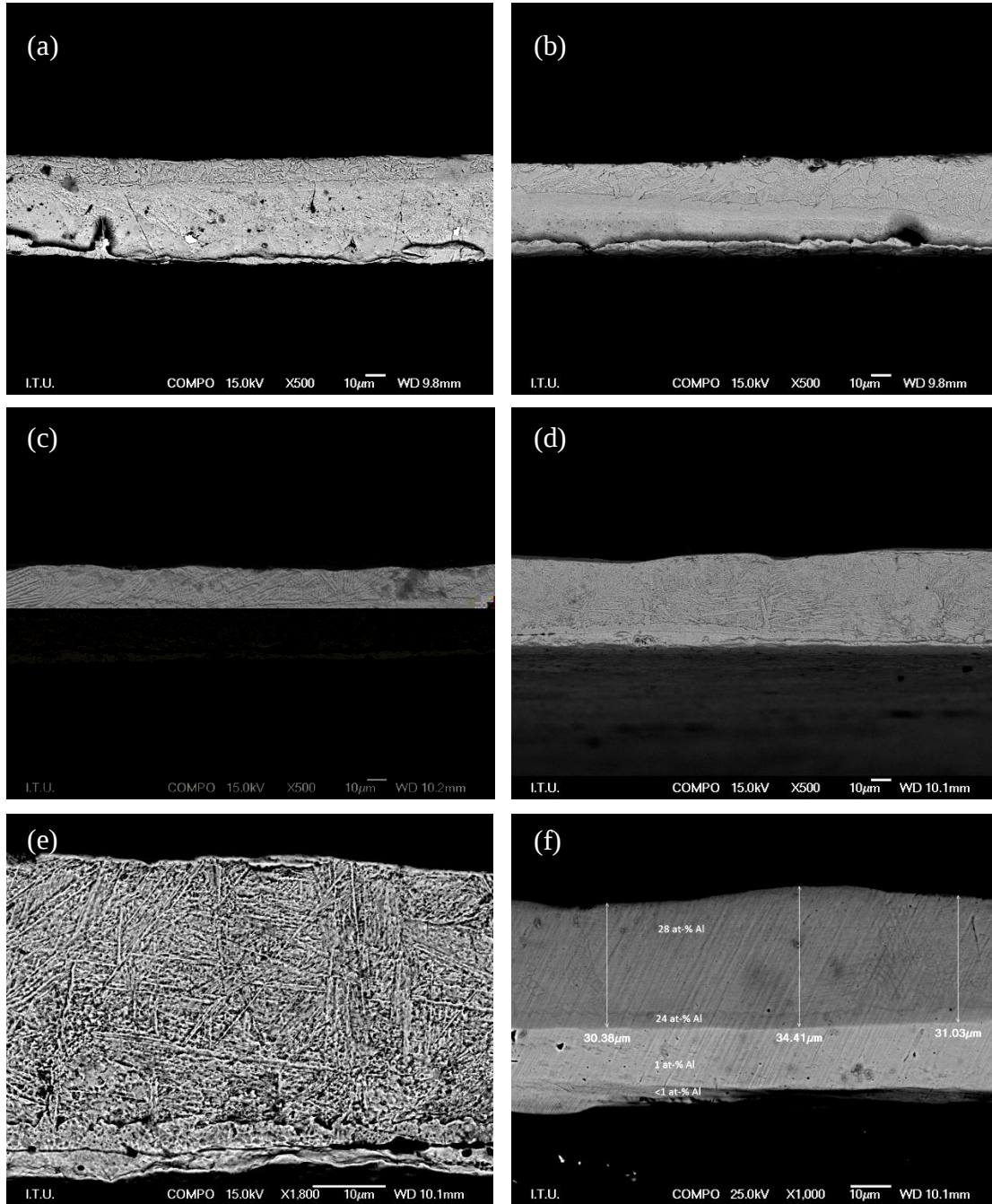
adımlarda noktasal olarak ölçülen değerlerden çok çok daha yüksek sıcaklıkların ortaya çıkmasına neden olmaktadır. Bombardıman adımı ile yine yüksek hızla yüzeye çarpan Al katyonları yüzeyin istif yapısını da bozmaktadır. Dolayısı ile yayınma için taban malzeme derinliğine doğru boşluk kanalları açılmasına sebep olmaktadır. Bu açıdan bakıldığında ise amorf olarak tanımlanan tane sınırı yayınma mekanizmasına benzer bir şekilde yayınmanın hızlandırıldığı sonucuna varılmaktadır.

Önemli olarak değerlendirilen bir diğer oluşum da biriktirme/ bombardıman adım sürelerinin oranıdır. Bombardıman kademesinin sabit olup biriktirme kademesinin daha uzun süreler olması durumunda tekil adımda daha kalın olacak Al katmanını bombardıman eden Al katyonları yeterli nüfuziyet derinliğine erişemeyip düzen bozma eylemine katkıda bulunamayacaktır. Tersî durumda ise tekrar sıçrama mekanizmasının etkisi ile biriktirilen katmanın incilmesi ve dolayısı ile toplam işlem veriminin düşmesi sonucunu doğuracağı görülecektir.

Son olarak işlem esnasındaki yüzeyden ölçülen sıcaklıklar ve görsel olarak da teyit edilen, metalik Al olan yüzeyin sıvı faza geçmesidir. Bu oluşum ise sıcak daldırma-galvaniz işlemi gibi, bakır folyonun sıvı alüminyuma daldırılmasına benzemektedir. Bu tip daldırma işlemlerinde de kısa sürelerde mikronlar mertebelerinde kaplama kalınlıkları elde edildiği bilinmektedir.

Tüm bu etmenler bu çalışmada konu olan işlemin tipik bir difüzyon çiftine göre çok daha hızlı yayınma elde edileceği sonucunu ortaya koymaktadır.

Bu bağlamda Şekil 7.4' den de görüleceği üzere işlemin 90 dakikalık kısmına kadar çok hızlı ve düzensiz bir şekilde yayınma olduğu görülmektedir. Yayınma, öncelikle derinlik yönünde olmaktadır. Daha sonrasında ise yanal olarak hızlı yayınma görülmüştür. Bu kademede yapı içerisindeki α_1 -Cu fazının büyük bir oranda azaldığı da görülmektedir. İşlem süresi daha da arttıkça homojen bir şekilde yayınma yanal ve dikey olarak devam etmektedir. Yayınmanın yanal olarak devam edip ardından homojen ancak yavaş bir seyir izlemesi; numune iç kesimlerinin yüzeye göre daha soğuk olması, daha kısa sürede soğuması ve belirli bir doygunluğa ulaşılması sebeplerinden kaynaklandığı şeklinde değerlendirilmiştir. Ek olarak, işlem süresinin artması ile α_1 -Cu katı eriyiğinin alüminyumca doyması ve yayınma yapısının daha



Şekil 7.4 : 50 µm sabit bakır folyoların 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V işlem parametreleri sonrası BSE kesit görüntüleri (a) 30, (b) 60, (c) 90, (d)120 dak, (e) 120 dak (f) 90 dak kesit görüntüsü üzerinde yayınma derinliği ve noktasal at-Al% analiz verileri.

yüksek oranlarda β_1 -AlCu₃ içermesi, ve oluşan intermetalik fazlarda alüminyumun yayınma hızlarının daha düşük seviyelerde olması da bu gelişimin etkenleridir [64].

120 dakikalık işlem sonunda yapının ortalama 40 µm derinliğine kadar olan kısmına elementel içerik açısından da homojen olarak yayındığı görülmüştür. Al-Cu ikili denge diyagramı incelendiğinde alüminyum bakır içerisinde at-20% seviyelerine

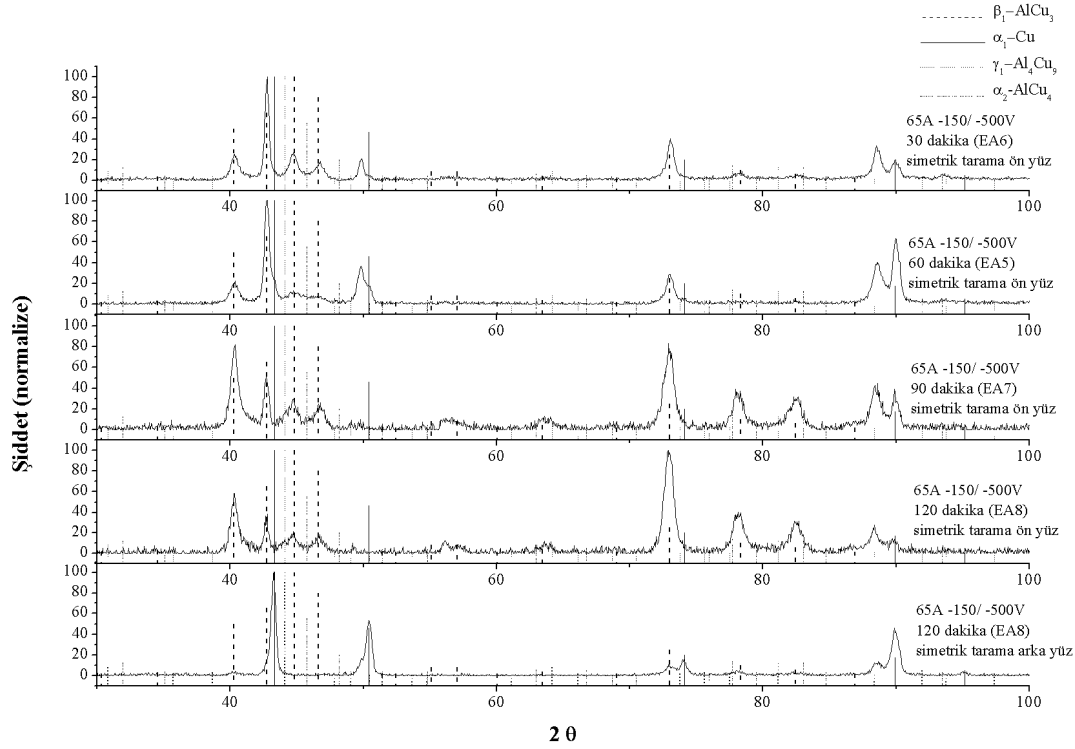
kadar çözünebilmektedir. Daha yüksek alüminyum içeriklerinde intermetalik fazların oluşumu görülmektedir. Yeterli alüminyum içeriği olması durumunda, katı eriyikten daha zengin alüminyum içerikli fazların oluşumu ve bu fazların yapı içerisindeki miktarsal artışları gözlenmelidir. EDS verileri ile doğrulanan bu durum için yayınma derinliğinin faz oluşumu ile birlikte arttığını sonucuna varılmıştır. Bu oluşumun haricinde, alüminyumca daha fakir ince bir tabaka da -yayınma önü- tespit edilmiştir.

Yayınma önü tabakasının işlem süresi arttıkça miktarı azalmaktadır. Bakırın alüminyum plazması ile işlenmesi ile, koşullara uygun olan β -AlCu₃ fazını oluşmakta ve derinlik boyunca ilerlemeye devam etmektedir. Şekil 7.4 'de görüldüğü üzere yapıda β_1 -AlCu₃ ve α_1 -Cu fazları görülmektedir.

Simetrik geometrili x-ışını difraksiyon taraması ile yapı derinliklerinden bilgi alınabileceği değerlendirilmiş olup ve yukarıda bahsi geçen durum yapılan faz incelemeleri ile desteklenmektedir. Şekil 7.5 ve Şekil A.1.2 'deki simetrik geometri ile elde edilen x-ışınları tayfları incelendiğinde işlem süresinin artması ile birlikte α_1 -Cu 'a ait pik şiddetlerinin azaldığı, β_1 -AlCu₃ 'a ait pik şiddetlerinin arttığı görülmektedir. Ayrıca düşük seviyelerde γ_1 -Al₄Cu₉ ve α_2 -AlCu₄ fazlarına ait bilgiler de görülmektedir. 120 dakika işlem görmüş olan numunenin, işlem görmediği tarafından da ayrıca simetrik tarama ile x-ışını faz incelemesi yapılmıştır. Bu tayfta da ağırlıklı olarak α_1 -Cu, α_2 -AlCu₄ ve düşük seviyede β_1 -AlCu₃ 'a ait pikler indekslenmiştir.

Şekil 7.5 ve Şekil A.1.2 'e göre; 30, 60 dakika işlem gören numunelerde ve 120 dakika işlem gören numunenin işlem görmeyen tarafında α_2 -AlCu₄ fazına ait bilgiler alınmıştır.

Simetrik geometride alınan x-ışını difraktogramlarının daha derin bölgelerden bilgi aldığı ve difüzyon önü bandının elementel olarak at-24% alüminyum içerdiği EDS analizleri ile görülmüştü. Ayrıca işlem süresinin artması ile difüzyon önü bandının daha derinlere ilerlediği ve 120 dakika işlem gören numunede de işlem görmeyen yüzeye çok yakın olduğu kesitten SEM çalışmalarında görülmüştü. Ek olarak numune iç kesimlerinin yüzeye göre daha soğuk kaldığı da belirtilmişti. Bu bilgiler ışığında işlem süresinin artması ile difüzyon önü banttı daha az ya da herhangi bilgi alınamadığı düşünülmektedir ve difüzyon önü bandının peritektoid ayrışma gösteren α_2 -Cu fazını içerdiği sonucuna varılmıştır.

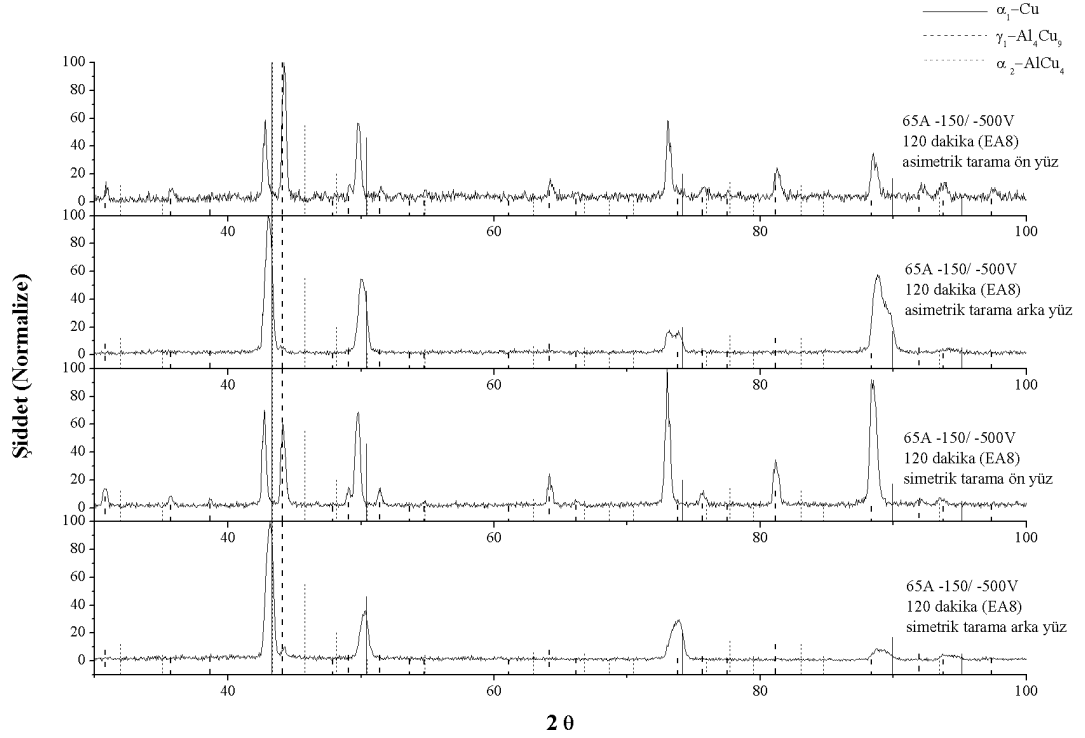


Şekil 7.5 : 50 µm sabit bakır folyoların 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 30-120 dak işlem işlem parametreleri sonrası simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

Simetrik geometride alınan x-ışını difraktogramlarının daha derin bölgelerden bilgi aldığı ve difüzyon önü bandının elementel olarak at-24% alüminyum içerdiği EDS analizleri ile görülmüştü. Ayrıca işlem süresinin artması ile difüzyon önü bandının daha derinlere ilerlediği ve 120 dakika işlem gören numunede de işlem görmeyen yüzeye çok yakın olduğu kesitten SEM çalışmalarında görülmüştü. Ek olarak numune iç kesimlerinin yüzeye göre daha soğuk kaldığı da belirtilmişti. Bu bilgiler ışığında işlem süresinin artması ile difüzyon önü banttan daha az ya da herhangi bilgi alınamadığı düşünülmektedir ve difüzyon önü bandının peritektoid ayrışma gösteren α_2 -Cu fazını içerdiği sonucuna varılmıştır.

Bu noktaya kadar yapılan çalışmalarda görülen heterojenliği ve yarı-kararlı fazları yapıdan uzaklaştırma gerekliliği gündeme gelmiştir. 120 dakika işlem görmüş ve seri içinde en fazla miktarda alüminyum alaşımlanmış olan numuneye vakum ortamında tavlama ve ardından kontrollü soğutma işlemi uygulanmıştır. Yapı içeriğindeki yarı-kararlı β_1 -AlCu₃ martenzitik fazından, oda sıcaklığında kararlı olan γ_1 -Al₄Cu₉ ve α_2 -AlCu₄ veya α_1 -Cu ve α_2 -AlCu₄ fazlarının elde edilmesine çalışılmıştır. Tavlama işleminde numune 1 saat süresince 700° C' de tutulmuştur. Ardından faz dönüşüm sıcaklıklarının $\pm 10^\circ\text{C}$ etrafında 1°C/ dak, faz bölgelerinde ise 2°C/ dak soğutma

hızları uygulanmıştır. Şekil 7.6 ve Şekil A.1.3 'de söz konusu numunenin vakum tavlama işlemi sonrasındaki asimetrik ve simetrik olarak taranmış x-ışını difraksiyon tayfları görülmektedir. Homojeniteyi görmek maksadı ile analizler numunenin her iki tarafından yapılmıştır.



Şekil 7.6 : 50 µm sabit bakır folyonun 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 120 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

Numunenin alüminyum plazmasına maruz kalan tarafları tavlama işlemi ile ötektoid ayrışma göstermiştir. γ_1 -Al₄Cu₉, α_1 -Cu fazlarının yapıya egemen olduğu görülmektedir (Şekil 7.6 ve Şekil A.1.3). Alüminyum kaplama/ bombardıman işlemi sonucunda 50 µm 'lık kalınlık boyunca tam anlamıyla yayınmamış olduğundan ötürü, numunenin işlem görmüş ve görmemiş olan tarafları arasında yapı içeriği açısından fark görülmektedir. Bu durum tavlama işlemi için belirlenen sürenin yeterli olmamasından da kaynaklanabilir. İşlem görmüş tarafın yüzeyinde γ_1 -Al₄Cu₉ fazının baskın, gövde kısımlarında ise α_1 -Cu fazı ile hemen hemen aynı oranlarda olduğu görülmüştür. İşlem görmüş taraftaki α_1 -Cu fazı alüminyum çözdüğünden ötürü düzlemler arası mesafesi artmış ve x-ışını difraksiyon pikleri de referans kartında belirtilenlere göre daha düşük difraksiyon açılarına kaymıştır. Bu bulgular Vegard

kanunu kullanılarak desteklenmeye çalışılmıştır. Çizelge 7.2’ de α_1 -Cu katı eriyiği için Vegard kanunu’ na göre hesaplanan veriler görülmektedir.

Çizelge 7.2 : 50 μm sabit bakır folyonun 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 120 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700°C tavlama sonrası α_1 -Cu kompozisyonları dağılımları.

	At-Al%	At-Cu%
İşlem gören tarafı yüzey bölgeleri	~10	~90
İşlem gören tarafı iç bölgeleri	~10	~90
İşlem görmeyen tarafı yüzey bölgeleri	~2	~98
İşlem görmeyen tarafı iç bölgeleri	~5,5	~94,5

Vegard kanunun rastgele katı eriyik çözeltilerinde sapma gösterdiği bilinmektedir. Öte yandan elde edilen sonuçlar bu tip sistemlerin bağıl değişimleri karşılaştırması için kullanılabilir. Yukarıda tabloda iç bölgelerdeki alüminyum içeriği faz diyagramındaki ötektoid ayrışma bölgesi için (yaklaşık at-20%) ve EDS (ortalama at-20%) sonuçları ile sapma vermektedir. Dolayısı ile Vegard kanunundan yararlanılarak elde edilen at-10% Al civarındaki veriler (α_1 -Cu / α_1 -Cu+ γ_1 -Al₄Cu₉) Al-Cu ikili alaşım sistemi için faz sınırındaki at-20% değerine denk geldiği şeklinde değerlendirilmiştir [74].

İşlem görmemiş olan tarafta ise yüzeyde α_1 -Cu fazı baskın olmakla birlikte ve daha derinlerde ise yine α_1 -Cu egemenliğinde az miktarda γ_1 -Al₄Cu₉ fazına ait bilgiler de alınmıştır. Peritektoid ayrışma sonucu oluşması beklenen α_2 -AlCu₄ fazı gözlenmemiştir.

Bu bulgular ışığında bakırca zengin intermetalik fazların elde edilebilmesi için işlem süresinin arttırılması ve/ veya daha ince bakır taban malzeme tercih edilmesi gerekliliği değerlendirilmiştir.

8. 60 A, -50/-300 V, 60 DAK. İŞLEM PARAMETRELERİNİN 25 µm' LİK SABİT VE DÖNGÜLÜ TABAN MALZEMEYE UYGULANMASI

Bu grup çalışmasında 25 µm bakır folyo taban malzeme olarak kullanılmıştır. 60 sn süresince -50 V bias voltajı yardımı ile kaplanan alüminyum, 6 saniye süresince -300 V bias voltajı yardımı ile bombardıman edilerek bakır folyoya alaşımlanmasına çalışılmıştır. Katot akımı 60 A olarak seçilmiştir. Diğer parametreler sabit tutulmak suretiyle taban malzemenin sabit konumda olduğu ve kendi ekseninde 4 rpm (15 saniye de 1 tam tur) hız ile döndürüldüğü durumlar incelenmiştir. Döndürme işlemi ile, alüminyumun her iki taraftan da yayınması ve daha homojen ürün eldesi amaçlanmıştır. Tekrarlı bias voltajı çevrimleri her iki numune için de 60 dakika süresince uygulanmıştır. Taban malzemeye ne kadar yayınma olduğu, hangi fazların olduğu tespit edilmeye çalışılmıştır. Ayrıca verim açısından değerlendirme yapılmıştır.

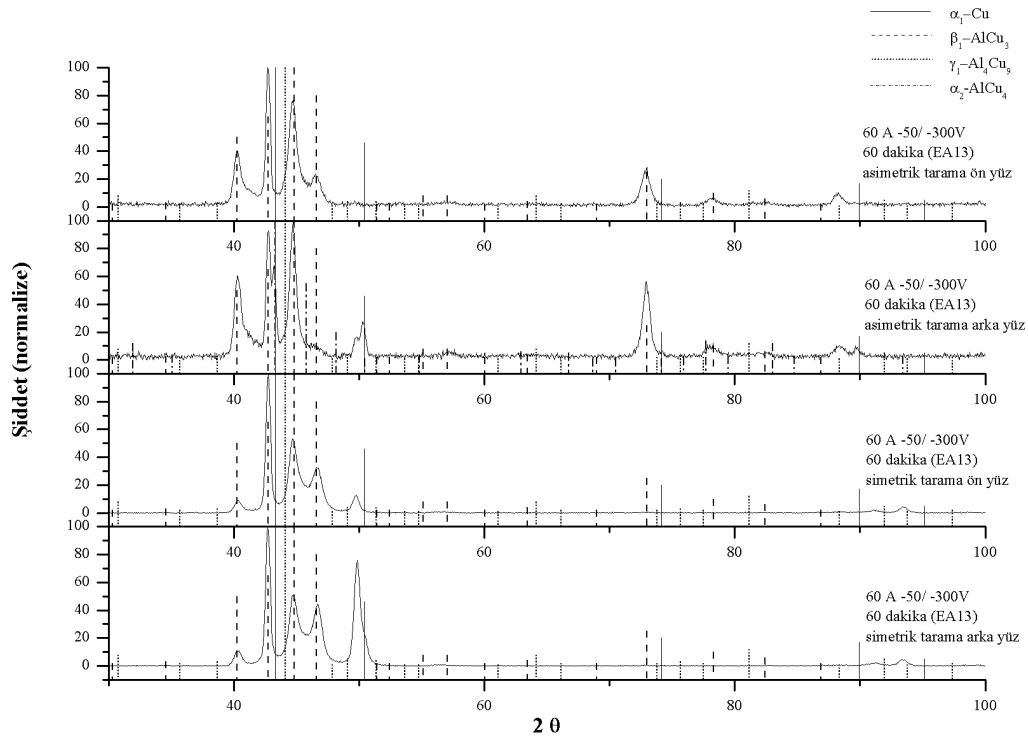
Taban malzeme kalınlığının hemen hemen yarıya indirilmesi ile birlikte işlem parametrelerinde değişiklik yapılması gerekmiştir. Bir önceki bölümde detayı verilen parametreler 25 µm 'lik taban malzemedeki kullanıldığında numunenin ergimesi ile sonuçlanmıştır. Kaplama ve yayındırma adımlarındaki süre ve bias voltajları numuneye hasar vermeyecek ve uygun sıcaklık oluşturacak şekilde belirlenmiştir. Bu şekilde sırası ile kaplama/ bombardıman voltajları -150/ -500 V iken -50/ -300 V değerlerine çekilmiştir. Kaplama adımıdaki süre 30 saniyeden 60 saniyeye arttırılıp toplam işlem süresi 120 dakikadan 60 dakikaya indirilmiştir. Çizelge 8.1 'de detayı verilen bu değişiklikte biriktirme adımının toplam süresinin aynı sürelerde kalması sağlanmış ve daha fazla alüminyum kitlesinin aynı bombardıman adımı süresi içerisinde yapıya nüfuz etmesi amaçlanmıştır.

Çizelge 8.1 : 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonucu 25 μm ' lik sabit ve rotasyonlu folyolara toplam biriktirme ve bombardıman süreleri.

	Toplam biriktirme [dak]	Toplam bombardıman [dak]	Toplam döngü [adet]	Toplam işlem [dak]	Altlık konumu
EA-13	55	5	55	60	sabit
EA-14	55	5	55	60	rotasyonlu

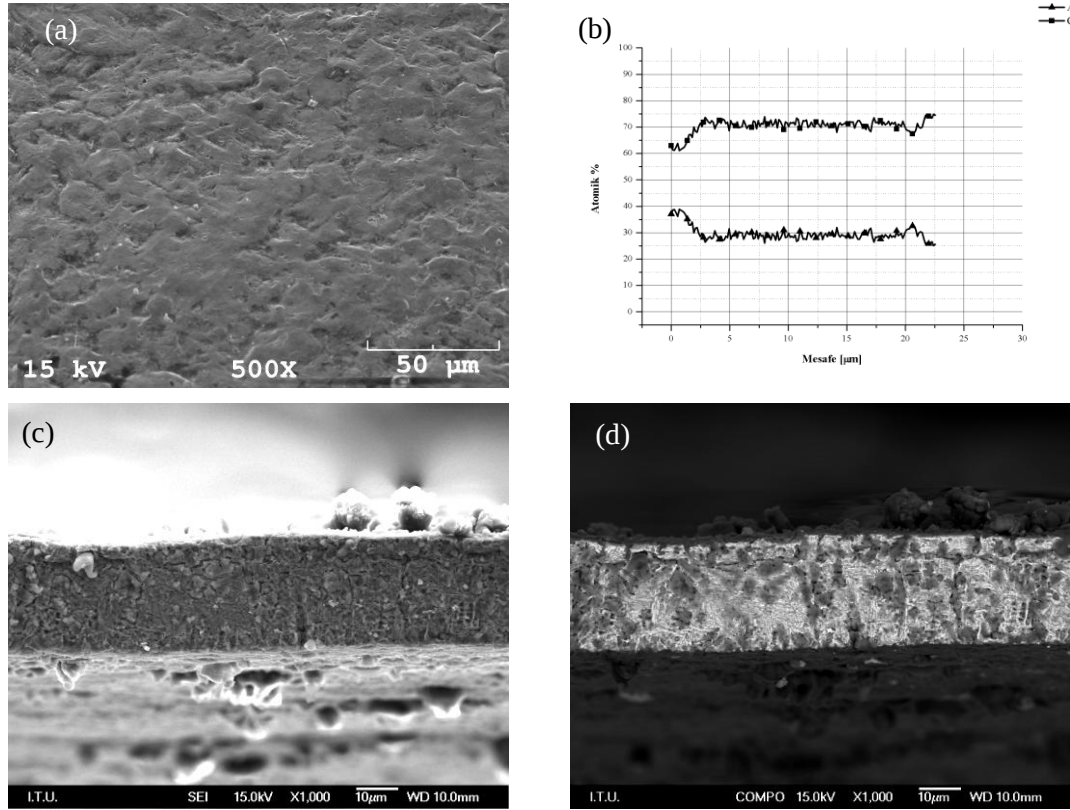
8.1 60 A, -50/-300 V, 60 dak. işlem parametrelerinin 25 μm 'lik sabit taban malzemeye uygulanması

60 dakika süresince sabit konumda işlem görmüş olan numunenin her iki tarafından taranan asimetric ve simetrik x-ışınları difraksiyon tayfları Şekil 8.1 ve Şekil A.2.1 'de görülmektedir. Söz konusu numunenin her iki yüzeyi ve iç bölgelerinde $\beta_1\text{-AlCu}_3$ ve $\alpha_1\text{-Cu}$ fazlarının oluştuğu görülmektedir.



Şekil 8.1 : 25 μm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

Numunenin alüminyum plazmasına maruz kalmamış olan tarafında $\beta_1\text{-AlCu}_3$ ve $\alpha_1\text{-Cu}$ fazlarının mevcut olduğu ve $\beta_1\text{-AlCu}_3$ fazının baskın olduğu görülmektedir.



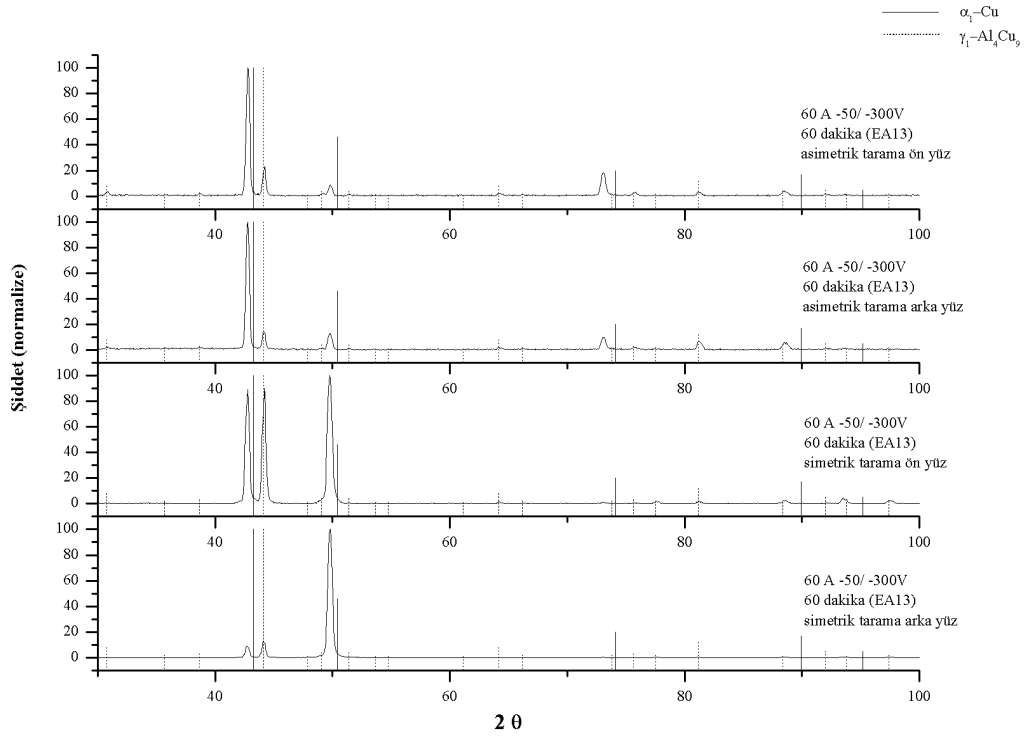
Şekil 8.2 : 25 µm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parameteleri sonrası (a) 45° açılı yüzey görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, dağlanmış kesitin (c) SEI ve (d) BSE görüntüsü.

Ek olarak işlem görmemiş tarafın yüzeyinden alınan bilgilerde α_2 -AlCu₄ fazının mevcut olduğu da görülmektedir.

Söz konusu numunenin SEM yüzey ve kesit çalışmalarında martenzitik dönüşüm göstermiş olan β_1 -AlCu₃ fazının iğnesel yapısı görülebilmektedir. Bulgulara ek olarak kalınlık boyunca çizgisel elementel analiz çalışması da Şekil 8.2 'de gösterilmektedir. Çizgisel elementel analizde görüldüğü üzere; işlem uygulanan tarafın yüzeyden 3 µm 'lik derinliğe kadarki bölgesinde alüminyum içeriği at-35% Al seviyesinden azalarak at-30% Al seviyesindedir. Diğer taraf yüzeyin 1,5 µm 'lik bölgesinde ise daha da azalarak a-25% Al seviyesine indiği görülmektedir. Bu bulgu alüminyum plazması görmeyen taraftan taranan x-ışınları tayflarındaki farklılığı da destekler niteliktedir. Alüminyum plazması görmeyen taraftan yüzey bilgisi alınan asimetric x-ışını difraksiyon taramasında α_2 -AlCu₄ fazı görülmektedir ve simetric taramadaki α_1 -Cu fazının şiddetinin arttığı gözlemlenmiştir. Bu durum bir önceki bölümde izah edildiği üzere difüzyon önü bandından kaynaklandığı şeklinde değerlendirilmiştir.

Yapıdaki heterojenliği ve yarı-kararlı fazları bertaraf etmek amacı ile önceki bölümde detayı verilen tavlama işlemi uygulanmıştır. Tavlama işlemi ardından asimetrik ve simetrik geometrilerde taranan x-ışınları tayfları Şekil 8.3 ve Şekil A.3.2’de verilmiştir.

Tavlama sonrasında x-ışını tayfları incelendiğinde yapıda yararlı-kararlı olan β_1 -AlCu₃ fazının tamamen ötektoid ayrışma gösterdiği görülmektedir. Yapı γ_1 -Al₄Cu₉ ve α_1 -Cu fazlarından oluşmaktadır. Dolayısı ile 120 dakika işlem ardından tavlama işlemine tabi tutulan 50 μ m ’lik numune de benzer şekilde peritektoid ayrışma görülmemiş ve α_2 -AlCu₄ fazına rastlanmamıştır. α_1 -Cu difraksiyon pik pozisyonları incelendiğinde, piklerin her iki taraf ve tarama simetrisinde de aynı difraksiyon açılarında olduğu görülmektedir. Normalize edilmiş x-ışını tayflarındaki şiddet değişimleri α_1 -Cu/ γ_1 -Al₄Cu₉ oranı ile ilişkilendirilebilir. Her iki yüzeyde de α_1 -Cu baskın olmak üzere hemen hemen eşit oranlarda faz dağılımı olduğu görülmektedir. Numunenin iç bölgelerinde ise; alüminyum plazmasına bakan taraf için belirtilen iki faz eşit miktarlarda, diğer tarafta ise α_1 -Cu fazı çok daha yüksek oranda mevcuttur.



Şekil 8.3 : 25 μ m sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

Söz konusu numunenin Vegard kanunu yardımı ile katı eriyikteki çözölen alüminyum içeriğı hesaplanmıřtır. Çizelge 8.2 'de göröldüğü üzere önceki bölümde belirtildiğı üzere Vegard kanunu' ndan sistemin sapması oranında yaklaşık at-10% ile ötektoid ayrışma bölgesine denk gelen bileşimde olduğı söylenebilir.

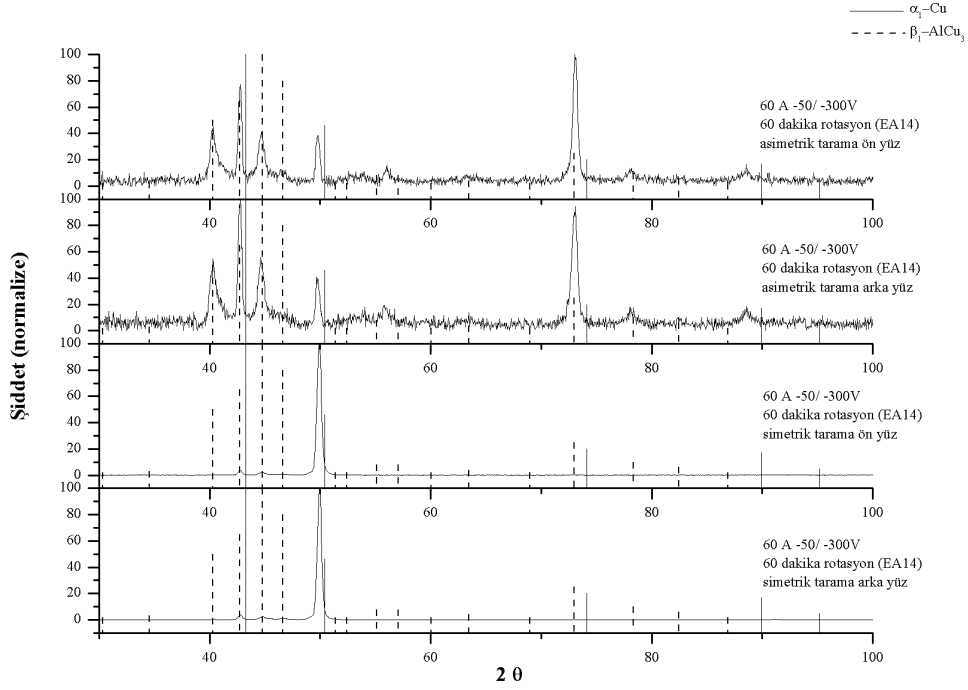
Çizelge 8.2 : 25 µm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700°C tavlama sonrası α_1 -Cu kompozisyonları dağılımları.

	At-Al%	At-Cu%
İşlem gören tarafı yüzey bölgeleri	~10	~90
İşlem gören tarafı iç bölgeleri	~10	~90
İşlem görmeyen tarafı yüzey bölgeleri	~10	~90
İşlem görmeyen tarafı iç bölgeleri	~10	~90

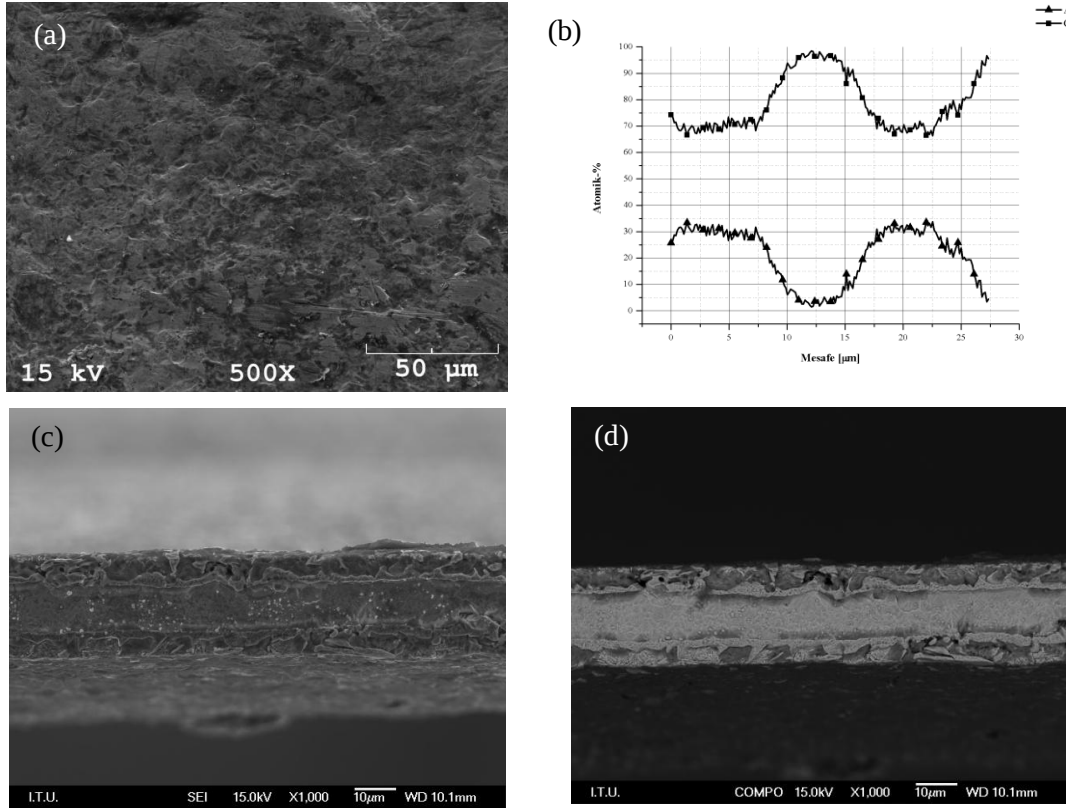
Bu sonuçlar ışığında yeterince homojenite sağlanamadığı görölmekte olup, numunenin daha uzun sürelerde tavlama işlemine uygulanması gerekliliğı ve/veya her iki yüzeyden de kaplama/ bombardıman işlemi uygulanması gerekliliğı değerlendirilmiştir.

8.2 60 A, -50/-300 V, 60 dak. işlem parametrelerinin 25 µm' lik döngü halinde olan taban malzemeye uygulanması

Her iki yüzeyden kaplama/bombardıman işleminin uygulanabilmesi için taban malzeme kendi eksenini etrafında 4 rpm hızında döndürölmüştür. Diğer parametrelerin sabit olduğı koşulda rotasyonun etkisi incelenmeye çalışılmıştır. Ek olarak rotasyon uygulanan numunenin her iki tarafından asimetric ve simetric x-ışını difraksiyon tayfları Şekil 8.4 ve Şekil A.2.3 'de görölmektedir. Tayflar incelendiğinde numunenin her iki yüzünde de faz dağılımlarının aynı oranda oluştuğı görölmektedir. Yüzeylerde α_1 -Cu fazı ile birlikte β_1 -AlCu₃ fazı görölmektedir. Yüzeylerden daha iç bölgelerde ise alüminyum difüzyonunun, sabit olan numuneye göre, daha az gerçekleşmiş olabileceğı söylenebilir. İç bölgelerde α_1 -Cu baskın olmakla birlikte az miktarda β_1 -AlCu₃ fazına ait pikler de indekslenmiştir. Şekil 8.5 'deki yüzey ve kesitten yapılan SEM çalışmalarında belirtilen bulgular açık bir şekilde görölmektedir.



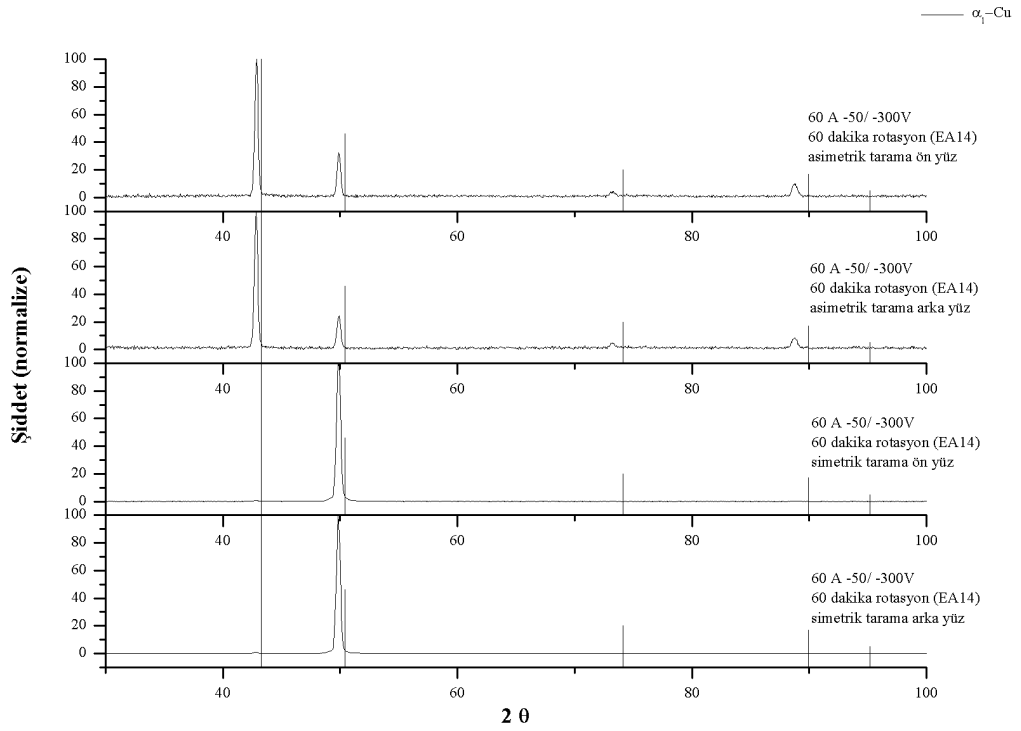
Şekil 8.4 : 25 μm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil 8.5 : 25 μm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonrası (a) 45° açılı yüzey görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, dağlanmış kesitin (c) SEI ve (d) BSE görüntüsü.

Şekil 8.5 (b) 'deki kesit boyunca çizgisel elementel analiz dağılımına göre her iki yüzeyde at-30% Al içeriğe sahip 7,5 'er μm alüminyum difüzyonu olduğu görülmektedir. Rotasyon uygulanmayan numuneye göre kıyaslama yapıldığında, rotasyon ile birlikte mevcut parametrelerde en az %30 verim kaybı görülmüştür.

Rotasyon uygulanan numune, tavlanaarak davranışı incelenmiştir. Şekil 8.6 ve Şekil A.2.4 'de verilen x-ışını tayflarına göre tavlama sonrasında yapıdaki alüminyum, folyo kesitinin ortasına doğru yayınıp, orta kesim alüminyumca zenginleşmiş ve işlem sonrasındaki duruma göre yüzeydeki içerik alüminyumca fakirleşmiştir. Toplam alüminyum içeriği yeterli seviyede olmadığından ötürü numunede $\alpha_1\text{-Cu}$ katı eriyi dönüşümü gözlenmiştir.



Şekil 8.6 : 25 μm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetric taranmış x-ışınları tayfları.

Vegard kanunu tavlama sonrasındaki (111) ve (200) $\alpha_1\text{-Cu}$ katı eriyik piklerine uygulanarak $\alpha_1\text{-Cu}$ katı eriyiğinin alüminyum içeriği hakkında bilgi edinilmeye çalışılmıştır. Çizelge 8.3 'de derlenen bulgulara göre, yüzey ve iç bölgeler arasında at-0,5% ile at-1% gibi çok az bir fark göze çarpmaktadır. Bu farkın hesaplama yönteminin hata sınırları içerisinde kaldığı belirtilebilir. Diğer yandan tavlama süresinin yetersiz olması da bir etken olabilir. Bu bakış açısı, Şekil 8.5 (c) tavlama

öncesinde yüzeyler arasındaki alüminyum içerik farkı göz önünde bulundurularak desteklenebilir. Tavlama sonrasında iç bölgelerin daha fazla alüminyum içermeleri ise iç kesimin her iki yönden birden alüminyum yayınmasına açık olmasından kaynaklanabilir.

Çizelge 8.3 : 25 µm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700°C tavlama işlemi sonrası α_1 -Cu kompozisyonları dağılımları.

	At-Al%	At-Cu%
Ön taraf yüzey bölgeleri	~8,5	~91,5
Ön taraf iç bölgeleri	~9	~91
Arka taraf yüzey bölgeleri	~8,5	~91,5
Arka taraf tarafı iç bölgeleri	~9,5	~90,5

Bu bulgular ışığında bakırca zengin intermetalik fazların elde edilebilmesi için işlem süresinin arttırılması ve rotasyon sürekli olmadan yapılarak her iki yüzeyden sabit duran altlık yaklaşımı yapılmasının uygun olacağı değerlendirilmiştir.

9. 40 A, -50/-300 V, 80-130 DAK. İŞLEM PARAMETRELERİNİN 25 µm' lik SABİT TABAN MALZEMELEYE HER İKİ YÜZEYİNDEN UYGULANMASI

Bu grup çalışmasında 25 µm bakır folyo taban malzeme olarak kullanılmıştır. 60 sn süresince -50 V bias voltajı yardımı ile kaplanan alüminyum, 6 saniye süresince -300 V bias voltajı yardımı ile bombardıman edilerek bakır folyoya alaşımlanmaya çalışılmıştır. Katot akımı önceki bölümlerde belirtilen çalışmalara göre düşürülmüş ve 40 A 'de çalıştırılmıştır. Bu durumun nedeni olarak sistemdeki elektromanyetik odaklama bobinin değişimidir. Daha kuvvetli manyetik alan oluşturan bobin plazma verimini ve dolayısı ile bombardıman eden iyon sayısını/ akısını arttırmış ve önceki bölümlerdeki gibi katot 60-65 A akımları ile çalışıldığında altlık malzeme ergimiştir. Taban malzemenin sabit ve kendi eksenini etrafında döndürülmesi ile yapılan çalışmalardan elde edilen bilgiler ışığında, taban malzemenin bir tarafına uygulanan kaplama/ bombardıman tekrarlı işlemi 5 dakika süresince uygulandıktan sonra diğer tarafına da aynı işlem uygulanmıştır. Bu döngü sayesinde her iki tarafa da aynı işlem uygulanmış, rotasyon sonucu verim kaybının önüne geçilmeye çalışılmış ve alüminyumun her iki taraftan da yayınması amaçlanmıştır. Belirtilen parametreler ile toplam işlem süreleri sırası ile 80, 90, 100, 110, 120 ve 130 dakika sürelerince uygulanmıştır. Çizelge 9.1 'de toplam biriktirme, bombardıman ve döngü adetleri belirtilmiştir. Taban malzemeye ne kadar yayınma olduğu, hangi fazların oluştuğu tespit edilmeye çalışılmıştır.

9.1 40 A, -50/-300 V, 80 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması

Şekil 9.1 ve Şekil Ek A.3.1 'de 80 dakika süresince işlem gören numunenin asimetrik ve simetrik olarak taranmış x-ışını tayfları görülmektedir. İşlem süresinin artması ile birlikte yüzeyde alüminyumca daha zengin γ_1 -Al₄Cu₉ fazının β_1 -AlCu₃ fazına göre daha fazla miktarda oluşmaya başladığı görülmektedir.

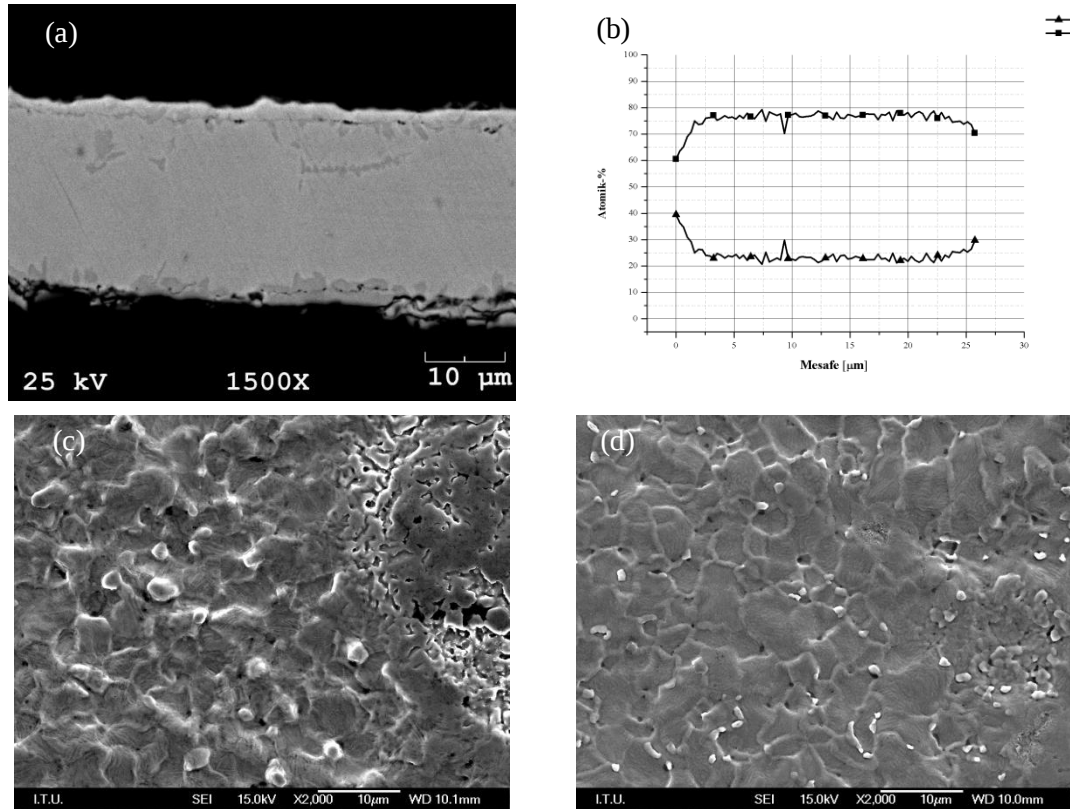
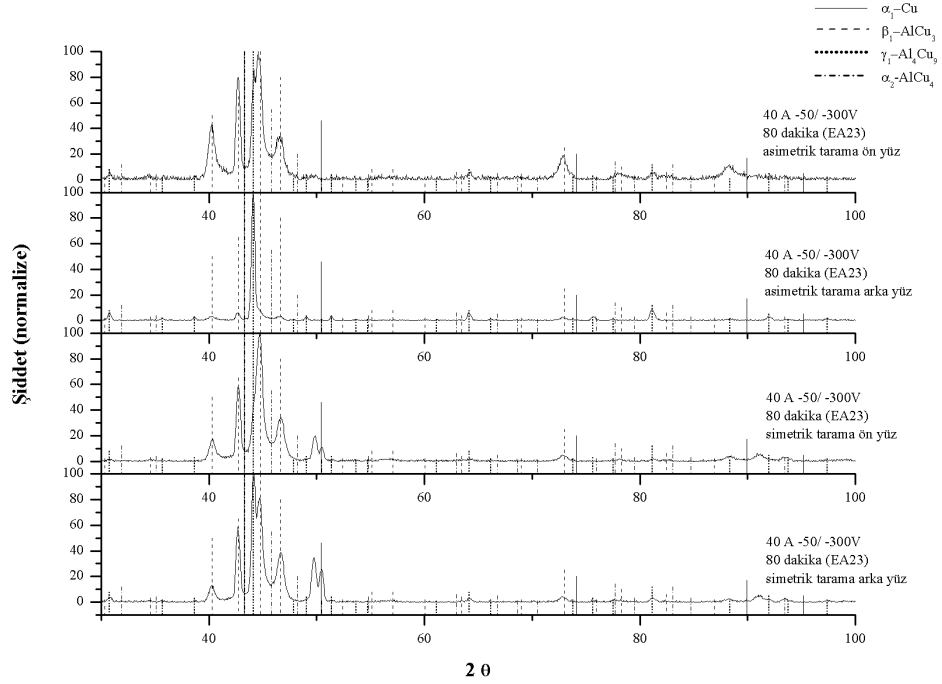
Çizelge 9.1 : 40 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 80-130 dak işlem parametreleri sonucu 25 μm ' lik sabit (5 dakikada bir diğer yüz) folyolara toplam biriktirme ve bombardıman süreleri.

Numune Kodu	Toplam biriktirme [dak]	Toplam bombardıman [dak]	Toplam döngü [adet]	Toplam işlem [dak]
EA-23	73	7	73	80
EA-24	82	8	82	90
EA-22	91	9	91	100
EA-26	100	10	100	110
EA-21	109	11	109	120
EA-25	118	12	118	130

Numunenin daha derinlerinden bilgi alınan simetrik x-ışını ise yukarıda belirtilen iki faz ile birlikte $\alpha_1\text{-Cu}$ ve $\alpha_2\text{-AlCu}_4$ fazlarının da oluştuğu görülmektedir. Numune iç kesimlerinin, yüzeylerine göre daha yavaş bir soğuma hızı seyretmesi ve ayrıca iç kesimlerdeki alüminyum içeriğinin yüzeye göre daha az olması ile $\alpha_2\text{-AlCu}_4$ fazının oluşma koşullarını sağlayabilmesine neden olduğu şeklide değerlendirilmektedir. Yukarıdaki bölümlerde de belirtilmiş olan difüzyon önü bandının bu yapının oluşmasına uygun olabileceği değerlendirilmektedir. Şekil 9.2 'de görülen yüzey ve kesit SEM çalışmaları incelendiğinde derinlik boyunca alınan çizgisel elementel analiz durumu destekler niteliktedir.

Çizgisel elementel analiz verilerine bakıldığında yaklaşık at-25% bandında olan alüminyum içeriği göze çarpmaktadır. Önceki bölümlerde 60-65 A katot akımlarında çalışıldığında ise içerik at-30% bandında seyretmekteydi. 40 A katot akımı kullanıldığı bu durumda ise yapı iç kesimlerindeki $\gamma_1\text{-Al}_4\text{Cu}_9$, $\alpha_1\text{-Cu}$ ve $\alpha_2\text{-AlCu}_4$ fazlarının varlığı mevcuttur. Bu çalışma grubundaki sıcaklık dağılımlarına bakıldığında kaplama ve bombardıman adımları sırası ile 550-570 $^{\circ}\text{C}$ ve 750-780 $^{\circ}\text{C}$ aralıklarında seyretilikleri göze çarpmaktadır. Özellikle kaplama adımıdaki sıcaklıklar ötektoid ayrışma sıcaklığı civarındadır ve $\gamma_1\text{-Al}_4\text{Cu}_9$, $\alpha_1\text{-Cu}$ oluşumlarının işlem esnasında gerçekleşeceği koşulların oluştuğu sonucuna varılmaktadır.

Yüzey ve iç kesimlerdeki faz oranları her iki taraf için farklılık göstermektedir. Bu durumun yüzeyler arasında olan atomik-8% alüminyum farkından kaynaklandığı Şekil 9.1, Şekil A.3.1 ve Şekil 9.2 (c), (d) 'de açık bir şekilde görülmektedir.



β_1 -AlCu₃ fazının daha fazla miktarda olduğu yüzeyden yapılan SEM incelemelerinde martenzitik iğnesel faz morfolojisi görülmektedir. γ_1 -Al₄Cu₉ fazının ağırlıkta olduğu yüzeyde ise sadece plakalaşmış büyüme morfolojisi görülmektedir. Şekil A.3.2 ' de γ_1 -Al₄Cu₉ fazının büyüme morfolojisine ait detay içeren görüntüler verilmektedir.

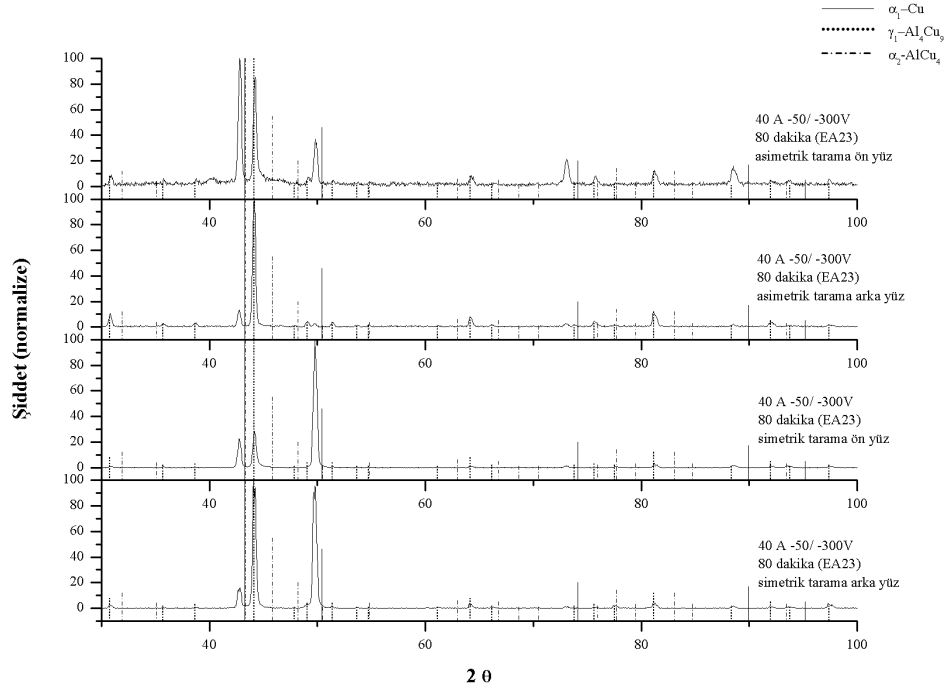
Yapı homojenitesinin sağlanması amacı ile yukarıdaki bölümlerde detayı verilen tavlama işleminin, tavlama sıcaklığındaki bekleme adımı 6 saate çıkartılmıştır. 80 dakika işlem görmüş olan numuneye uygulanan tavlama işlemi ardından asimetrik ve simetrik taranmış x-ışını tayfları Şekil 9.3 ve Şekil A.3.3 'de sunulmuştur. Buna göre; yapıda tavlama sonrasında γ_1 -Al₄Cu₉ ve α_1 -Cu fazlarının varlığı görülmektedir. Tavlama öncesindeki duruma benzer şekilde yapı faz dağılım oranı farklılığının devam ettiği görülmektedir. Şekil 9.4 'deki kesit görüntüsü incelendiğinde ise yapının kesiti boyunca homojenite farkı görülmemekte ve yeterli süre tavlama işlemi uygulandığı değerlendirilmektedir. Numunenin en/boy - kalınlık alanınca ötektoid ayrışan çift faz ve tek faz γ_1 -Al₄Cu₉ oluşmuş olan farklı faz bölgelerinin mevcut olduğu görülmektedir. Öte yandan, γ_1 -Al₄Cu₉ fazına ait plaka büyüme karakterinin

tavlama işlemi ardından parçalanmış olduğu görülmektedir. Tavlama işlemi ile birlikte nanometre mertebelerinde homojen bir şekilde dağılmış boşlukları yüksek büyütmelemlerdeki SEM incelemelerinde görülmektedir. Söz konusu oluşumun, bombardıman adımı esnasında yapı içerisinde oluşturulan boşlukların tavlama işlemi ile yüzeye taşınmasından kaynaklandığı değerlendirilmektedir. Oluşumun boşluk ve/veya çukur oluşturan karakter sergiledikleri görülmektedir (Şekil A.3.4).

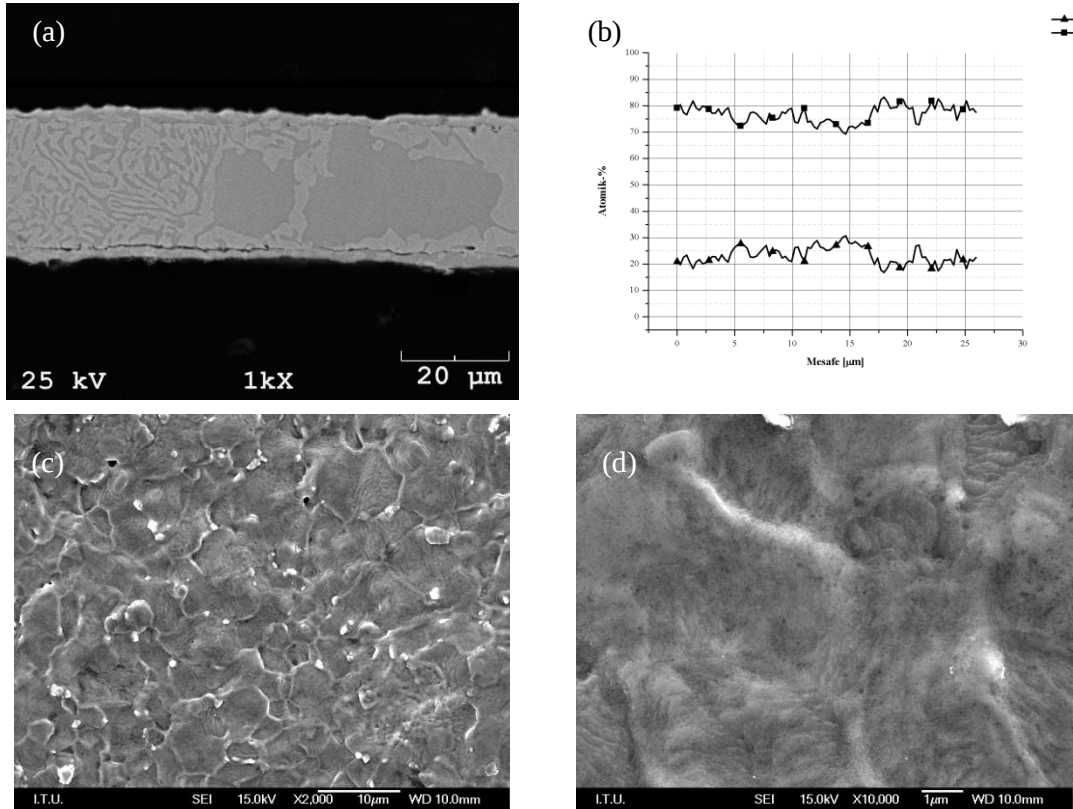
Tavlama işlemi sonrasında α_1 -Cu fazının alüminyum içeriği ile ilgili bilgi edinmek amacı ile Vegard kanunu kullanılarak x-ışını difraksiyon pik pozisyonlarından yararlanılmıştır. Benzer şekilde α_1 -Cu at-10% civarında ötektoid altı faz bölgesi sınırında alüminyum bünyesinde çözmüştür (Çizelge 9.2).

Çizelge 9.2 : 25 μ m sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası α_1 -Cu kompozisyonları dağılımları.

	At-Al%	At-Cu%
Ön taraf yüzey bölgeleri	~9,5	~90,5
Ön taraf iç bölgeleri	~10	~90
Arka taraf yüzey bölgeleri	~10	~90
Arka taraf iç bölgeleri	~11	~89



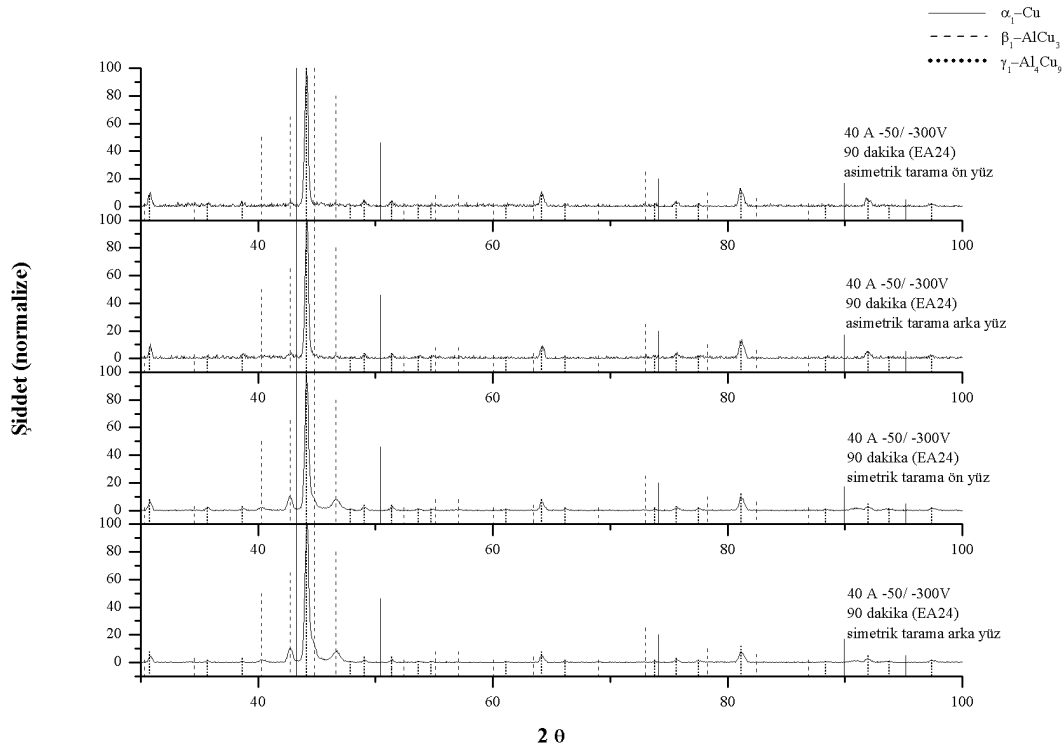
Şekil 9.3 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



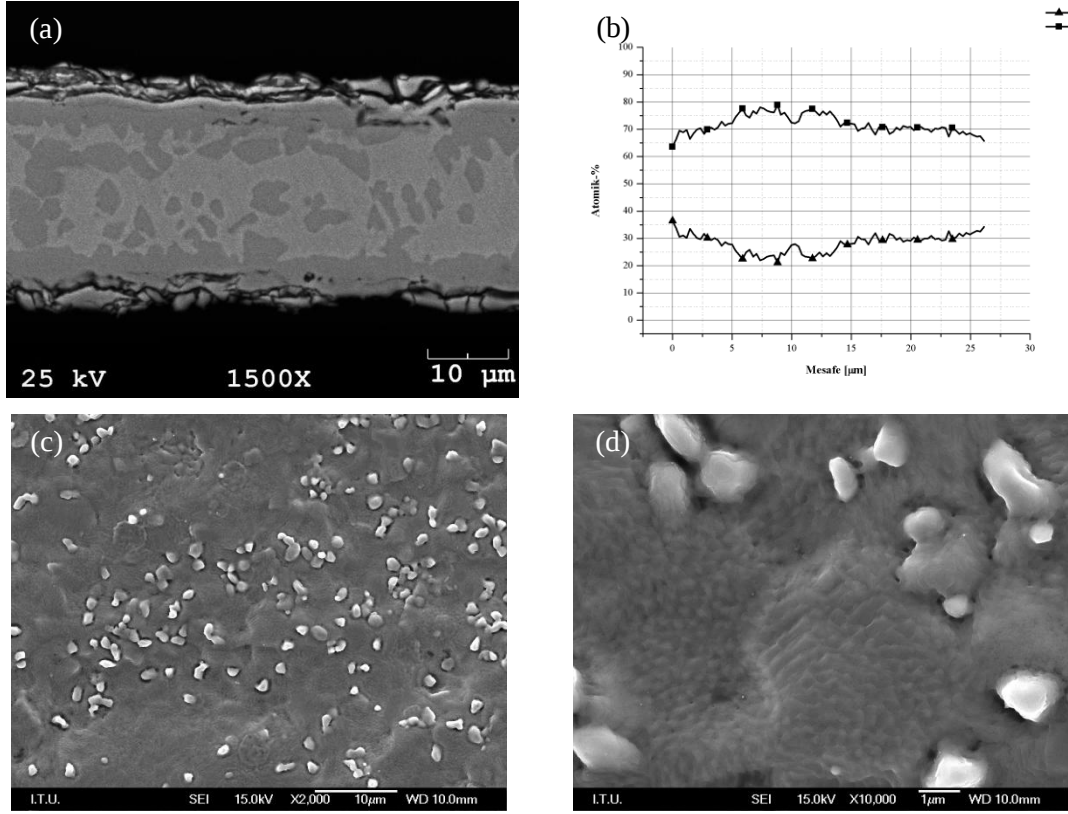
Şekil 9.4 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.

9.2 40 A, -50/-300 V, 90 dak. İşlem Paramerelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması

Çalışmaya 90 dakika süresince kaplama/ bombardıman işlemine tabi olan numune ile devam edilmiştir. Şekil 9.5 ve Şekil A.3.5 'de sunulan asimetrik ve simetrik geometrilerde taranmış x-ışını tayfları incelendiğinde numunenin her iki tarafının da eşit miktarlarda alüminyum plazmasına maruz kaldığı ve yapı içinden alınan bilgilere göre bu durumun yapı içinde de devam ettiği görülmektedir. Yapının yüzey kesimleri γ_1 -Al₄Cu₉ ve eser miktarda β_1 -AlCu₃ fazlarından oluştuğu görülmektedir. Daha derinlerden alınan bilgilerde ise β_1 -AlCu₃ fazı yine yüzeyde olduğu gibi az miktarda bulunmaktadır. X-ışını verilerine göre numunede 90 dakika süresince işlem gördükten sonra α_1 -Cu ve α_2 -AlCu₄ fazlarının oluşmadığı belirtilebilir. Şekil 9.6 'deki yüzey görüntüsünde β_1 -AlCu₃ fazı martenzitik dönüşüm karakteristiği iğnesel yapıya rastlanmamıştır.



Şekil 9.5 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil 9.6 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.

Kesit görüntüsü yukarıda sunulan bulgular ile birlikte değerlendirilmiştir. Bu duruma göre ve derinlik boyunca alınan çizgisel elementel analiz incelendiğinde yüzeylerde alüminyum içeriğinin 80 dakika işlem görmüş olan numuneye göre yaklaşık atomik-6% daha fazla olduğu görülmektedir. İç kısımlarda ise 80 dakika işlem gören numune ile, at-25% alüminyum civarında, aynı mertebede alüminyum içeriği olduğu görülmektedir.

Yapının yüzeylerinde ek olarak ortalama 1-2 µm boyutlarında küresel morfolojili olarak tanımlanabilecek oluşumlar göze çarpmaktadır. 80 dakika işlem görmüş olan numunenin yüzey görüntüleri de bu anlamda tekrar incelendiği takdirde, β_1 -AlCu₃ ve γ_1 -Al₄Cu₉ fazının mevcudiyeti ile birlikte yüzeyde belirtilen oluşumun ortaya çıkmaya başladığı görülmektedir. γ_1 -Al₄Cu₉ faz miktarının artması ile paralel olarak bu yapı miktarının arttığı da belirtilebilir. İstisnaları da olmakla birlikte genel karakter olarak tane sınırlarında konumlanmışlardır. Çizelge 9.3 'de verilen noktasal elementel analizler incelendiğinde ise şu ana kadar belirtilen fazlardan daha yüksek

miktarda ve geniş bir aralıkta (at-24% ile at-40%) alüminyum içerdikleri görülmektedir. Çalışma dahilinde kullanılan karakterizasyon teknikleri ile bu oluşuma açıklama getirilememiştir.

Çizelge 9.3 : 80 ve 90 dakika işlem görmüş olan numunelerin yüzeylerinden alınan at-% alüminyum elementel analiz verileri.

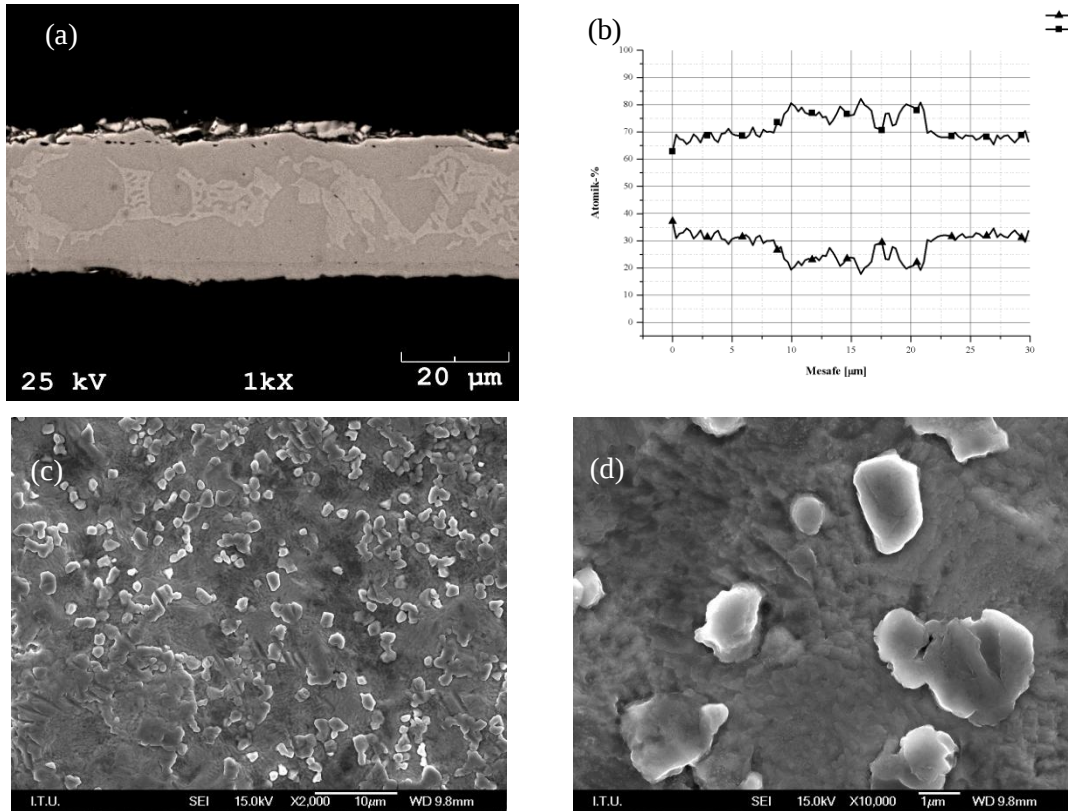
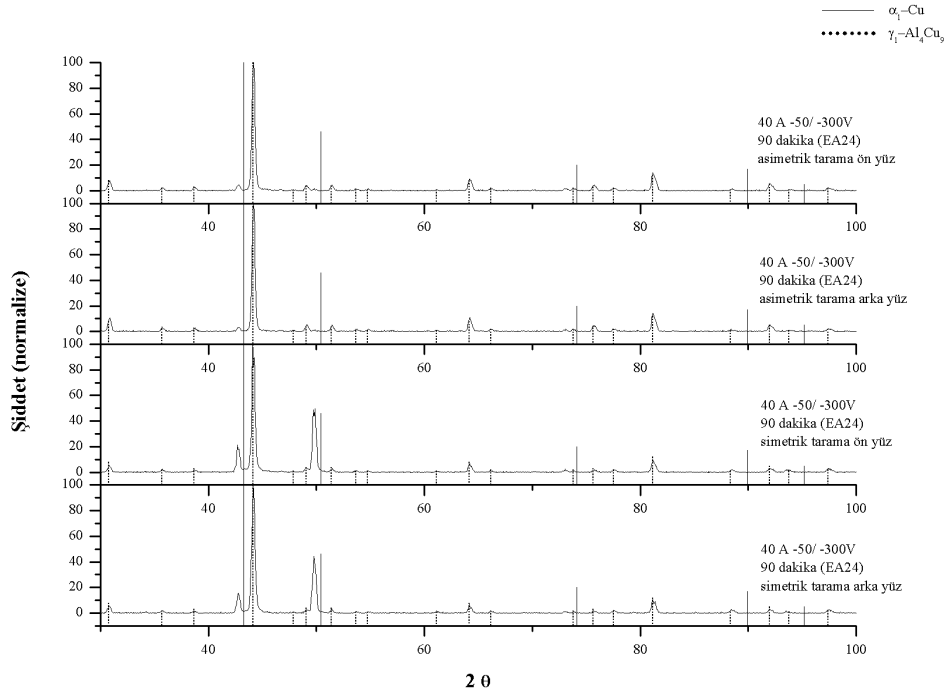
	80 dakika /ön yüz	80 dakika /arka yüz	90 dakika
Genel	24	32	34
Matris ¹	25	34	35
?	24	36	37 ²

¹ β -AlCu₃ + γ -Al₄Cu₉ faz bölgelerinden alınan değerlerin ortalamasıdır.

² 33,28 ve 40,11 atomik%-Al değerlerinin ortalamasıdır.

90 dakika işlem uygulanan numuneye de benzer şekilde 6 saat süresince 700 °C 'de tavlama ve kontrollü soğutma işlemi uygulanmıştır. İşlem sonunda taranan x-ışını tayflarına göre numune yüzeyinde γ_1 -Al₄Cu₉ ve eser miktarda α_1 -Cu indekslenmiştir (Şekil 9.7 ve Şekil A.3.6). Daha derin bölgelerde ise γ_1 -Al₄Cu₉ fazının yanında α_1 -Cu miktarı artmıştır. Tipik bir ötektoid ayrışma davranışı gösteren numunede β_1 -AlCu₃ $\rightarrow$ γ_1 -Al₄Cu₉ + α_1 -Cu dönüşümü olmuştur. Şekil 9.8 'deki tavlanmış numunenin kesit görüntüsü ve derinlik boyunca alınan çizgisel elementel analiz verilerinde de oluşum net olarak ortaya çıkmaktadır. Yüzeylerden yaklaşık 8 μ m derinliklere kadar γ_1 -Al₄Cu₉ fazı ve gövde ortasında ise ortalama 8 μ m ötektoid ayrışma bölgesi görülmektedir.

Bu noktada 80 ve 90 dakika işlem ve ardından tavlama uygulanan numunelerin γ_1 -Al₄Cu₉ fazı at-%30 alüminyum içeriğindedir. Ötektoid ayrışan bölgedeki γ_1 -Al₄Cu₉ ötektoidi ve α_1 -Cu fazları ise sırası ile at-25% ve at-20% alüminyum içeriğindedir. 6 saat süresince tavlama işleminin yeterli seviyede olduğu değerlendirilmektedir. Kaplama/ bombardıman süresinin artması ile toplam alüminyum miktarını arttırmakta ve tavlama işlemi sonrasında da ötektoid ayrışan bölgenin hacmi orantılı olarak azalmaktadır. Tavlanmış ve simetrik olarak taranmış x-ışını tayflarında görülen α_1 -Cu fazı piklerine Vegard kanunu uygulanarak alüminyum içeriği ise Çizelge 9.4 'de sunulmaktadır.



Çizelge 9.4 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası α_1 -Cu kompozisyonları dağılımları.

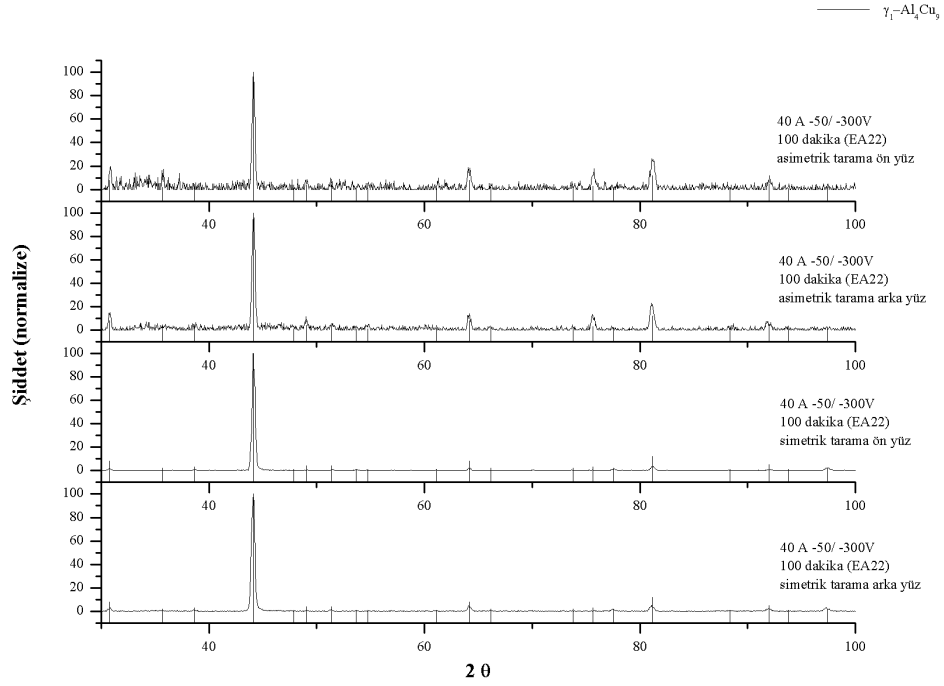
	At-Al%	At-Cu%
Ön taraf iç bölgeleri	~10	~90
Arka taraf iç bölgeleri	~10	~90

9.3 40 A, -50/-300 V, 100 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzüne 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması

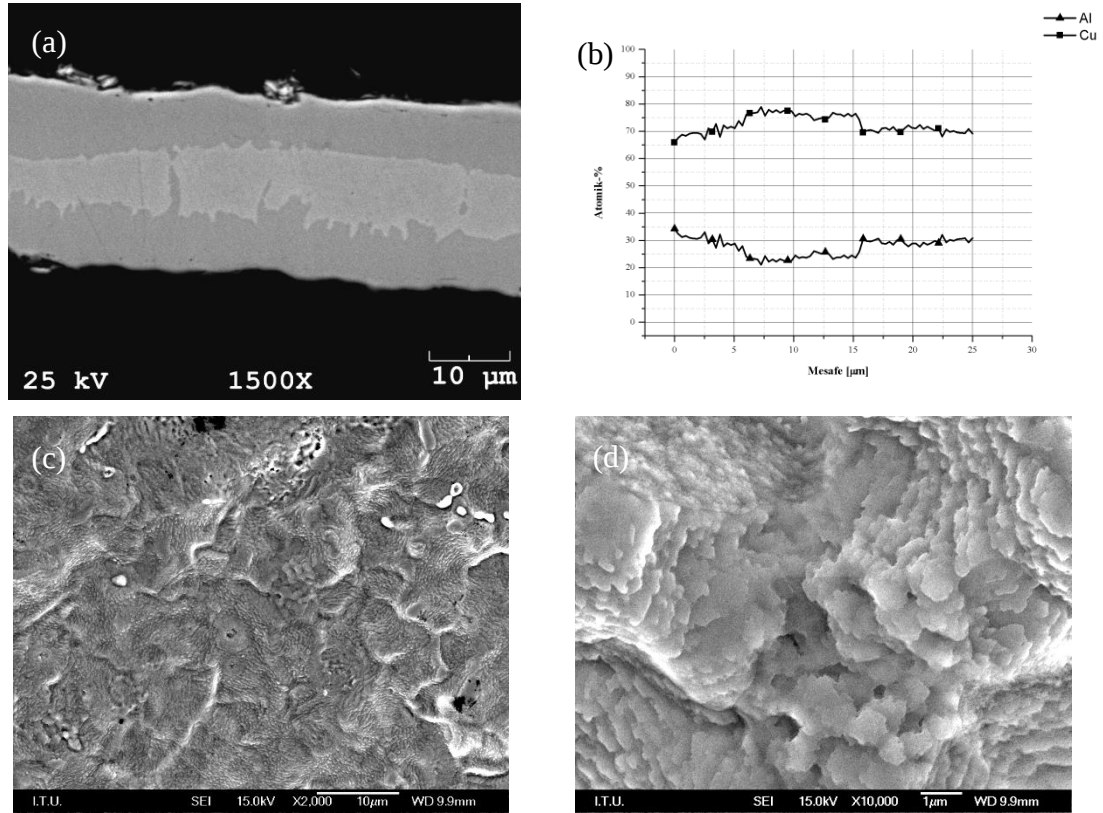
Çalışmaya 100 dakika süresince kaplama/ bombardıman işlemi gören numune ile devam edilmiştir. Şekil 9.9 ve Şekil A.3.7 'de sunulan asimetrik ve simetrik olarak taranmış x-ışını tayfları incelendiğinde; numunenin her iki tarafının da eşit miktarlarda alüminyum plazmasına maruz kaldığı görülmektedir. Yapı içinden alınan bilgilerde de eşit miktarda alüminyum içeriğinde olduğu söylenebilir. İşlem süresinin artması ile birlikte yapının yüzey kesimleri ve iç kesimlerinde γ_1 -Al₄Cu₉ fazının egemen olduğu görülmektedir. Simetrik taranan x-ışını tayflarında, x-ışınlarının nüfuziyet derinliği, belirli bir derinliğe kadar olan bilgileri aktarması sebebi ile yarı-kararlı β_1 -AlCu₃ fazı ya da farklı fazların varlığı hakkında daha net bilgiler için kesitten inceleme ile devam edilmiştir. Şekil 9.10' daki kesit SEM çalışmalarında görülebileceği gibi, x-ışınları ile tayin edilememiş olunmasına rağmen orta bölgede β_1 -AlCu₃ fazı yapı içerisinde mevcuttur.

6 saat süresince 700 °C 'de tavlama ve kontrollü soğutma işleminin ardından taranan ve Şekil 9.11 ve Şekil A.3.8 'de sunulan x-ışını tayflarında, γ_1 -Al₄Cu₉ fazı tek faz olarak indekslenmiştir. Yukarıda belirtilen x-ışını nüfuziyet derinliğinin sınırlı olması sebebi ile yapının iç kısımlarından bilgi alınabileceği göz önünde bulundurularak kesit çalışması yapılmıştır.

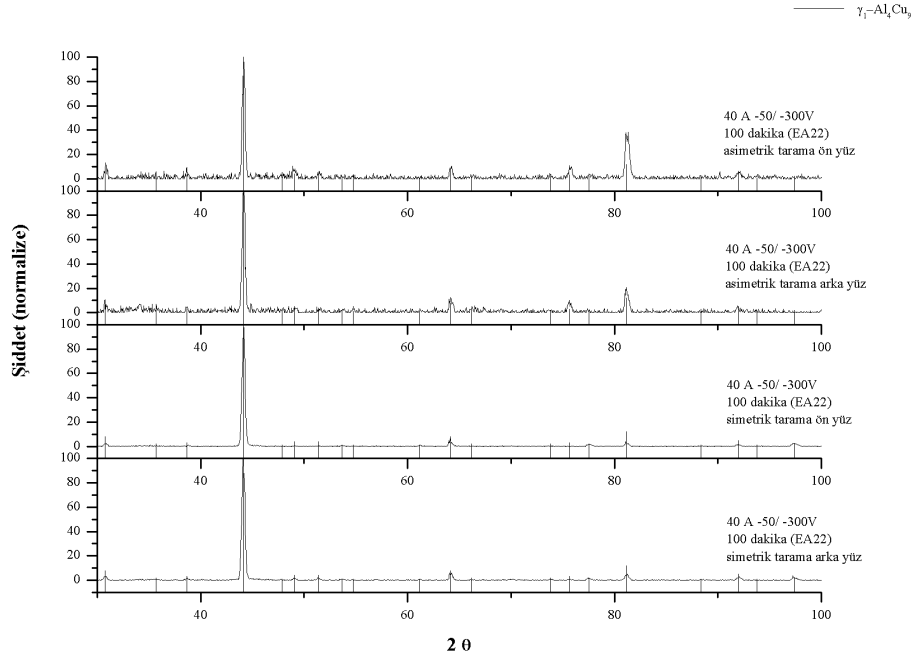
Şekil 9.12 'de görülmekte olan kesitten geri saçılan elektron görüntüsü ve derinlik boyunca çizgisel elementel analiz verilene göre yapı ortasında ötektoid ayrışma gerçekleşmiş, γ_1 -Al₄Cu₉ ve α_1 -Cu fazları ayrılmıştır. İşlem sonrası yapının tamamen γ_1 -Al₄Cu₉ fazına dönüşmemiş olmasından ötürü ötektoid ayrışma bölgesine kadarki γ_1 -Al₄Cu₉ fazının içeriği aynı seviyededir. Bu bulgu da tavlama işleminin yeterli süre ve sıcaklıkta olduğunu destekler niteliktedir. Ötektoid ayrışma görülen bölge bu numunede 5 µm ile sınırlı kalmış olduğu görülmektedir.



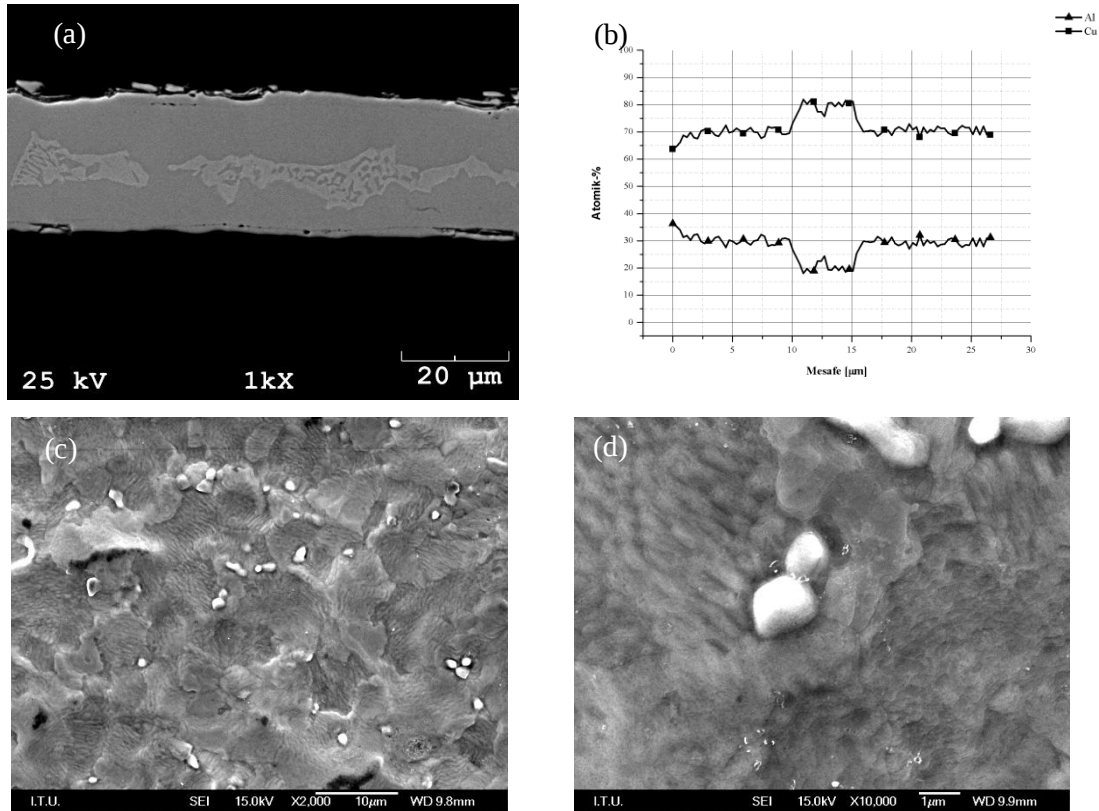
Şekil 9.9 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil 9.10 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.



Şekil 9.11 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil 9.12 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.

Yüzey bölgelerde mevcut olan tanımlanamamış oluşum miktarının söz konusu numunede azalma eğiliminde olduğu görülmüştür.

9.4 40 A, -50/-300 V, 110 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması

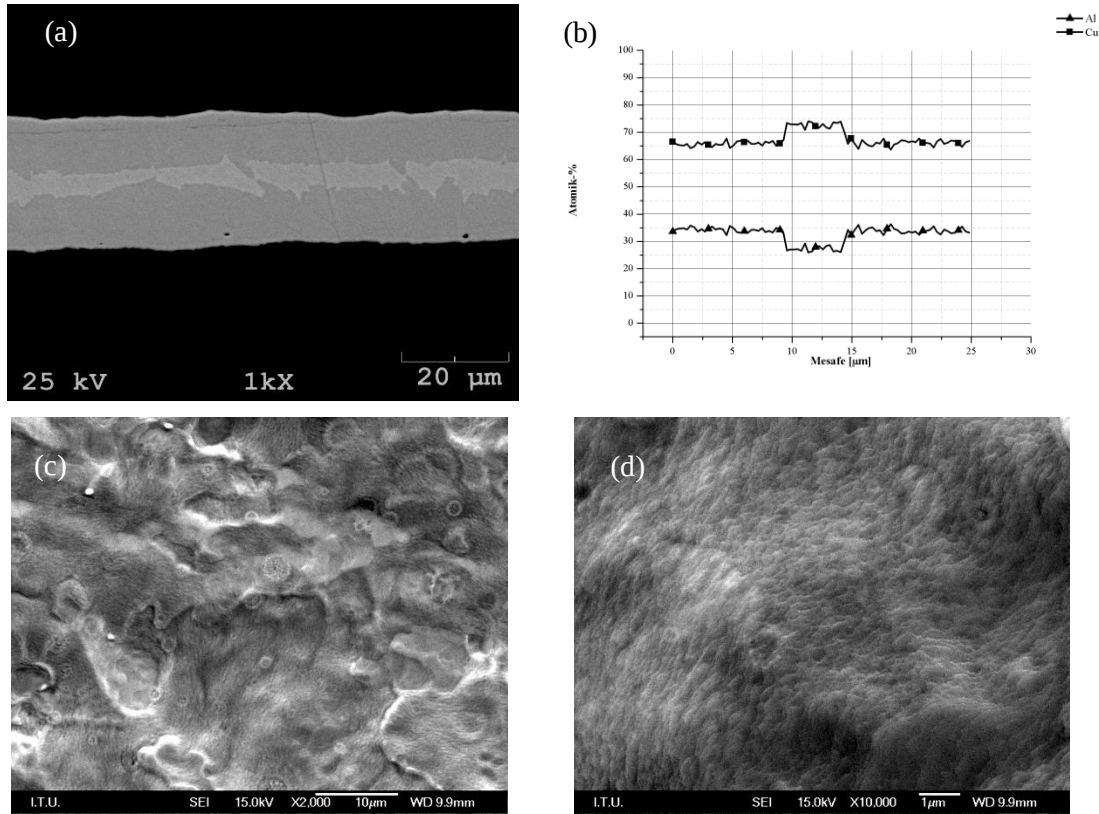
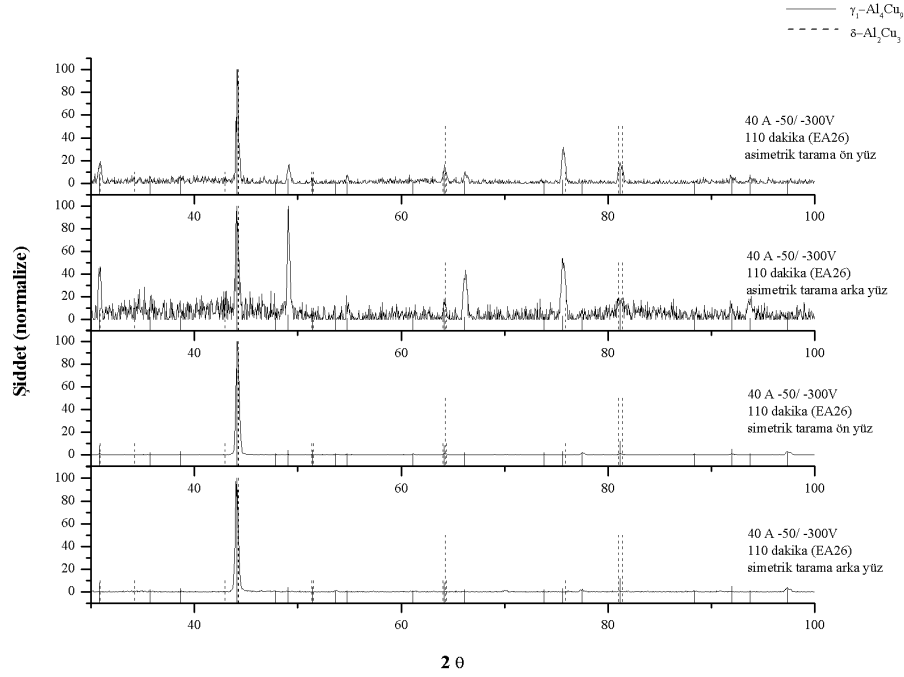
110 dakika süresince kaplama/ bombardıman işlemi gören numune ile çalışmaya devam edilmiştir. Şekil 9.13 ve Şekil A.3.9 'da sunulan asimetrik ve simetrik olarak taranmış x-ışını tayfları incelendiğinde; numunenin bir yüzeyindeki kristallenmenin daha zayıf olduğu göze çarpmaktadır. Yapı içinden alınan bilgilerde ise eşit miktarda alüminyum içeriği ve iyi bir kristallenme olduğu söylenebilir.

δ -Al₂Cu₃ fazı, γ_1 -Al₄Cu₉ fazının kübik yapısından çarpılmış bir rombohedral polimorfu olarak tanımlanmaktadır [22, 75, 76]. Farklı kristal yapılarda olmalarına rağmen hemen hemen aynı açılarda x-ışını difraksiyonları oluşturmaktadırlar. Söz konusu iki fazın birbirinden ayrılması ve yapı içerisindeki varlıklarının ortaya konulabilmesi için Çizelge 9.5' de detayı verilen hususlar göz önünde bulundurulmuştur.

Çizelge 9.5 : γ_1 -Al₄Cu₉ ve δ -Al₂Cu₃ fazlarının difraksiyon açıları, ilgili düzlemleri ve bağıl şiddetleri.

	Açı °		Düzlem	
	γ_1 -Al ₄ Cu ₉	δ -Al ₂ Cu ₃	γ_1 -Al ₄ Cu ₉	δ -Al ₂ Cu ₃
%100 pikleri	44,122	44,106	330	306
		44,201		324
		44,272		330
%50 pikleri	-	64,263	-	606
		81,023		3012
		81,405		814
γ_1 -Al ₄ Cu ₉ süperlatis pikleri	10% altında şiddete sahip olan çok sayıda pikler			
δ -Al ₂ Cu ₃ ayrımcı pikleri	20: 51,353 ve 51,533			
	20: 64,016, 64,263 ve 64,378			

Yüzeyden bilgi veren asimetrik x-ışını tayfları Çizelge 9.5' deki ayrıntılar göz önünde bulundurularak incelendiğinde yüzeyde her iki fazında mevcut olduğu sonucuna varılmaktadır. Ek olarak difraksiyon piklerindeki kaymaların seviyelerindeki farklılıklar yüzeylerin faz içerikleri arasında fark olduğuna işaret etmektedir (Şekil A.3.9).

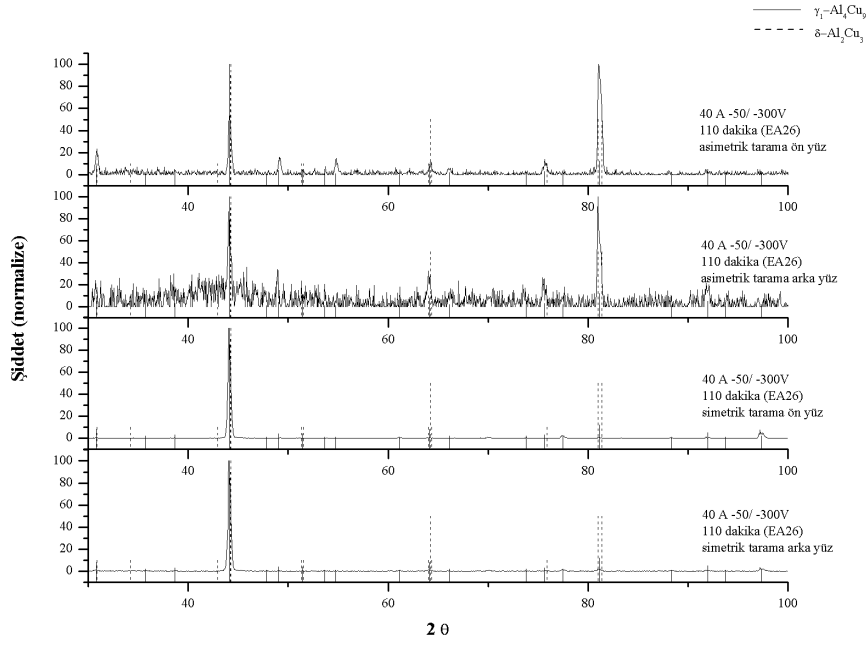


Yapının iç kesimlerinde ise γ_1 -Al₄Cu₉ fazının egemen olduğu görülmektedir. Simetrik taranan x-ışını tayflarında, x-ışınlarının nüfuziyet derinliği belirli bir derinliğe kadar olması sebebi ile yarı-kararlı β_1 -AlCu₃ fazı ya da farklı fazların varlığı hakkında daha net bilgiler için kesitten inceleme ile devam edilmiştir. Şekil 9.14' daki kesit SEM çalışmalarında görülebileceği gibi, yapı derinlik boyunca hemen hemen aynı alüminyum içeriğine sahiptir ve β_1 -AlCu₃ fazına rastlanmamıştır. Numune bu hali ile yüksek oran da γ_1 -Al₄Cu₉ fazından oluşmaktadır.

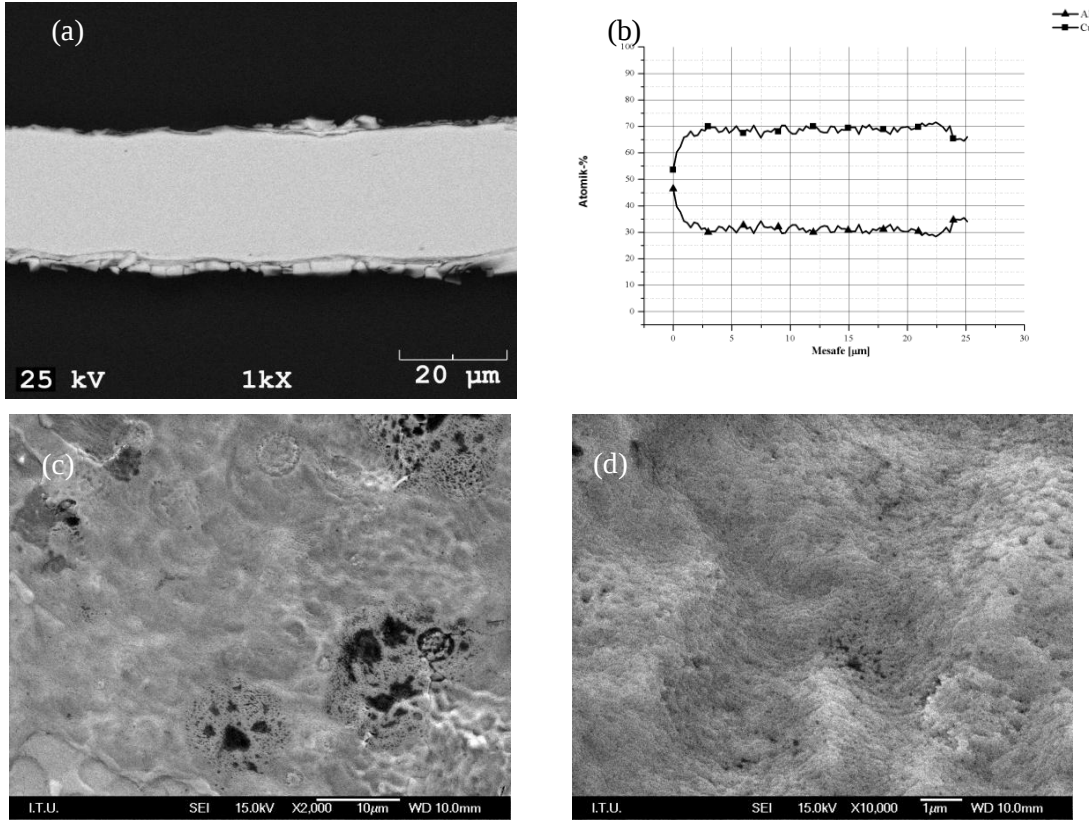
Homojeniteyi arttırmak maksadı ile 6 saat süresince 700 °C 'de tavlama ve kontrollü soğutma işlemi uygulanmıştır. Isıl işlem sonrasında taranan ve Şekil 9.15 ve Şekil A.3.10 'de sunulan simetrik x-ışını tayflarında, γ_1 -Al₄Cu₉ fazı tek faz olarak indekslenmiştir. Bu noktada yüzey bölgelerinden alınan bilgilerin gürültü seviyeleri, pik şiddetleri ve genişlikleri dikkat çekmiştir. Yüzeyden alınan difraksiyonların gerçek şiddetleri çok düşük seviyelerdedir. Yüzey bölgelerindeki daha fazla olan alüminyum içeriğinin, tavlama ile yapı içlerine doğru difüzyonu sonucu yüzey kesimlerde faz dönüşümüne denk gelen bir noktada kalındığını sonucuna varılmıştır. Bu durum yapının amorf gibi görünüyor olmasına neden olmuştur. Şekil 9.16 'daki SEM ile alınan kesit boyunca elementel analiz verileri bu durumu destekler niteliktedir. Şekil 9.16 'daki kesitten BSE görüntüsünde herhangi bir görsel zıtlık farkı görülmemektedir. Derinlik boyunca çizgisel elementel analiz verilene göre yapı at-30% ila at-32% alüminyum içeriğindedir.

Yüzeyden tavlama öncesi alınan görüntülere göre plaka büyüme morfolojisinin kaybolmaya başladığı görülmektedir. Bu durum yüzey bölgelerdeki δ -Al₂Cu₃ varlığı ortaya koymak açısından ek bir bulgu olarak değerlendirilmiştir.

Öte yandan önceki bölümlerde belirtilen daha az süreli işlemlerde yine yüzey de β_1 -AlCu₃ ve γ_1 -Al₄Cu₉ fazları ile birlikte ortaya çıkmaya başladığı düşünülen küresel morfolojili oluşumlar da kaybolmuştur.



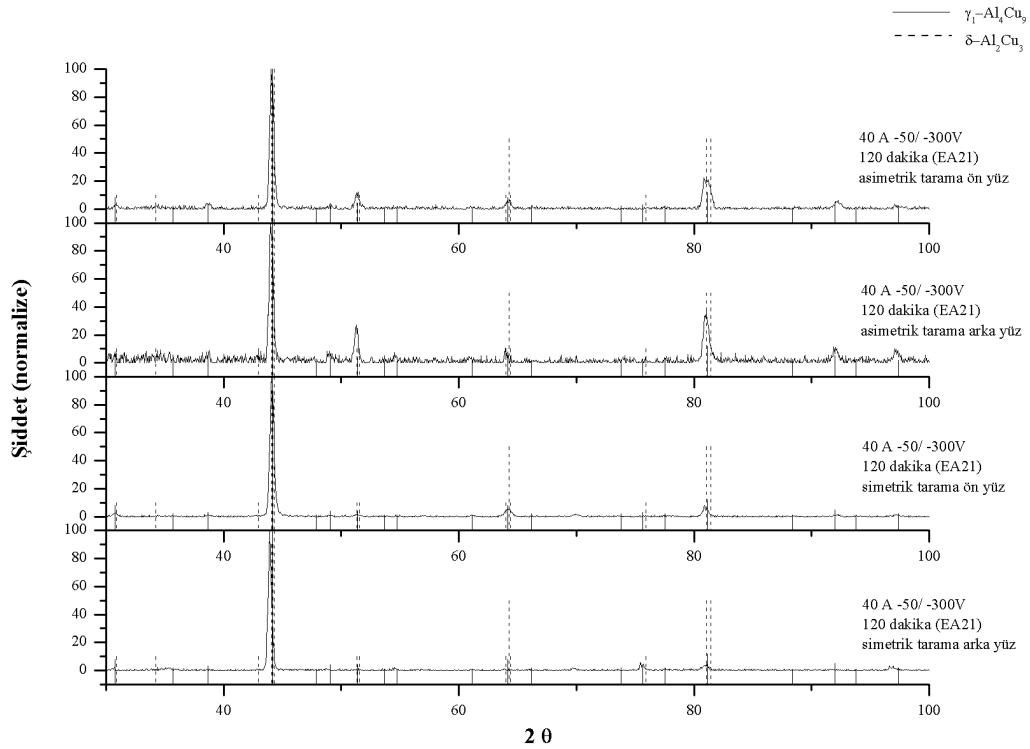
Şekil 9.15 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 110 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil 9.16 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 110 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.

9.5 40 A, -50/-300 V, 120 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm' lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5' er Dakikalık Sürelerle Uygulanması

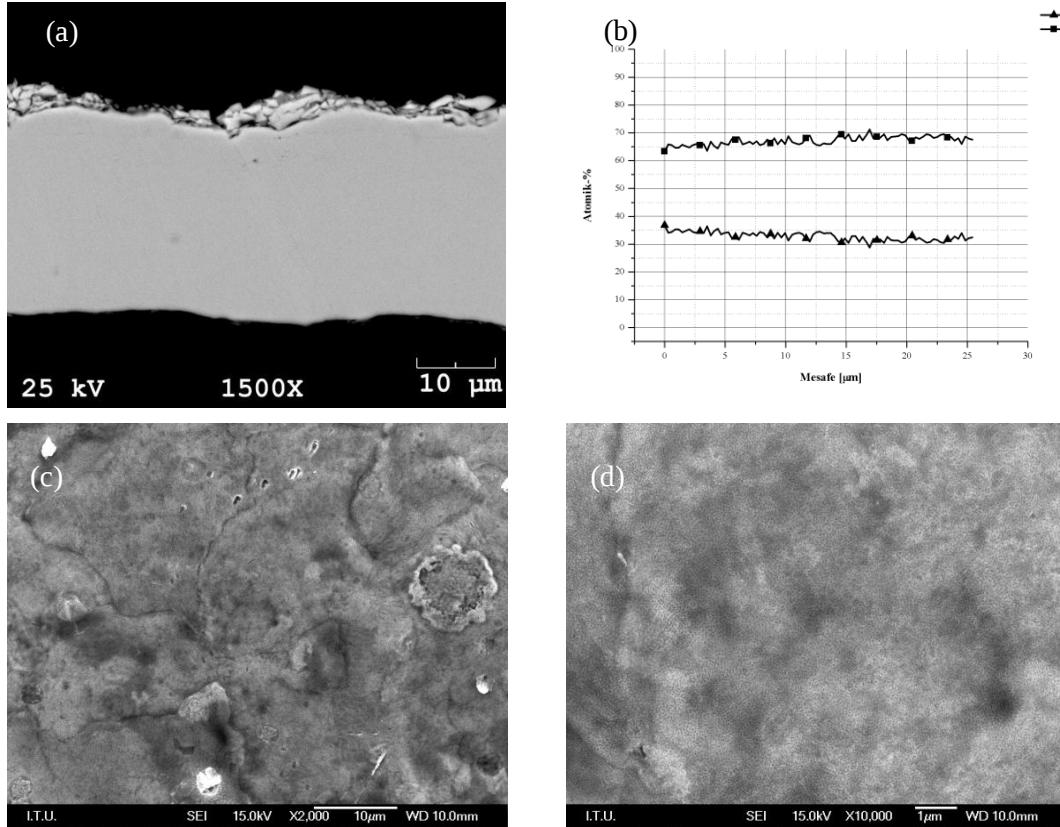
Kaplama/ bombardıman işlem süresi uzatılarak alüminyumca daha zengin fazların oluşturulması amacı ile çalışmaya 120 dakika işlem süresi gören numune hazırlanarak devam edilmiştir. İşlem sonrası numune yüzeylerinin alüminyum içerikleri arasında at-3% fark olduğu tespit edilmiştir. Şekil 9.17 ve Şekil A.3.11 'de görülen asimetrik x-ışını tayfları incelendiğinde, alüminyum içeriği farkından dolayı önyüzde 2θ : 64,26 ° ve 81,02° / 81,40° 'lerdeki piklerin şiddetlendiği görülebilmektedir. Bu pikler δ -Al₂Cu₃ fazının sırası ile {606}, {3012}/{814} düzlemlerinden difrakte olan ve referans kartında bağlı %50 şiddeti olan piklerdir. Bununla birlikte γ ₁-Al₄Cu₉ fazı yüzey merkezli kübik yapısına ait süper kafes difraksiyonlarının da görülmemeye başladığı belirtilebilir.



Şekil 9.17 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

Numune kesitlerinin genelinden alınan elementel analiz ile 100 ve 110 dakika işlem gören numunenin alüminyum içeriğine göre sırası ile at-8% ve at-3% artış yönünde artış tespit edilmiştir. Kesitten yapılan SEM incelemelerinde ise geri saçılan elektron görüntüsünde herhangi bir faz farklılığına işaret eden görsel karışıklık görülmemiştir

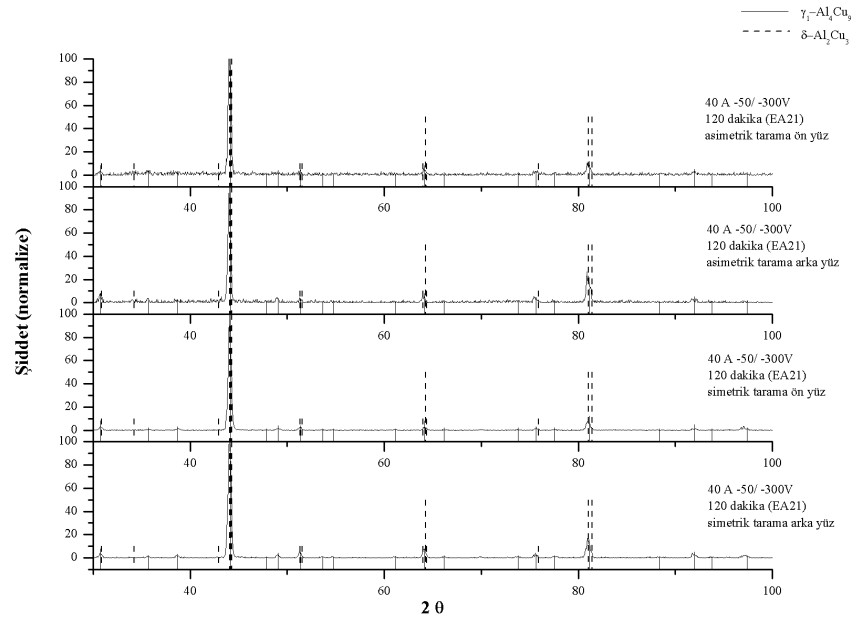
(Şekil 9.18). Bu durumun nedeni olarak her $\delta\text{-Al}_2\text{Cu}_3$ ve $\gamma_1\text{-Al}_4\text{Cu}_9$ fazlarının kompozisyonel olarak çok yakın değerlere sahip olmaları ve kafes parametrelerinin de neredeyse aynı olmasından kaynaklandığı şeklinde değerlendirilmiştir. Yüzey görüntülerinde ise artan alüminyum içeriğine bağlı olarak morfolojideki farklılaşmanın değişmeye devam ettiği görülmüştür. $\gamma_1\text{-Al}_4\text{Cu}_9$ yapısının karakteristik plaka şeklindeki büyümesine bu numunede de rastlanmamıştır.



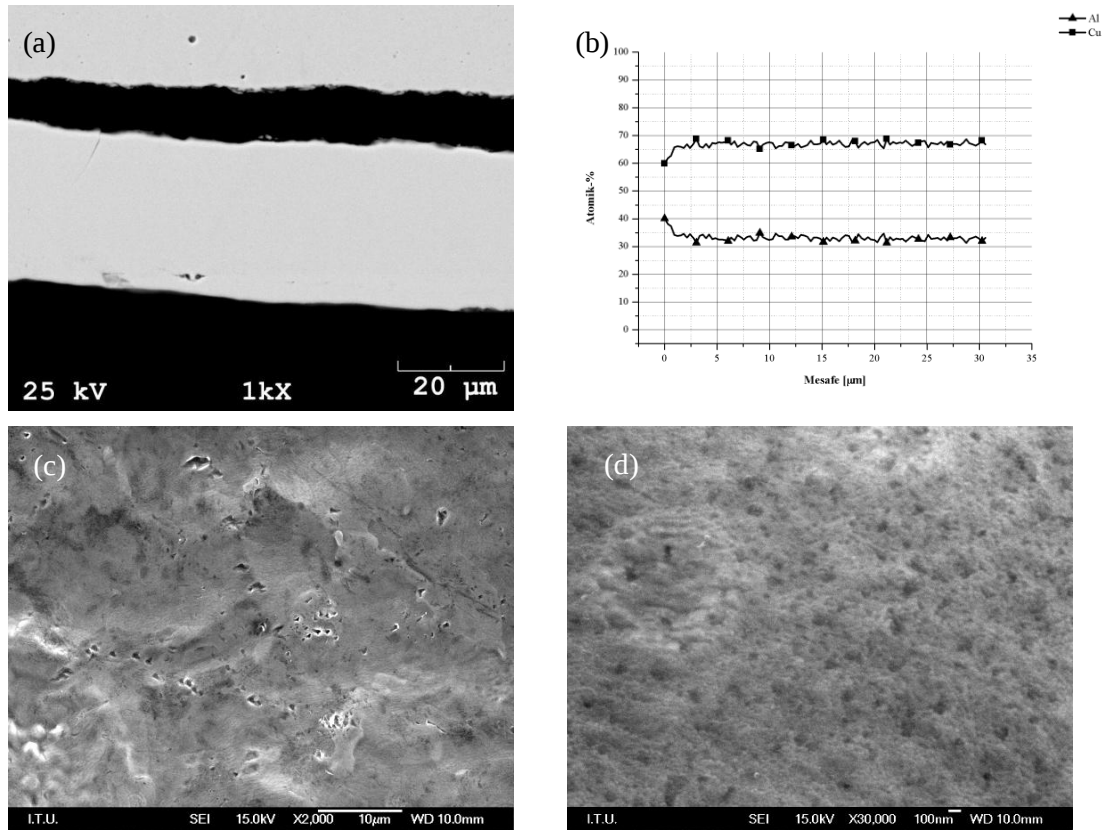
Şekil 9.18 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.

Yüzeyden alınan yüksek büyütmelerdeki mikrograflarda dikkati çeken bir oluşum görülmektedir. Şekil A.3.12' de görüleceği üzere yapı nanometre mertebesinde $\delta\text{-Al}_2\text{Cu}_3$ ve $\gamma_1\text{-Al}_4\text{Cu}_9$ spinodal ayrışma göstermiştir. Spinodal ayrışma kaplama/ bombardıman işlemi esnasındaki ısıl yüklemeler sebebi ile meydana gelmiş olabileceği değerlendirilmiştir [8, 77].

Homojenizasyon için uygulanan tavlama işleminin ardından taranan x-ışını difraksiyon tayflarına göre yapının $\gamma_1\text{-Al}_4\text{Cu}_9$ ve $\delta\text{-Al}_2\text{Cu}_3$ çift faz bölgesinde olduğu değerlendirilmiştir (Şekil 9.19 ve Şekil A.3.13). Şekil 6.20 'de görülen kesit



Şekil 9.19 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil 9.20 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.

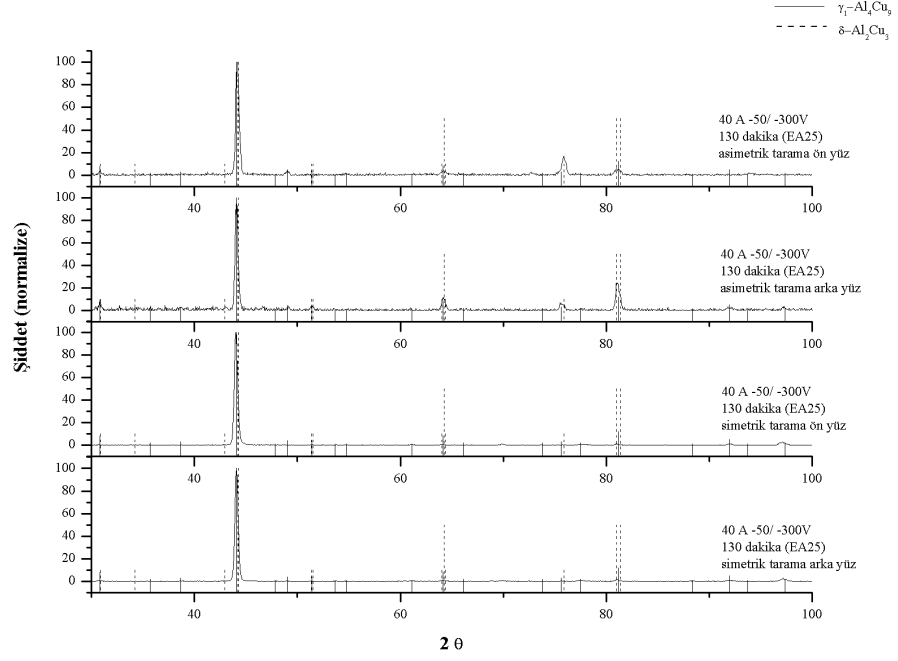
görüntülerinde de herhangi bir faz karışıklığı yakalanamamıştır. Yukarıda belirtilen spinodal ayrışma tavlama sonrasında görülmemiştir. Bu durum 700 °C’ de uygulanan tavlama işleminin ϵ_2 -Al₂Cu₃ ve γ_1 -Al₄Cu₉ faz bölgesine çıkartıp ardından peritektoid ayrışma ile δ -Al₂Cu₃ ve γ_1 -Al₄Cu₉ faz bölgesine dönülmesinden kaynaklanmıştır.

9.6 40 A, -50/-300 V, 130 dak. İşlem Parametrelerinin 25 µm’ lik Taban Malzemenin Her İki Yüzeyine 5’ er Dakikalık Sürelerle Uygulanması

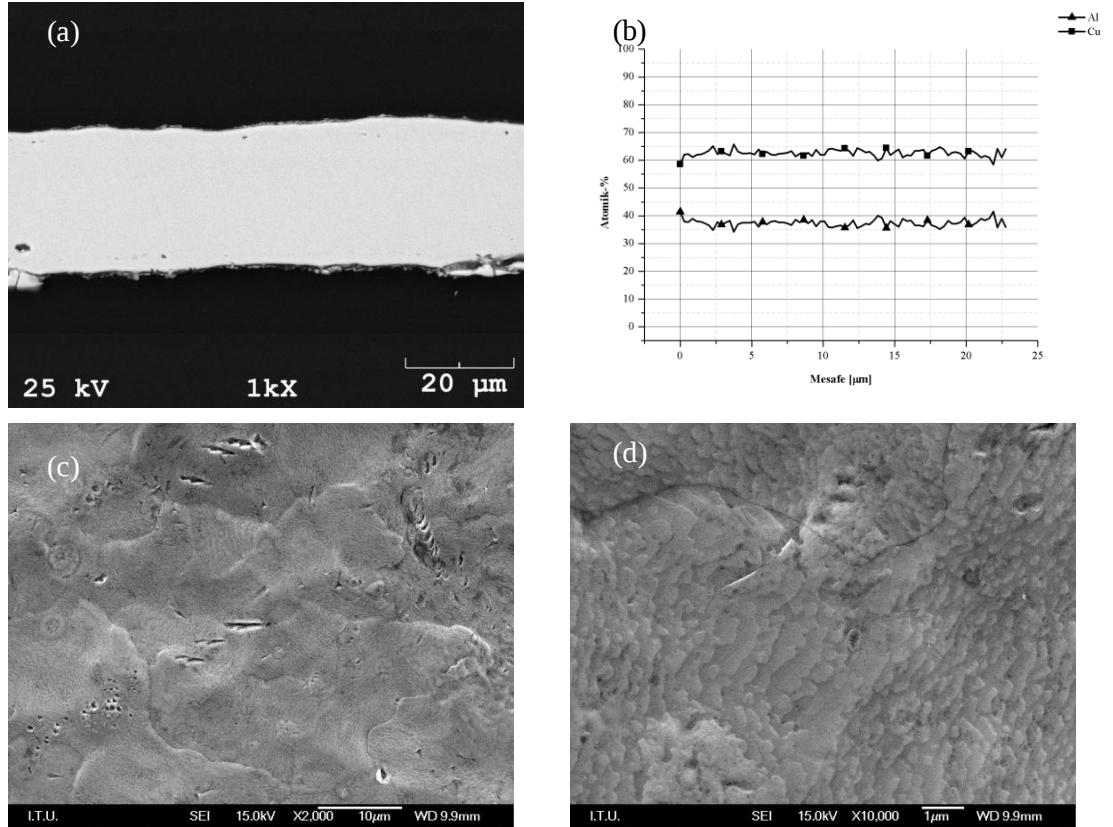
Çalışmaya 130 dakika süresince kaplama/ bombardıman işlemi gören numune hazırlanarak devam edilmiştir. İşlem sonrası numune yüzeylerinin alüminyum içerikleri arasında 120 dakika işlem gören numuneye göre at-4% fark olduğu tespit edilmiştir. Şekil 9.21 ve Şekil Ek A.3.14 ’de görülen asimetrik x-ışını tayfları incelendiğinde, alüminyum içeriği farkından dolayı önyüzde 2 θ : 64,26° ve 81,02° / 81,40° ’lerdeki piklerin şiddetlendiği görülebilmektedir. Bu pikler δ -Al₂Cu₃ fazının sırası ile {606}, {3012}/{814} düzlemlerinden difrakte olan ve referans kartında bağlı %50 şiddeti olan pikler olduğu belirtilmişti. Bununla birlikte γ_1 -Al₄Cu₉ fazı yüzey merkezli kübik yapısına ait süper kafes difraksiyonlarının da görülmemeye başladığı belirtilebilir.

Kesitten yapılan SEM incelemelerinde ise geri saçılan elektron görüntüsünde herhangi bir faz farklılığına işaret eden görsel karışıklık görülmemiştir (Şekil 9.22). Yüzey görüntülerinde ise artan alüminyum içeriğine bağlı olarak morfolojide plaka şeklinde büyüme karakterinin başladığı görülmektedir. Alüminyumca daha zengin olan yüzey bölgelerinde süper-kafes yapısına sahip fazlarının yüzeyde oluşmaya başladığına işaret olduğu düşünülmektedir. Asimetrik geometride taranan x-ışını tayflarında piklerin süper kafes dizilimli olarak ζ -Al₃Cu₄ intermetaliklerine ait referans piklerinin bulunduğu daha yüksek açılara kaymaya başlaması ile de desteklenmektedir.

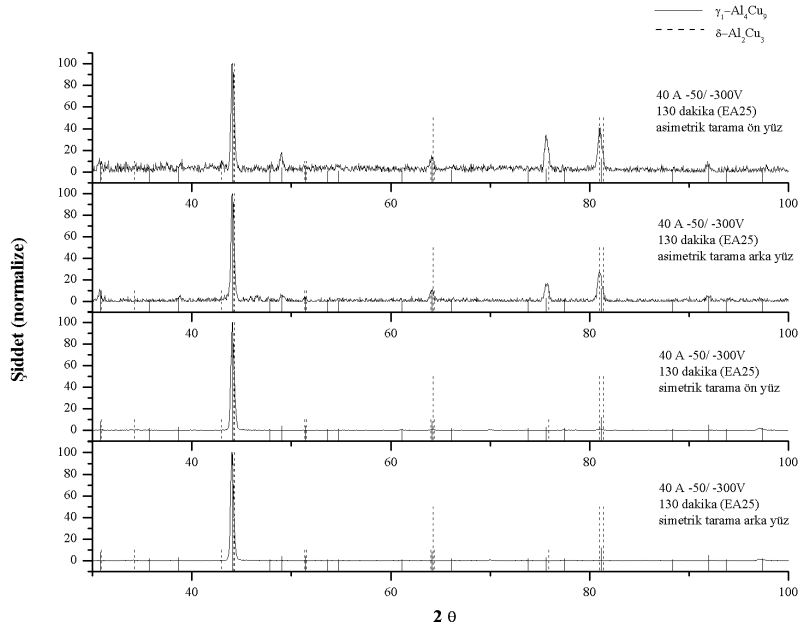
Homojenizasyon için uygulanan tavlama işleminin ardından taranan x-ışını difraksiyon tayflarına göre yapının ağırlıklı olarak δ -Al₂Cu₃ fazı içeriğinde olduğu belirlenmiştir (Şekil 9.23 ve Şekil A.3.15).



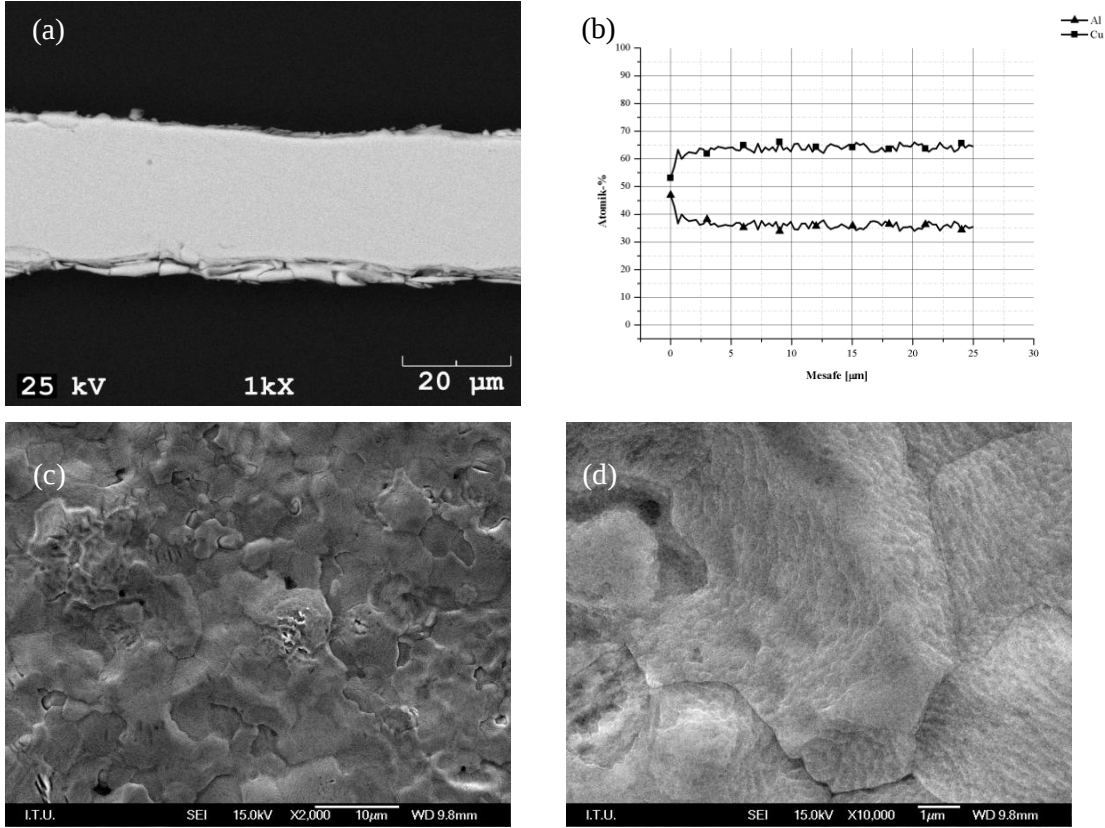
Şekil 9.21 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil 9.22 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.



Şekil 9.23 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil 9.24 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.

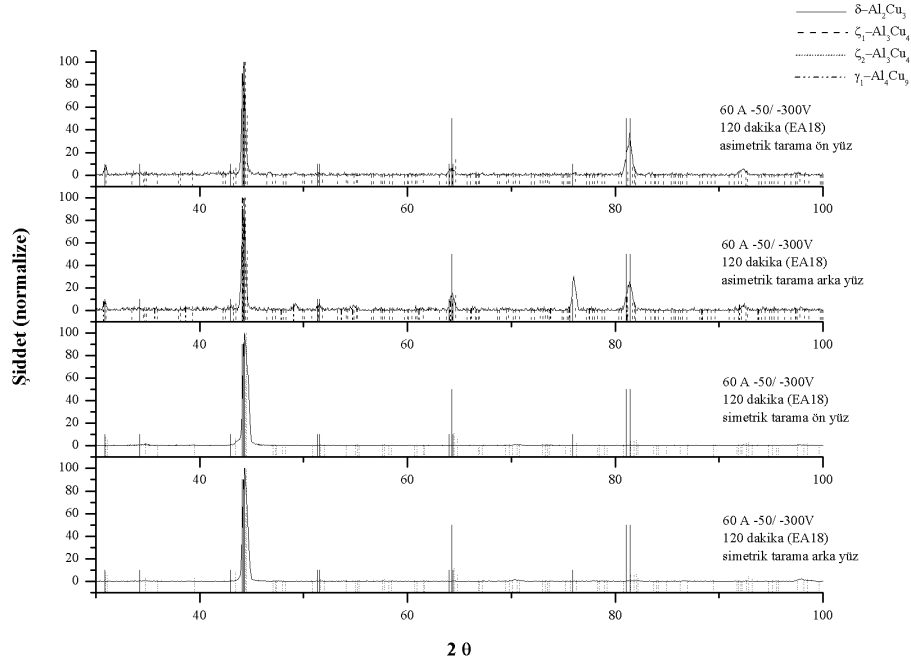
10. 60 A, -50/-300 V, 120 DAK. İŞLEM PARAMETRELERİNİN 25 µm' lik SABİT TABAN MALZEMELEYE HER İKİ YÜZEYİNDEN UYGULANMASI

Bu grup çalışmasında 25 µm bakır folyo taban malzeme olarak kullanılmıştır. 60 sn süresince -50 V bias voltajı yardımı ile kaplanan alüminyum, 6 saniye süresince -300 V bias voltajı yardımı ile bombardıman edilerek bakır folyoya alaşımlanmaya çalışılmıştır. Katot akımı önceki bölümlere göre 60 A 'e arttırılarak 120 dakika süresince uygulanan kaplama/ bombardıman işlemi sonucunda, daha da yüksek alüminyum içeriği elde edilmeye çalışılmıştır. Taban malzemenin bir tarafına uygulanan kaplama/ bombardıman tekrarlı işlemi 5 dakika süresince uygulandıktan sonra diğer tarafına da aynı işlem uygulanmıştır. Çizelge 10.1 'de toplam biriktirme, bombardıman ve döngü adetleri belirtilmiştir. Taban malzemeye ne kadar yayınma olduğu, hangi fazların oluştuğu tespit edilmeye çalışılmıştır.

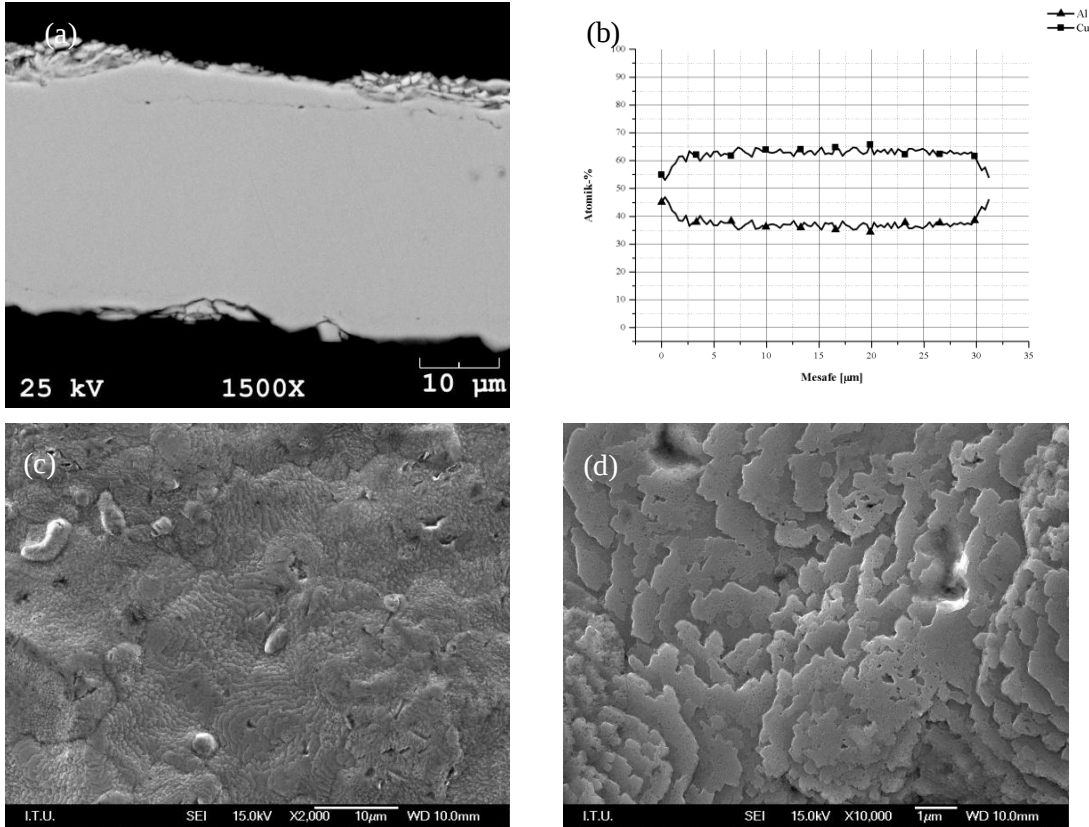
Çizelge 10.1 : 60 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonucu 25 µm' lik sabit (5 dakikada bir diğer yüz) folyoya toplam biriktirme ve bombardıman süreleri.

Numune Kodu	Toplam biriktirme [dak]	Toplam bombardıman [dak]	Toplam döngü [adet]	Toplam işlem [dak]
EA-18	109	11	109	120

Şekil 10.1 ve Şekil A.4.1 'deki ince film ve gonio geometrisindeki x-ışını tayfları ve tayflar incelendiğinde yüzey bölgelerde δ -Al₂Cu₃ ve yüksek sıcaklıkta kararlı olan ζ_1 -Al₃Cu₄ fazlarının mevcut olduğu görülmektedir. Bu durum 80 dakika işlem gören numunede β_1 -AlCu₃ yüksek sıcaklık fazının yarı kararlı olarak yapıda bulunmasına benzer bir karakter göstermektedir. Yapının iç gölgelerinden alınan bilgilere göre ise δ -Al₂Cu₃ ve ζ_2 -Al₃Cu₄ fazlarının mevcut olduğu görülmektedir. Benzer şekilde yapı iç kesimlerinin yüzey bölgelerine daha soğuk olması daha düşük sıcaklıklarda kararlı olan ζ_2 -Al₃Cu₄ fazının oluşumu ile sonuçlanmıştır.



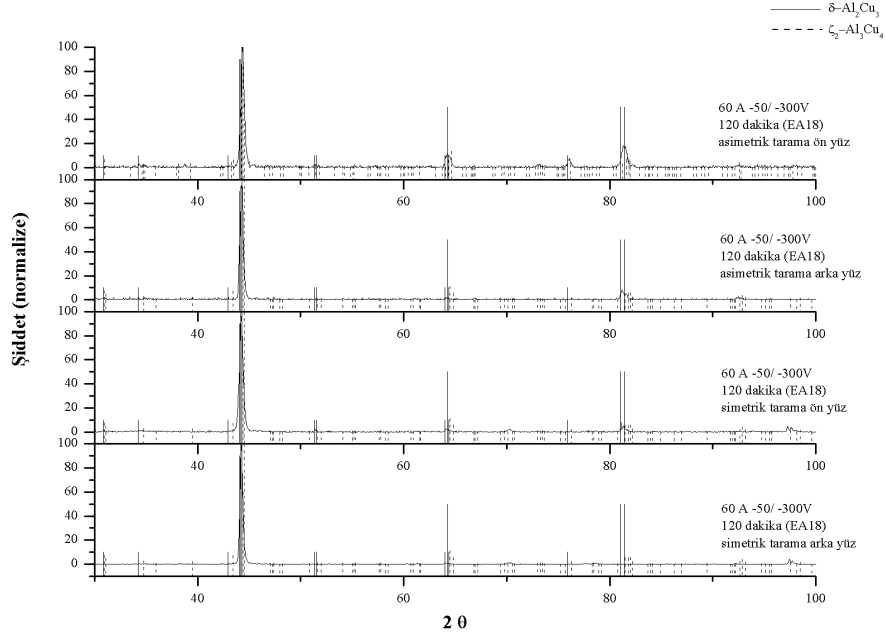
Şekil 10.1 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



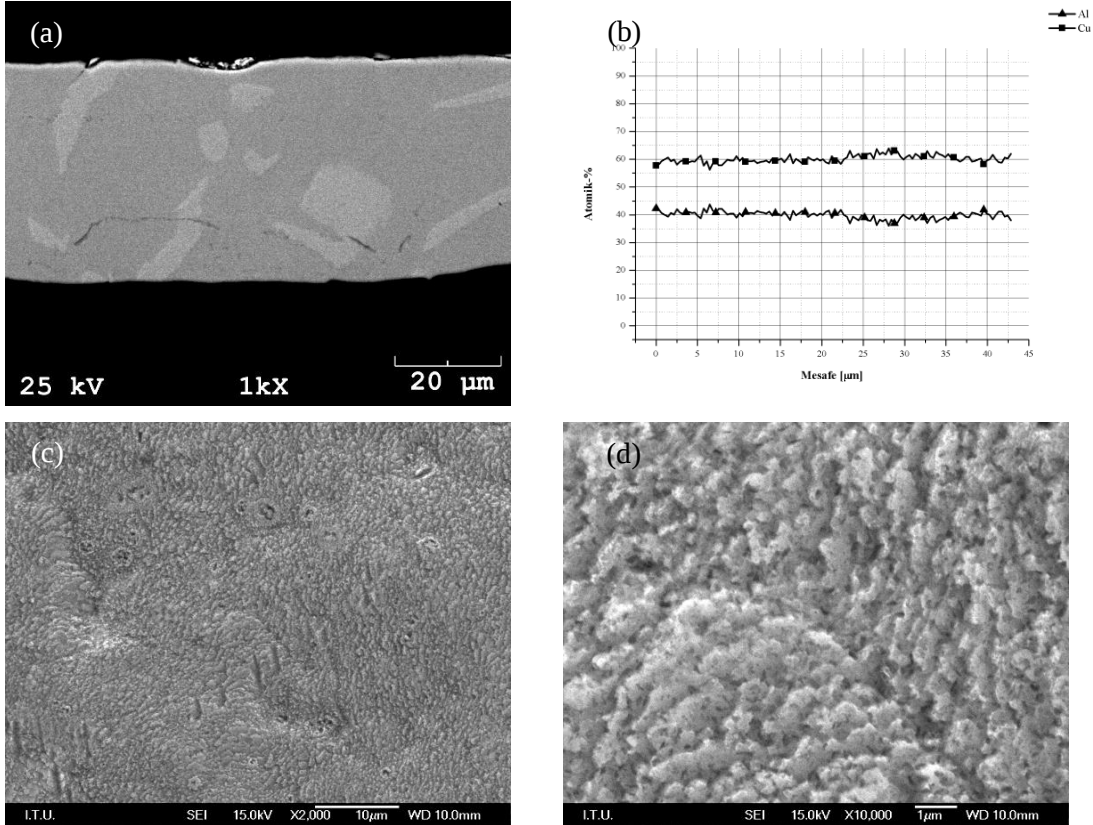
Şekil 10.2 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.

Şekil 10.2 'de sunulan kesitten yapılan incelemelerde ise 40 A ile 120 ve 130 dakika yapılan çalışmaya göre sırası ile at-7% ve at-4% alüminyum artışı olduğu görülmektedir. Alüminyum içeriğine göre de yapının $\delta\text{-Al}_2\text{Cu}_3/\gamma_1\text{-Al}_4\text{Cu}_9$ faz bölgesinde olması gerekmektedir. Ancak yarı-kantitatif olarak yapılan elementel analizde bu tip farklılıkların olması da beklenmelidir [9, 50]. Yüzey görüntüleri incelendiğinde $\gamma_1\text{-Al}_4\text{Cu}_9$ fazına benzer şekilde tabakalaşmış büyüme morfolojisi tekrar göze çarpmaktadır. Bu morfolojinin süperlatis $\zeta\text{-Al}_3\text{Cu}_4$ fazlarına ait olduğu değerlendirilmektedir.

Yukarıda belirtilen yapı heterojenliğini almak amacı ile daha önce ayrıntıları belirtilen tavlama işlemi uygulanmıştır. Şekil 10.3 ve Şekil A.4.2 'de sunulan x-ışını tayflarında görüldüğü üzere yapı yüzeyi ve iç bölgelerinde $\delta\text{-Al}_2\text{Cu}_3$ ve $\zeta_2\text{-Al}_3\text{Cu}_4$ fazlarının mevcut olduğu görülebilmektedir. Bu bilgilerin doğruluğunu teyit etmek amacı ile SEM ile kesit çalışmaları yapılmıştır. Şekil 10.4 (b) 'de sunulan kesit boyunca çizgisel analiz verilerine göre yapının yukarıda belirtildiği gibi $\delta\text{-Al}_2\text{Cu}_3$ fazı egemen kılacak kompozisyonunda olduğu görülmektedir. Ancak yüzeyden yapılan elementel analizlerin at-45% Al içermesi ve kesit BSE görüntüsündeki daha koyu olarak kendini gösteren fazın miktarına bakıldığında aslında tam tersi bir durum olduğu görülmektedir. Dolayısı ile yarı-kantitatif olan EDS yöntemi ile elementel içerik bilgilerinin yeterince doğru veriler olmadığı ve Cu zengin değerler verdiği görülmektedir. Bu bakış açısı ile yapının ağırlıklı olarak $\zeta_2\text{-Al}_3\text{Cu}_4$ ve daha az miktarda $\delta\text{-Al}_2\text{Cu}_3$ fazlarından oluştuğu sonucuna varılmıştır.



Şekil 10.3 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil 10.4 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700°C tavlama sonrası (a) kesitten BSE görüntüsü, (b) kesitten çizgisel elementel analizi, (c) ve (d) SEI yüzey görüntüleri.

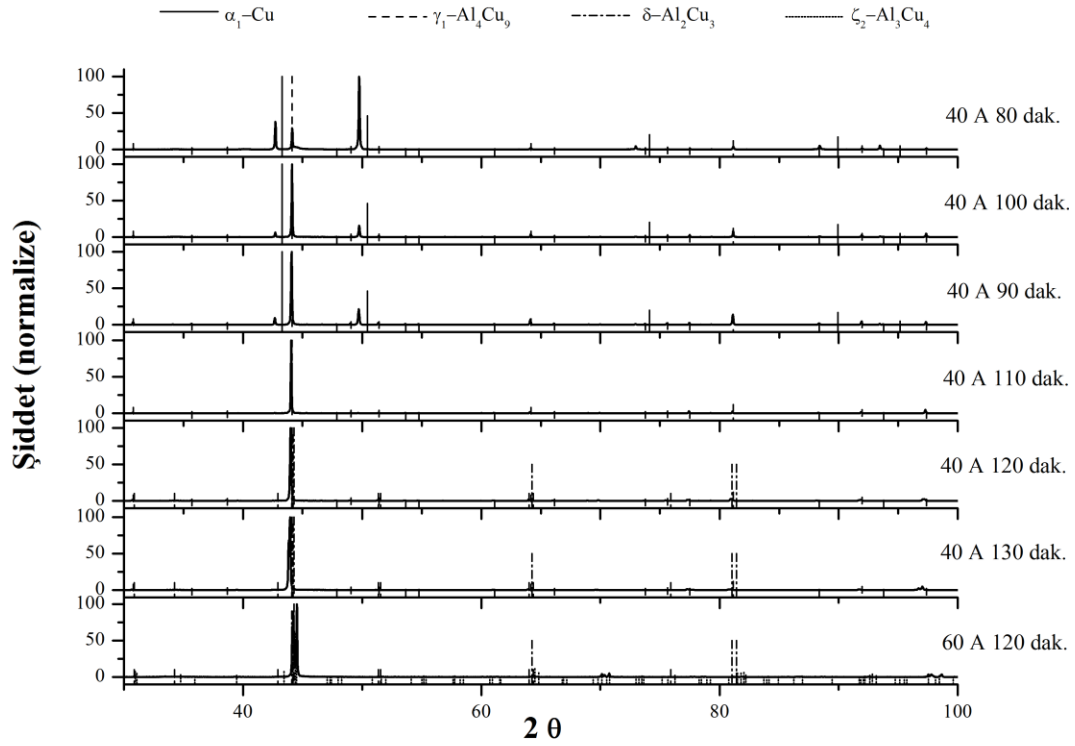
11. 24 SAAT 700 °C TAVLAMA SONRASI FAZ TAYİNLERİ

Bu çalışmada 25 µm’lik bakır folyolar üzerine 60 sn süresince -50 V bias voltajı yardımı ile kaplanan ve 6 saniye süresince -300 V bias voltajı yardımı ile bombardıman edilerek alüminyum alaşımlama yapılan bölüm 9 ve 10’ da sunulan numunelerinin daha uzun tavlama işlemi ile homojenizasyon seviyelerinin daha da artırılması amaçlanmıştır. Çizelge 11.1’ de görüleceği üzere 40 ve 60 A katot akımları kullanılarak işlenen numuneler kullanılmıştır.

Çizelge 11.1 : 24 saat 700 °C homojenizasyon tavlama işlemine tabi olan numuneler.

No.	Katot	Taban Malzeme	Katot Akımı	Kaplama parametreleri	Yayındırma parametreleri	Basınç	Ar akışı	Süre
EA-23	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	80 dak
EA-24	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	90 dak
EA-22	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	100 dak
EA-26	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	110 dak
EA-21	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	120 dak
EA-25	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	40 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	25 sccm	130 dak
EA-18	Al	Cu - 25 µm Döndürme 0.5 tur /5 dk	60 A	50 V x 60 sn	300 V x 6 sn	4x10 ⁻⁴ torr	30 sccm	120 dak

Bu grup çalışmasında elde edilen sonuçlar önceki bölümlerde detayları verilen (6 saat süresince 700 °C’ de) yapılan homojenizasyon çalışmalarında elde edilen sonuçlarla karşılaştırıldığında difraksiyon piklerinin çok daha iyi seviyelerde keskin ve karakteristik özellikler gösterdiği göze çarpmaktadır. Bu grup çalışmasında kullanılan x-ışını difraksiyon cihazının farklı olduğu ve yalnızca simetrik geometride çalışabilen bir model olduğu önemli bir fark olarak belirtilmelidir. Dolayısı ile bu bölümdeki sonuçların önceki bölümler sunulan bulgulardan simetrik geometride elde edilen sonuçlarla karşılaştırılmasında fayda bulunmaktadır.



Şekil 11.1 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyoların 40 ve 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80-130 dak işlem parametreleri ve 24 saat 700 °C tavlama sonrası simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

Şekil 11.1, Ek A.5.1 ve A.5.2.' de sunulan x-ışını difraksiyon tayflarında görüldüğü üzere 24 saat süresince yapılan tavlama işlemi homojenizasyonu daha da üst seviyelere çektiği görülmektedir. Ek A.5.1' deki detay görünüm incelendiğinde 40 A, 80 ila 100 dakika işlem gören numunelerde çift faz bulunmasından ötürü difraksiyon açılarının ilgi fazların referans kartlarında belirtilen difraksiyon açılarında olduğu görülmektedir.

40 A, 110 ve 120 dakika işlem gören numunelerin tavlama işlemi ardından ise tek faz γ_1 -Al₄Cu₉ fazına ait piklerin daha düşük açılara kaymış olduğu görülmektedir. İşlem süresinin artması ile artan toplam alüminyum içeriği γ_1 -Al₄Cu₉ çözünürlük sınırları içerisinde daha büyük düzlemler arası mesafe yaratmış ve bu durum da difraksiyon piklerine yansımıştır. Dolayısı ile 100 dakika işlem gören numune de α_1 -Cu piklerinin çok düşük seviyelerde olduğu dikkate alındığında toplamda 3 farklı kompozisyona sahip γ_1 -Al₄Cu₉ fazının elde edildiği belirtilebilir. Bu bulgunun desteklenmesi amacı ile Ek A.5.2' de sunulan difraksiyon tayflarının bağlı % 5 şiddetlik kesimi incelendiğinde γ_1 -Al₄Cu₉ fazına ait olan süperlatis piklerinin

gelişimi açık bir şekilde görülebilmektedir. Yapı içeriğindeki alüminyum miktarının artışına bağlı olarak süperlatis pik şiddetlerinin de artıp azaldığı görülebilmektedir.

40 A, 130 ile 60 A 120 dakika işlem görmüş olan numunelerin birlikte karşılaştırılması yapıldığında ise 130 dakika işlem gören numunenin benzer şekilde δ -Al₂Cu₃ ait olan piklerinin çözünürlük sınırları içerisinde olan yüksek alüminyum içeriğinde kaynaklandığı sonucuna varılmaktadır. 120 dakika işlem gören numundeki durumda ise çift faz bölgesinde olduğundan ζ_2 -Al₃Cu₄/ δ -Al₂Cu₃ ait olan piklerin referans kartlarında belirtilen açılarda oldukları görülmektedir. Benzer şekilde sistemdeki diğer bir süperlatis simetrisi gösteren ζ_2 -Al₃Cu₄ fazına ait pikler bağlı %5 şiddet kesiminde incelendiğinde de 60 A 130 dakika işlem görmüş olan numunedeki süperlatis difraksiyonları göze çarpmaktadır.

Sonuç olarak 24 saat 700 °C’ de yapılan ek homojenizasyon tavlama işleminin numunelerin homojenitesinin en üst seviyeye çıkarttığı görülmektedir. Bu bilgiler ışığında; KA-FBB tekniği ile kaplama/ bombardıman yöntemi kullanılarak 25 µm kalınlığa sahip, 2 adet ötektoid altı α_1 -Cu/ γ_1 -Al₄Cu₉, 3 adet farklı kompozisyonlarda saf γ_1 -Al₄Cu₉ intermetaligi, 1 adet yüksek alüminyum içerikli saf δ -Al₂Cu₃ ve 1 adet ζ_2 -Al₃Cu₄/ δ -Al₂Cu₃ çift fazından oluşan kendi kendini taşıyabilen numuneler üretilbildiği sonucuna varılmaktadır.

12. MEKANİK ÖZELLİKLER

Yukarıdaki bölümlerde detayı verilen çalışmalarda alüminyum bakır ikili sistemindeki α_1 -Cu, β -AlCu₃, γ_1 -Al₄Cu₉, δ -Al₂Cu₃, ζ_2 -Al₃Cu₄ fazları elde edilmiştir. Alaşım ve intermetalik fazlara ait mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacı ile kuvvet-batma derinliği prensibine dayalı mikro sertlik yöntemi kullanılmıştır. Numunelerin kesitleri batma ucuna dik konumda olacak şekilde bakalite alınmıştır. Mekanik zımparalama kademelerinin ardından 1 μ m 'lik elmas pasta ile parlatma işlemi uygulanmıştır. 100 mN olarak seçilen son yük 2 mN/sn hız ile yüklenmiş ve boşaltılmıştır.

Çalışmada tavlanmamış olan numunelerden alınan verilere göre bakırca zengin taraftan alüminyum içeriğinin artması ile birlikte sertlik değerlerinde artma eğilimi gözlenmiştir. Literatürde benzer çalışmalar sınırlı olmakla birlikte bu çalışma dahilinde elde edilen sonuçlarla aynı mantığı izlemektedir [38, 44, 45, 67, 78]. Al-Cu denge diyagramındaki Al ve Cu katı eriyiklerden sırası ile bakırca ve alüminyumca zengin fazlara doğru gidildikçe sertlik değerlerinde artış olduğu görülmektedir. Dolayısı ile Al-Cu ikili sistemi içerisinde en sert faz at-50% alüminyum içeren η_1 -AlCu fazıdır [53]. Çizelge 12.1' de bu çalışmada elde edilen numunelerin sonuçları derlenmiştir.

Çizelge 12.1 : 40-60 A, 60 sn -50/ 6 sn -300 V, 110-120 dak işlem parametreleri sonucu 25 μ m' lik sabit (5 dakikada bir diğer yüz) folyoların sertlik değerleri.

İşlem Süresi	Katot Akımı	Mevcut Faz	HV [kg/mm ²]
110	40	γ_1 -Al ₄ Cu ₉ & δ -Al ₂ Cu ₃	680
120	40	γ_1 -Al ₄ Cu ₉ & δ -Al ₂ Cu ₃	750
130	40	δ -Al ₂ Cu ₃ & ζ_2 -Al ₃ Cu ₄	800
120	60	δ -Al ₂ Cu ₃ & ζ_2 -Al ₃ Cu ₄	900

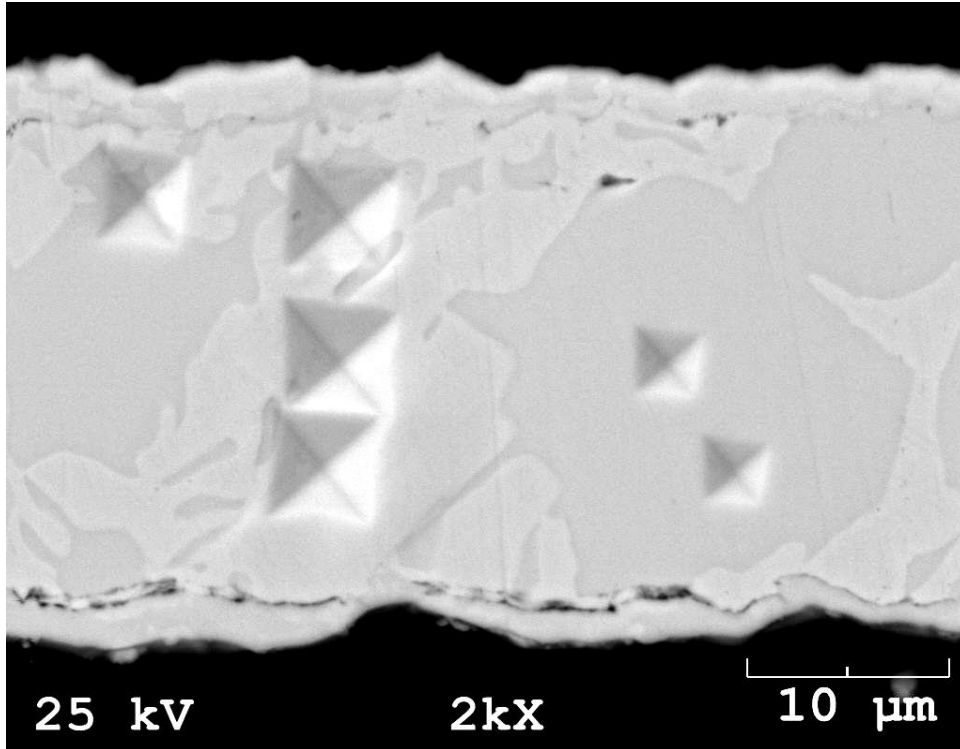
Literatürde bu konudaki çalışmaların kısıtlı olmasının yanısıra elde edilen sonuçlarda tutarsızlıklar olduğu görülebilir. Bu tutarsızlıkların sebebi sertlik çalışmaları yapılan

numunelerde birden fazla fazların mevcut olmasının kaynaklandığı değerlendirilmektedir (Çizelge 12.2). Bu çalışma dahilinde de tavlınmamış durumda

Çizelge 12.2 : Al-Cu ikili sistemindeki alaşım ve intermetaliklerin sertlik verileri ve literatür ile karşılaştırılması [53].

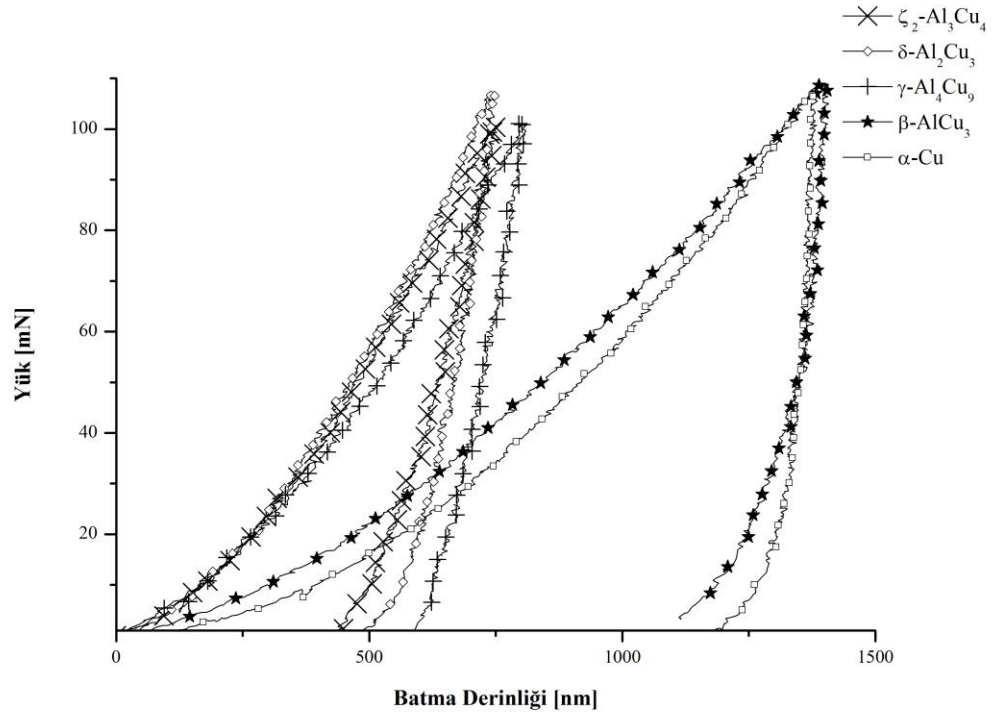
Faz	HK [kg/mm ²] [53 _[7]]	HV [kg/mm ²] [53 _[4]]	HV [kg/mm ²] [53 _[17]]	HV [kg/mm ²] [53]	E [GPa] [53]
α -Cu	--	--	--	--	--
β -AlCu ₃	--	--	--	--	--
γ -Al ₄ Cu ₉	42	35	550	287	45
δ -Al ₂ Cu ₃	60	180	650	557	55
ζ -Al ₃ Cu ₄	636	624	850	852	139

olan numunelerde de benzer şekilde farklı sonuçlar elde edilmiştir. Vakum tavlama işlemlerinin ardından numunelerin faz içerikleri optik ve elektron mikroskopları ile kolayca ayırt edilebilir duruma geldiği önceki bölümde detayları ile aktarılmıştı. Bu sebeple bu çalışmada söz konusu fazların kolaylıkla kendi sertlik değerlerinin ortaya konulması başarılmıştır. Yapılan sertlik çalışmaları sonrasında batma izlerinin hangi fazlara denk geldiğinin belirlenmesi amacı ile ölçümler sonrasında Şekil 12.1’ de ve Şekil A.6.1’ de sunulan SEM BSE görüntüleri alınmıştır. Bu örneklerde ilgili numune içeriğindeki farklı olan iki faza ait sertlik değerlerinin ne şekilde ortaya konulduğunun örnekleri görülebilmektedir.



Şekil 12.1 : α_1 -Cu ve γ_1 -Al₄Cu₉ fazlarından alınan sertlik izlerine ait örnekler.

Şekil 12.1 'de bahsi geçen fazlar yük-mesafe grafik örnekleri Şekil 12.2' de sunulmaktadır. İlk bakışta batma derinliği daha yüksek olan α_1 -Cu ve β -AlCu₃



Şekil 12.2 : Elde edilen fazların yük-batma derinliği grafiklerinden örnekler.

fazlarının sertliklerinin düşük, diğer orta kompozisyonlardaki intermetalik fazların sertliklerinin aynı seviyelerde ve daha yüksek değerlerde oldukları söylenebilir. α_1 -Cu ve β -AlCu₃ fazlarının değerleri dikkate alındığında (Çizelge 12.3, No 1 ve 6), at-20% civarında Al içermesinin de etkisi ile sertlik değeri metalik bakır değeri olan ortalama 100 HV değerinin 2,5 katından fazla olduğu görülmektedir.

6 ve 7 numaralı numunelerde fazların iyi ayrışma gösterdiği görülebilmektedir. Bu durumda α_1 -Cu ve γ_1 -Al₄Cu₉ fazlarına ait sertliklerin sırası ile 295 ± 33 ve 928 ± 69 HV olduğu görülmektedir. Bu numunelerin çift faz sınırları içerisinde oldukları da göz önünde bulundurularak, bu numuneler içeriğindeki fazların değerlerinde bir değişiklik gözlenmemiş sadece toplam γ_1 -Al₄Cu₉ faz içeriğinde değişim gözlenmiştir. Faz bileşenlerinin çok iyi bir şekilde ayrılmamış olduğu ötektoid bölgeden alınan sertlik değeri ise 578 ± 28 HV olduğu görülmektedir.

Sadece γ_1 -Al₄Cu₉ fazı içeriğinde olan 7, 8 ve 9 numaralı numunelerde faz çözünürlük sınırları içerisindeki toplam alüminyum içeriklerine bağlı olarak sırasıyla 928 ± 69 , 970 ± 10 ve 1018 ± 55 HV değerlerinin ölçüldüğü görülmektedir. Toplam

aluminyum içeriğinin artışı ile birlikte söz konusu fazın birim kafesinin genişlediği ve bu durumunda sertlikte artışa sebebiyet verdiği değerlendirilmiştir.

δ -Al₂Cu₃ fazını içeren 10 numaralı numuneden alınan sertlik değerinin ise 1131 ± 45 HV olduğu görülmektedir. Öteyandan δ -Al₂Cu₃ ve ζ_2 -Al₃Cu₄ fazını içeren 11 numaralı numuneden alınan δ -Al₂Cu₃ fazına ait sertlik değerlerinde ise 1047 ± 47 HV olduğu görülmektedir. δ -Al₂Cu₃ fazına ait olan bu her iki sertlik değerlerindeki farklılığın, fazların içerdikleri aluminyumdan kaynaklandığı düşünülmektedir. Tek faz δ -Al₂Cu₃ faz çözünürlük sınırları içerisinde çift fazlı bölgesinde dengede olan δ -Al₂Cu₃' a göre daha fazla aluminyum içermektedir.

ζ_2 -Al₃Cu₄ fazına ait olan 1240 ± 108 HV sertlik değeri ise bu çalışma dahilindeki en yüksek sertlik değeridir. Bu çalışmadaki verilerden yola çıkılarak Al-Cu sistemindeki fazların sertlik değerlerinin alüminyum içerikleri ile doğrudan bağlantılı olduğu sonucuna varılmaktadır.

Çizelge 12.3 : Çalışmada üretilen numune fazlara ait sertlik değerleri.

No	Akım [A]	İşlem Süresi [min]	Sertlik [HV]	Tavlama [saat / N/A]	Faz(lar)
1	40	80	235 ± 40 ¹	N/A	β -AlCu ₃ , (α_1 -Cu, α_2 -AlCu ₄ , γ -Al ₄ Cu ₉) ²
2	40	90	270 ± 50 ¹	N/A	β -AlCu ₃ , (α_1 -Cu, α_2 -AlCu ₄ , γ -Al ₄ Cu ₉) ²
3	40	120	628 ± 182 ¹	N/A	γ -Al ₄ Cu ₉ , (β -AlCu ₃ , α_1 -Cu, α_2 -AlCu ₄) ²
4	40	130	726 ± 190 ¹	N/A	γ -Al ₄ Cu ₉ , (β -AlCu ₃ , α_1 -Cu, α_2 -AlCu ₄) ²
5	60	120	953 ± 65 ¹	N/A	δ -Al ₂ Cu ₃ , (γ -Al ₄ Cu ₉ , ζ -Al ₃ Cu ₄) ²
6 ³	40	80	295 ± 33	24	α_1 -Cu
6 ³	40	80	578 ± 28	24	γ_1 -Al ₄ Cu ₉ / α_1 -Cu ötektoid
7 ³	40	100	578 ± 28	24	γ_1 -Al ₄ Cu ₉ / α_1 -Cu ötektoid
7 ³	40	100	928 ± 69	24	γ_1 -Al ₄ Cu ₉
8	40	110	970 ± 10	24	γ_1 -Al ₄ Cu ₉
9	40	120	1018 ± 55	24	γ_1 -Al ₄ Cu ₉
10	40	130	1047 ± 145	24	δ -Al ₂ Cu ₃
11 ³	60	120	1031 ± 45	24	δ -Al ₂ Cu ₃
11 ³	60	120	1240 ± 108	24	ζ_2 -Al ₃ Cu ₄

¹ kompozit sertlik, ² minor fazlar, ³ çift fazlı.

Bu çalışma dahilinde batma izlerinin çevresinde herhangi bir çatlak ya da çatlak başlangıcı görülmemiştir. Bu sebeple batma tokluğu ve gevrekliği ile ilgili bilgi almak mümkün olmamıştır.

13. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada KA-FBB sisteminde kaplama ve bombardıman adımları olarak tanımlanan farklı bias voltajları etkisi ve ikincil tavlama işlemleri ile kendi kendini taşıyabilen alaşım ve intermetalikler üretilmiştir. Al-Cu ikili sisteminin örnek olarak seçildiği bu model çalışmada altlık olarak bakır folyo, kaynak olarak ise alüminyum katot kullanılmıştır.

Çalışmada öncelikli olarak altlık malzeme kalınlığı boyunca kaynak malzemesi alaşımlanmasına yoğunlaşmıştır. 65 A katot akımı ile 50 μm 'lık folyo kullanılarak yapılan çalışmalarda, 100 dakika toplam biriktirme ve 20 dakikalık toplam bombardıman işlemleri sonucu işlem görmeyen yüzeye kadar kaynak malzemesi olan alüminyumun yayılmış olduğu tespit edilmiştir. Kaplama ve bombardıman adımlarında sırası ile 550 °C/ 800 °C sıcaklarda çalışılmıştır. Altlığın bombardıman adımındaki sıcaklıklardan kaplama adımındaki sıcaklıklara inmesi çok kısa zaman aldığından $\beta_1\text{-AlCu}_3$ yüksek sıcaklık fazı tipik iğnesel morfolojili martenzitik dönüşüm göstermiştir. Çoğunlukla <at-30% Al içeriğinde sonuçlanan çalışmalarda elde edilen fazlar $\beta_1\text{-AlCu}_3$, $\gamma_1\text{-Al}_4\text{Cu}_9$, $\alpha_1\text{-Cu}$, $\alpha_2\text{-AlCu}_4$ olarak tespit edilmiştir. Literatürde pek rastlanmayan $\alpha_2\text{-AlCu}_4$ fazının oluşması önemli bir bulgu olarak değerlendirilmiştir. Kesitten SEM incelemelerinde at-Al% içeriği daha düşük olan bir katman görülmüştür. Bu tabakanın bakır altlığı alüminyum ile beslediği ve yüzey bölgelerine göre hem daha düşük sıcaklıklarda hem de daha az şiddetli ısı çevrimlere maruz kaldığı düşünülmüştür. Difüzyon önü bandı olarak isimlendirilen bu ara katman tabakası içeriğinin, ağırlıklı olarak $\alpha_2\text{-AlCu}_4$ fazından oluştuğu sonucuna varılmıştır. Bu durumda FBB yöntemlerinin ve özellikle bu çalışmada kullanılan enerjili iyonların kullanılması gibi durumlardaki iyon-atom etkileşimlerinin termodinamik ve kinetik tanımlamalarının dışında sonuçlar doğurmasına iyi bir örnek olarak yorumlanmıştır.

Toplam 120 dakika işlem uygulanan bahsi geçen çalışmada, her ne kadar kaynak metali altlık kalınlığı boyunca yayındırılmış olsa da, yüksek sıcaklık fazının yarı-

kararlı olarak yapıda kalması ve işlem gören yüzey tarafının daha yüksek alüminyum içeriği dolayısı ile 700 °C 'de 1 saat homojenizasyon tavlama yapılmıştır. Tavlama sonrası yapının ötektoid ayrışma göstererek, γ_1 -Al₄Cu₉, α_1 -Cu fazlarına ayrıştığı görülmüştür.

Çalışmanın ikincil amacında ise daha yüksek alüminyum içeriklerinin mümkün mertebe daha kısa işlem sürelerinde sağlanmasına çalışılmıştır. Altlık kalınlığı yarıya indirilerek ve buna mukabil kaplama çevrimi süresi 30 sn 'den 60 sn 'ye çıkartılarak toplam işlem süresi % 50 azaltılmıştır. 60 A katot akımı ve -50 V/ -300 V kaplama/ bombardıman voltajları seçilmiştir. Altlık malzeme sabit olarak yukarıdaki işlem farklı parametreler ile daha kısa toplam işlem sürelerinde tekrarlanmaya çalışılmıştır. Ayrıca altlık malzeme sürekli kendi ekseninde döndürülerek daha homojen kaplama yapılmasına yönelik ek bir çalışma daha yapılmıştır. Ancak sürekli rotasyon durumunda kaplama adımıyla ölçülen sıcaklar 475 °C ile çalışmadaki diğer numunelere göre 75 °C ile 100 °C arasında daha düşük olarak gerçekleşmiştir. Daha az alüminyum plazmasına maruz kalma durumunun da etkili olması ile altlığın sürekli rotasyonu durumunda %30 üzerinde verim kaybı olduğu gözlenmiştir ve ileriki çalışmalarda birebir bu teknik kullanılmamıştır. Her iki çalışmada da işlem sonrası elde edilen fazlara bakıldığında ise benzer şekilde β_1 -AlCu, γ_1 -Al₄Cu₉, α_1 -Cu, α_2 -AlCu₄ söz konusudur. İkincil tavlama işlemi ile birlikte sabit altlık çalışmasında ötektoid ayrışma bölgesindeki, γ_1 -Al₄Cu₉ ve α_1 -Cu fazları tespit edilirken, sürekli rotasyon uygulanan altlık durumunda gövde de daha az miktarda toplam alüminyum içeriği bulunduğundan α_1 -Cu yapıya hakim olmuştur.

İşlem verimini mümkün mertebe yüksek tutabilmek için çalışmalarda altlık bakır folyo sıralı olarak her iki yüzeyinden de işleme tabi tutulmuştur. Bu şekilde difüzyon önü tabakalarının kesit ortalarında buluşturularak alüminyum içeriğinin artışı için sistem daha da zorlanmıştır. Katot akımının azaltılmasının etkileri görülse de toplam işlem sürelerinin arttırılması ve çift yüzeyden yapılan işlemler ile birlikte alüminyumca daha zengin fazların elde edilmesi mümkün olmuştur. Katot akımı 40 A ve 60 A olarak kullanılmıştır. 6 saat 700 °C' deki homojenizasyon tavlamaları sonucunda sırası ile β_1 -AlCu, α_1 -Cu, γ_1 -Al₄Cu₉, δ -Al₂Cu₃, ζ_2 -Al₃Cu₄ fazları tespit edilmiştir. Faz ayrışmaları ve homojenitenin arttırılması amacı ile tavlama işlemi 24 saat süresince yapılmış ve fazlar çok daha iyi ayrışma göstermiştir.

Elde edilen fazların mekanik özelliklerinin belirlenebilmesi için kesitten parlatılmış numuneler hazırlanıp mikro sertlik çalışmaları yapılmıştır. Sonuçlar incelendiğinde alüminyum içeriğinin artması ile birlikte sertlik değerlerinin de arttığı görülmüştür. Bir diğer sonuç ise tavlama işlemi ile birlikte homojenize edilen yapıların sertlik değerlerinde yaklaşık 200 ile 250 HV arası artışlar gözlenmiştir. Ek olarak elde edilen sertlik değerleri literatürdeki verilerden daha yüksek oldukları görülmüştür.

Kaplama ve bombardıman parametrelerinin sabit olması koşulunda 40 yerine 60 A ile çalışılması 120 dakika civarındaki toplam işlem sürelerinin kabaca 25 dakika azaltacağı görülmüştür.

KA-FBB yönteminde bir dezavantaj olarak kabul edilen makro parçacık oluşumunun alaşımlama açısından iyi bir kaynak olduğu değerlendirilmiştir.

Bu yöntem kullanılarak özellikle ikili, üçlü ve daha fazla bileşenli metalik alaşımların, intermetaliklerin, yarı-kristal yapıların üretilebileceği öngörülmektedir. Ek olarak reaktif gazların da sisteme beslenmesi ile bileşiklerinin de kendi kendini taşıyabilen biçimde üretilebileceği ön görülmektedir.

Bu yöntem kullanılırken dikkat edilmesi gereken hususlar tecrübe edildiği kadarı ile aşağıdaki şekilde belirtilebilir;

- Altlık malzemenin daha yüksek ve kaynak malzemenin daha düşük ergime sıcaklığına sıcaklığı sahip olması tercih edilmelidir. Bu sayede kaynak metali bombardıman esnasında sıvı faza geçirilip yayınma hızları arttırılabilir.
- Altlık malzeme ile kaynak malzemenin birbirlerine olan yayınma katsayıları karşılaştırılmalıdır. Kaynak ve altlık malzemelerin birbirlerine yayınma katsayılarının yakın olmasına dikkat edilmelidir. Kaynak malzemenin altlık malzemeye yayınma katsayısının daha yüksek olacağı bir sistem tercih edilebilir.
- Aynı kafes simetrisi ve birbirine çok yakın kafes sabitlerine sahip elementlerin oluşturacağı katı eriyikler x-ışını ve elektron difraksiyon yöntemlerinin yanında farklı yöntemlerle de incelenmesi gerekebilir.

KAYNAKLAR

- [1] **Mattox, D. M.**, 1998. *Handbook Of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing; Film Formation, Adhesion, Surface Preparation and Contamination Control*, pp. 31-35, 248, 406-416, Noyes Publications, Westwood, New Jersey, USA
- [2] **Ohring, M.**, 2002. *Materials Science of Thin Films, Deposition and Structure 2. Ed.*, p. 170-173, 203-270, Academic Press, San Diego, USA
- [3] **Martin, P.J.**, 1995. *Handbook of Vacuum Arc Science and Technology*, Boxman, L. R., Sanders, D. M., Martin P. J., Lafferty, J. M. (Eds.), pp. 73-264, 384-391, Noyes Publications, New Jersey, USA
- [4] **Werner Kern, W., Schuegraf, K. K.**, 2002. *Handbook of Thin-Film Deposition Processes and Techniques Principles, Methods, Equipment and Applications*, Seshan, K. (Ed.), p. 12-19, Noyes Publications, New York, USA
- [5] **Nastasi, M., Mayer, J. W., Hirnoven, J. K.**, 1996. *Ion-solid interactions Fundamentals and Applications 2.Ed.* Cambridge University Press, Cambridge, UK.
- [6] **Kay, E., Rossnagel, S .M.**, 1989. *Handbook Of Ion Beam Processing Technology Principles, Deposition, Film Modification and Synthesis*, Cuomo, J. J., Rossnagel, S. M., Kaufman, H. R. (Eds.), p. 170-186. Noyes Publications, New Jersey USA
- [7] **Nastasi, M., Mayer, J. W.**, 2006. *Ion Implantation and Synthesis of Materials*, p. 182-187, Springer, Berlin, Germany.
- [8] **Şireli, E.**, 2005. Katodik Ark Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi ile Krom Kaplanmış Düşük Karbonlu Çeliğe Uygulananan İyon Bombardımanının Etkileri, *Doktora Tezi*, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [9] **Çorlu, B.**, 2009. Alloying Of Aluminum Surfaces With Cathodic Arc Copper And Copper Surfaces With Cathodic Arc Aluminum Plasma, *Doktora Tezi*, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [10] **Çorlu, B., Ürgen, M.**, 2009. Surface modification of iron containing aluminum alloys by treatment with copper plasma produced with cathodic arc. *Surface and Coatings Technology*, **204**, 872-877.
- [11] **Çorlu, B., Ürgen, M.**, 2010. Modification of copper surfaces with cathodic arc aluminum plasma. *Surface and Coatings Technology*, **205**, 540-544.

- [13] **Diaz de la Rubia, T., Averback, R.S. and Hsieh, H.**, 1989. Molecular-dynamics simulation of displacement cascades in Cu and Ni thermal spike behavior. *Journal of Materials Research*, **4**, 3, 579-586.
- [14] **Hsieh, H., Diaz de la Rubia, T. and Averback, R.S.**, 1989. Effect of temperature on the dynamics of energetic displacement cascades- a molecular dynamics study. *Physical Review B*, **40**, 14, 9986-9988.
- [15] **Zhou, X.W. and Wadley, H.N.G.**, 1999. Hyperthermal vapor deposition of copper: athermal and biased diffusion effects. *Surface Science*, **431**, 42-57.
- [16] **Zhou, X.W. and Wadley H.N.G.**, 1999. Hyperthermal vapor deposition of copper: Reflection and resputtering effects. *Surface Science*, **431**, 58-73.
- [17] **Anders, A.**, 2002. The magnetic field effect on the sheath thickness in plasma immersion ion implantation. *Applied Physics Letters*, **81**, 1183-1185.
- [18] **Adda, Y.**, Beyeler, M. and Brebec, G., 1975. Radiation effects on solid-state diffusion. *Thin Solid Films*, **25**, 107-115.
- [19] **Sizmann, R.**, 1978. Effect of radiation upon diffusion in metals. *Journal of Nuclear Materials*, **69-7**, 386-412.
- [20] **Averback, R.S. and Ghaly, M.**, 1997. Fundamental aspects of defect production in solids. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B Beam Interactions with Materials and Atoms*, **127**, 1-11.
- [21] **Averback, R.S., Diaz de la Rubia, T., Tsieh, H. and Benedek, R.**, 1991. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B-Beam Interactions with Materials and Atoms* , **B59-60**, 709-717.
- [22] **Dong, C., Zhang, Q., Wang, D. and Wang, Y.**, 2000. Al-Cu approximants and associated B2 chemical-twinning modes. *Micron*, **31**, 507-514.
- [23] **Gulay, L.D. and Harbrecht, B.**, 2004. The crystal structure of ζ_1 -Al₃Cu₄. *Journal of Alloys and Compounds*, **367**, 103-108.
- [24] **Liu, X.J., Ohnuma, I., Kainuma, R. and Ishida, K.**, 1998. Phase equilibria in the Cu-rich portion of the Cu-Al binary system. *Journal of Alloys and Compounds*, **264**, 201-208.
- [25] **Eskin, D., Du, Q., Ruvalcaba and D., Katgerman, L.**, 2005. Experimental study of structure formation in binary Al-Cu alloys at different cooling rates. *Materials Science and Engineering A*, **405**, 1-10.
- [26] **Rosas, G., Reyes-Gasga, J. and Pérez, R.**, 2007. Morphological characteristics of the rapidly and conventionally solidified alloys of the AlCuFe system. *Materials Characterization*, **58**, 765-770.
- [27] **Liu, B., Zhao, Z., Wang, Y. and Chen, Z.**, 2004. The solidification of Al-Cu binary eutectic alloy with electric fields. *Journal of Crystal Growth*, **271**, 294-301.

- [28] **Li, X., Ren, Z. and Fautrelle, Y.**, 2006. Effect of a high axial magnetic field on the microstructure in a directionally solidified Al–Al₂Cu eutectic alloy. *Acta Materialia*, **54**, 5349-5360.
- [29] **Ayers, J.D. and Massalski, T.B.**, 1972. Kinetic study of beta to alpha massive transformation in a Cu-Zn alloy. *Metallurgical Transactions*, **3**, no: 12, pp. 3185-3190.
- [30] **Lokker, J.P., Böttger, A.J., Sloof, W.G., Tichelaar, F.D., Janssen, G.C.A.M. and Radelaar, S.**, 2001. Phase transformations in Al-Cu thin films: Precipitation and copper redistribution. *Acta Materialia*, **49**, 1339–1349.
- [31] **Takeda, M., Maeda, Y., Yoshida, A., Yabuta, K., Konuma, S. and Endo, T.**, 1999. Discontinuity of G.P.(I) zone and θ'' -phase in an Al-Cu alloy. *Scripta Materialia*, **41**, 6, 643–649.
- [32] **Lochte, L., Gitt, A., Gottstein, G. and Hurtado, I.**, 2000. Simulation of the evolution of GP zones in Al-Cu alloys: An extended Cahn-Hilliard approach. *Acta Materialia*, **48**, 2969-2984.
- [33] **Wang, S.Q., Schneider, M., Ye, H.Q. and Gottstein, G.**, 2004. First-principles study of the formation of Guinier–Preston zones in Al–Cu alloys. *Scripta Materialia*, **51**, 665-669.
- [34] **Son, S.K., Takeda, M., Mitome, M., Bando, Y. and Endo, T.**, 2005. Precipitation behavior of an Al–Cu alloy during isothermal aging at low temperatures. *Materials Letters*, **59**, 629-632.
- [35] **Ene, C.B., Schmitz, G., Al-Kassab, T. and Kirchheim, R.**, 2007. Solid state reaction in sandwich-type Al/Cu thin films. *Ultramicroscopy*, **107**, 802–807.
- [36] **Murray, J.L.**, 1985. The aluminum-copper system. *International Metals Reviews*, **30**, 211-233.
- [37] **Hannech, H.B., Lamoudi, N., Benslim, N. and Makhloufi, B.**, 2003. Intermetallic formation in the aluminum-copper system. *Surface Review and Letters*, **10**, no. 4, 677-683.
- [38] **Rabkin, D.M., Ryabov, V.R., Lozovskaya, A.V. and Dovzhenko, V.A.**, 1970. Preparation and properties of copper-aluminum intermetallic compounds. *Poroshkovaya Metallurgiya*, **92**, 101-107.
- [39] **Alam, S.**, 1991. Friction and wear characteristics of aluminum bronze coatings on steel substrates sprayed by a low pressure plasma technique, *PhD Thesis*, School of Materials, University of Leeds, UK.
- [40] **Watanabe, Y. and Oike, S.**, 2005. Formation mechanism of graded composition in Al–Al₂Cu functionally graded materials fabricated by a centrifugal in situ method. *Acta Materialia*, **53**, 1631-1641.
- [41] **Alam, S. and Marshall, R.I.**, 1992. The testing performance of various bronze bushes. *Journal of Physics D- Applied Physics*, **25**, 1335-1339.
- [42] **Semiatin, S. L.**, 2005. *ASM Handbook, Volume 14A: Metalworking: Bulk Forming*, pp. 354-365, ASM International, Ohio, USA.

- [43] **Ferro, R., Saccone, A.**, 2008. *Intermetallic chemistry*, pp. 569-595, Permagon, Amsterdam, The Netherlands.
- [44] **Draissia, M. and Debili, M.Y.**, 2004. Atomic size effects on the hardness of Rf sputtered Al–Cu(rich) thin films. *Journal of Crystal Growth*, **270**, 250–254.
- [45] **Draissia, M. Boudemagh, H., Debili, M. Y.**, 2004. Structure and hardness of the sputtered Al-Cu thin film system. *Physica Scripta*, **69**, 348-350.
- [46] **Son, K.A., Missert, N., Barbour, J.C., Hren, J.J., Copeland, R.G. and Minora, K.G.**, 2001. Growth and Oxidation of Thin Film Al₂Cu. *Journal of The Electrochemical Society*, **148**, B260-B263.
- [47] **Ene, C. B., Schmitzb, G., Al-Kassaba, T., Kirchheim R.**, 2007. Solid state reaction in sandwich-type Al/Cu thin films. *Ultramicroscopy*, **107**, 802-807.
- [48] **Duguet, T., Ledieu, J., Dubois, j. M., Fournée, V.**, 2008. Surface alloys as interfacial layers between quasicrystalline and periodic materials. *Journal of Physics: Condensed Matter*, **20**, 314009.
- [49] **Duguet, T., Gaudry, E., Deniozou, T., Ledieu, J., Weerd, M. C., Belmonte, T., Dubois, J. M., Fournée, V.**, 2009. Complex metallic surface phases in the Al/Cu(111) system: An experimental and computational study. *Physical review B*, **80**, 205412-1-205412-10.
- [50] **Duguet, T., Kenzari, S., Demange, V., Belmonte, T., Dubois, J. M., Fournée, V.**, 2010. Structurally complex metallic coatings in the Al-Cu system and their orientation relationships with an icosahedral quasicrystal. *Journal of Materials Research*, **25** (4), 764-772.
- [51] **Markwitz, A., Matz, W., Short, K., Waldschmidt, M.**, 2002. Surface structuring and phase formation in thin metallic layers deposited at various temperatures. *Surface and interface analysis*, **33**, 1-6.
- [52] **Mozetic, M., Zalaf, A., Drobnic, M.**, 1998. Self-controlled diffusion of Al in Cu thin film, *Vacuum*, **50** (1-2), 1-3.
- [53] **Mozetic, M., Zalaf, A., Drobnic, M.**, 1998. Comparison of AES and EXAFS analysis of a thin Cu_xAl_y layer on Al substrate. *Vacuum*, **50** (3), 299-304.
- [54] **Sartale, S. D., Yoshitake, M.**, 2010. Investigation of Cu–Al surface alloy formation on Cu substrate. *Journal of Vacuum Science and Technology B*, **28** (2), 353-358
- [55] **Sternberg, Z., Stupnisek, M.**, 2005. Enhanced diffusion of Cu in aluminium under low-energy ion bombardment, *Europhysics Letters*, **71** (5), 757-762.
- [56] **Jiang, H. G., Dai, J. Y., Tong, H. Y., Ding, B. Z., Song, Q. H., Hu, Z. Q.**, 1993. Interfacial reactions on annealing Cu/Al multilayer thin films. *Journal of Applied Physics*, **74**, 6165-6169.
- [57] **Alam, S., Sasaki, S. and Shimura, H.**, 2001. Friction and wear characteristics of aluminum bronze coatings on steel substrates sprayed by a low pressure plasma technique. *Wear*, **248**, 75–81.

- [58] **Liu, J. B., Wang, M. L., Jiang, J. S.**, 2008. Al₂Cu/ α -Al composite coating prepared by plasma surface metallurgy. *Materials Letters*, **62**, 1569-1571.
- [59] **Liang, W., Xiaolei, X., JiuJun, X. and Zukun H.**, 2000. Microstructures and properties of PVD aluminum bronze coatings. *Thin Solid Films*, **376**, 159-163.
- [60] **Liu, J.B., Wang, L.M. and Jiang, J.S.**, 2008. Al₂Cu/ α -Al composite coating prepared by plasma surface metallurgy. *Materials Letters*, **62**, 1569–1571.
- [61] **Gulay, L. D., Harbrecht, B.**, 2003. The Crystal Structure of ζ_2 -Al₃Cu₄₋₈. *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **629**, 463-466.
- [62] **Gulay, L. D., Harbrecht, B.**, 2004. The crystal structure of ζ_1 -Al₃Cu₄. *Journal of Alloys and Compounds*. **367**, 103–108.
- [63] **Hurtadoa, M. R. F., Portillob, J., Manieteb, Y., Adornoa, A.T., Benedettia, A.V.**, 1998. A complex structure in the (β + γ) region of the Cu–Al alloys. *Journal of Alloys and Compounds* **280**, 188–195.
- [64] **Funamizu, Y., Watanabe, K.**, 1971. Interdiffusion in the Al-Cu system. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, **12** (3), 147-152.
- [65] **Abbasi, M., Taheri, A. K., Salehmi, M. T.**, 2001. Growth rate of intermetallic compounds in Al/Cu bimetal produced by cold roll welding process. *Journal of Alloys and Compounds*, **319**, 233-241.
- [66] **Braunovic, M., Aleksandrov, N.**, 1992. Intermetallic compounds at aluminum-to-copper and copper-to-tin electrical interfaces. Proceedings of the Thirty-Eighth IEEE Holm Conference on Electrical Contacts. 18-21 October 1992
- [67] **Braunovic, M., Rodrigue, L., Gognon, D.**, 2008. Nanoindentation Study of Intermetallic Phases in Al-Cu Bimetallic System. Proceedings of the 54th IEEE Holm Conference on Electrical Contacts. 27-29 October 2008
- [68] **Cokoja, M., Jagirdar, B. R., Parala, H., Birkner, A., Fischer, R. A.**, 2008. Organometallic Access to Intermetallic θ -CuE₂ (E = Al, Ga) and Cu_{1-x}Al_x Phases. *European Journal of Inorganic Chemistry*, **21**, 3330–3339.
- [69] **Williams, J.C., and Starke Jr. E.A.**, 2003. Progress in structural materials for aerospace systems. *Acta Materiala*, **51**, 5775-5799.
- [70] **Smagorinski, M.E., Tsantrizos, P.G., Grenier, S., Cavašin, A., Brzezinski, T. and Kim, G.**, 1998. The properties and microstructure of Al-based composites reinforced with ceramic particles. *Materials Science and Engineering A*, **244**, 86-90.
- [71] **Aravind, M., Yu, P., Yau, M.Y. and Dickon, H.L.**, 2004. Formation of Al₂Cu and AlCu intermetallics in Al(Cu) alloy matrix composites by reaction sintering. *Materials Science and Engineering A*, **380**, 384-393.
- [72] **Url-1** <<http://www.copperinfo.co.uk/alloys/bronze/>>, alındığı tarih 06.12.2010.

- [73] **Kim, H-K., Lee, J. Y., Paik, K-Y., Lee, J., Moon, J-T., Park, Y-J.,** 2003. Effects of Cu/Al intermetallic compound (IMC) on copper wire and aluminum pad bondability. *IEEE Transactions on Component and Packaging Technologies*, **26**, 367-374.
- [74] **Cullity, B., D.,** 1956. *Elements of X-Ray diffraction*, pp. 351-354, Addison-Wesley Publishing Co. Inc., Massachusetts, USA.
- [75] **Fournelle, V., Berlin-Ferre, E., Dubois, J-M.,** 1998. Study of Al-Cu Hume-Rothery alloys and their relationship to the electronic properties of quasicrystals. *Journal of Physics: Condensed Matter*, **10**, 4231-4244.
- [76] **Kisi, E. H., Browne, J. D.,** 1991. Ordering and structural vacancies in non-stoichiometric Cu-Al γ -brasses. *Acta Crystallographia*, **B47**, 835-843.
- [77] **Favvas, E. P., Mitropoulos, A. Ch.,** 2008. What is a spinodal decomposition?. *Journal of Engineering Science and Technology Review*, **1**, 25-27.
- [78] **Li, W. S., Wang, Z. P., Lu, Y., Jin Y. H., Yuan, L. H., Wang, F.,** 2006. Mechanical and tribological properties of a novel aluminum bronze material for drawing dies. *Wear*, **261**, 155-163.

EKLER

EK A : 50 μm ' LİK FOLYOLARIN 65 A, -150 V/ -500 V, 30-120 DAK. İŞLEM VE 700 °C' DE 1 SAAT TAVLAMA SONRASI X-IŞINI TAYFLARI.

EK B : 25 μm SABİT VE ROTASYONLU FOLYOLARIN 60 A, -50 V/ -300 V, İŞLEM VE 700 °C' DE 1 SAAT TAVLAMA SONRASI X-IŞINI TAYFLARI.

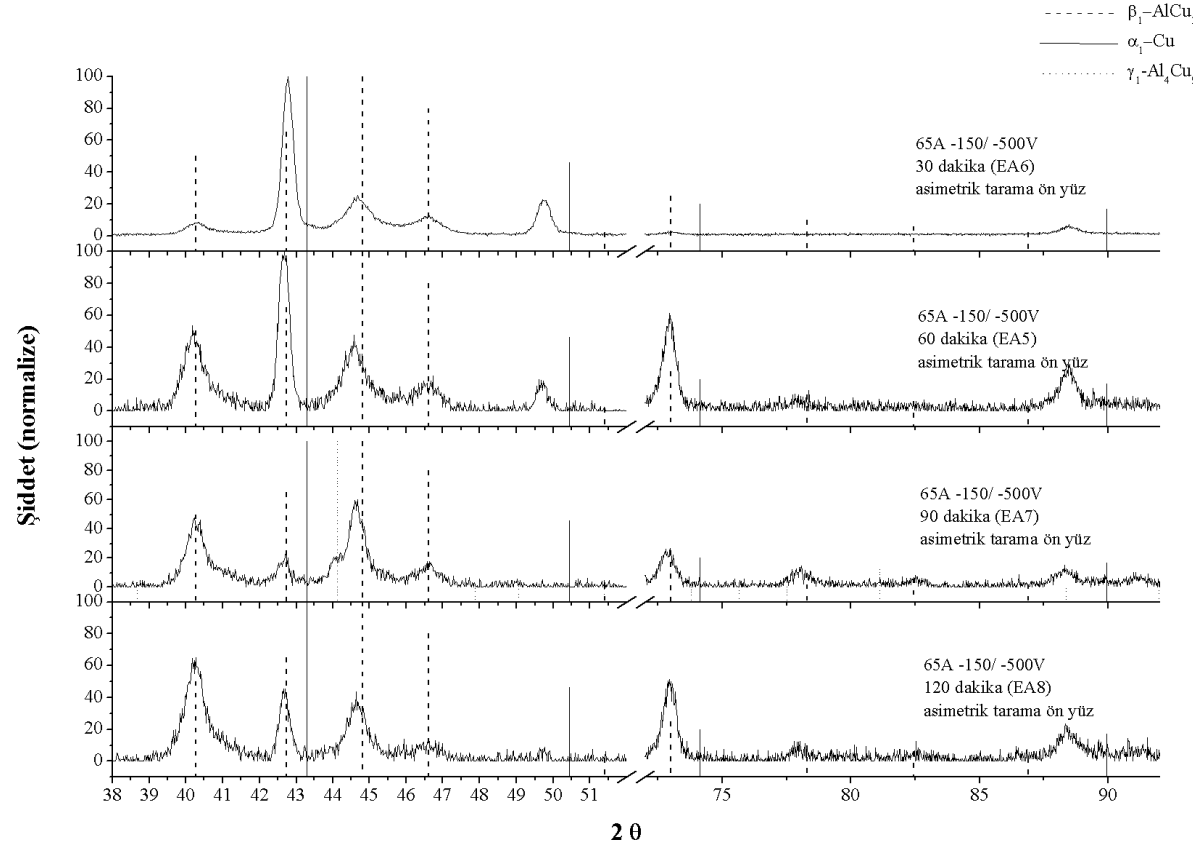
EK C : 25 μm SABİT (5 DAKİKADA BİR DİĞER YÜZ) FOLYOLARIN 40 A, -50 V/ -300 V, İŞLEM VE 700 °C' DE 6 SAAT TAVLAMA SONRASI X-IŞINI TAYFLARI VE YÜZEY GÖRÜNTÜLERİ.

EK D : 25 μm SABİT (5 DAKİKADA BİR DİĞER YÜZ) FOLYOLARIN 60 A, -50 V/ -300 V, İŞLEM VE 700 °C' DE 6 SAAT TAVLAMA SONRASI X-IŞINI TAYFLARI.

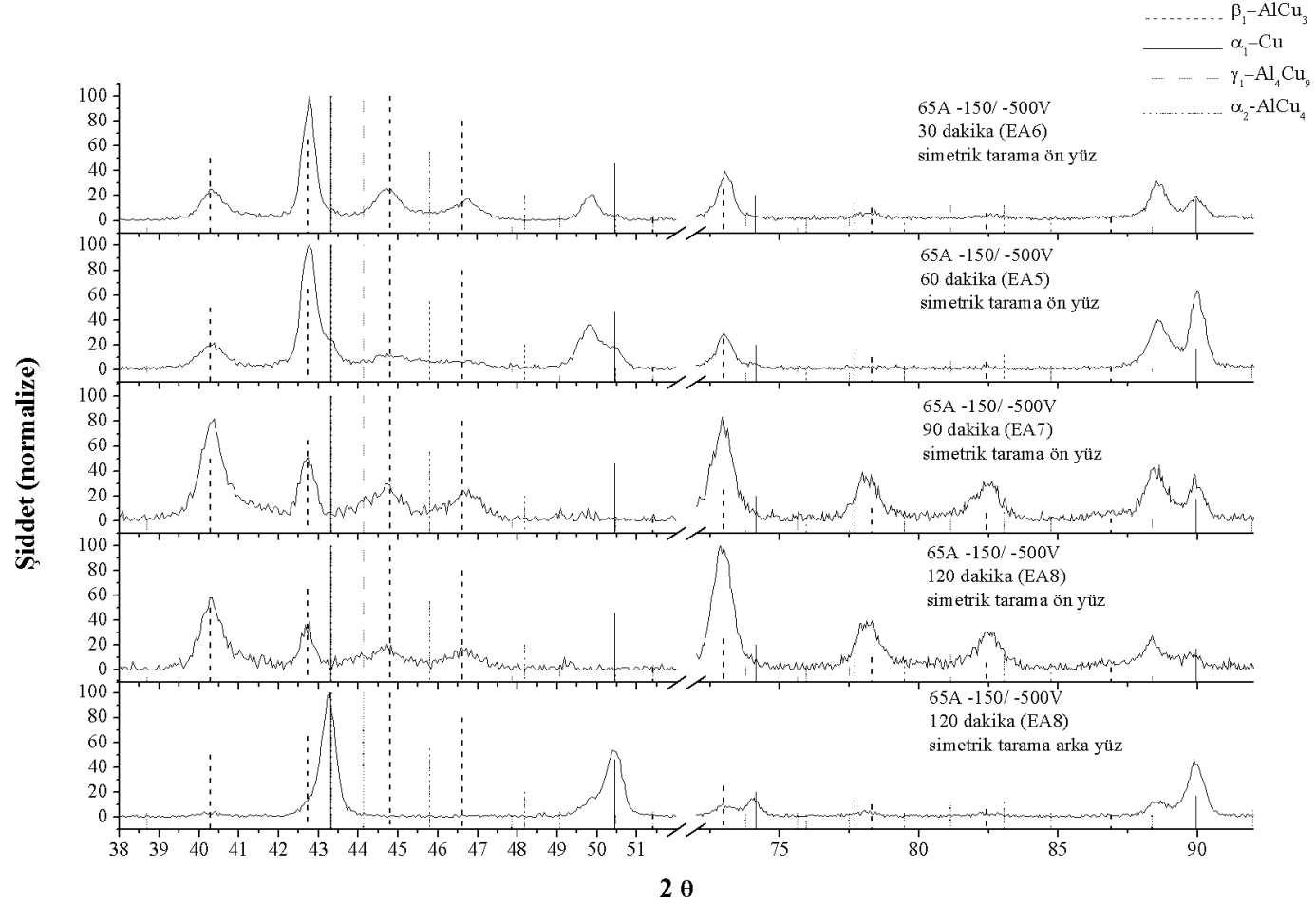
EK E : 25 μm SABİT (5 DAKİKADA BİR DİĞER YÜZ) FOLYOLARIN 40-60 A, -50 V/ -300 V, İŞLEM VE 700 °C' DE 24 SAAT TAVLAMA SONRASI X-IŞINI TAYFLARI.

EK F : MİKROSERTLİK ÇALIŞMASI İLE BİLGİ ALINAN FAZLARA ÖRNEK BATMA İZLERİ.

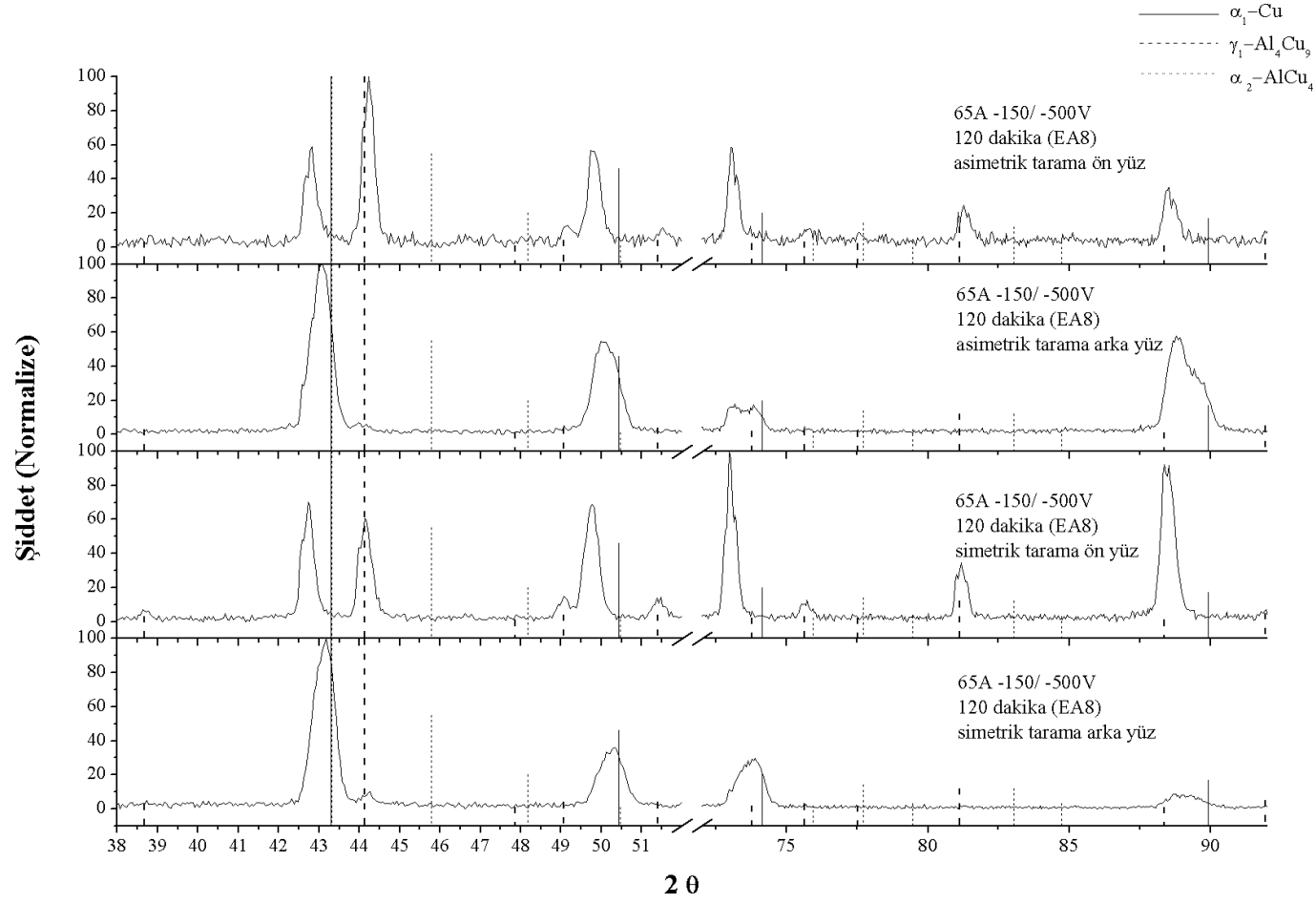
EK A : 50 μm ' LİK FOLYOLARIN 65 A, -150 V/ -500 V, 30-120 DAK. İŞLEM VE 700 °C' DE 1 SAAT TAVLAMA SONRASI X-IŞINI TAYFLARI.



Şekil A.1 : 50 μm ' lik sabit bakır folyoların 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 30-120 dak işlem parametreleri sonrası asimetrik taranmış x-ışınları tayfları (büyütülmüş gösterim).

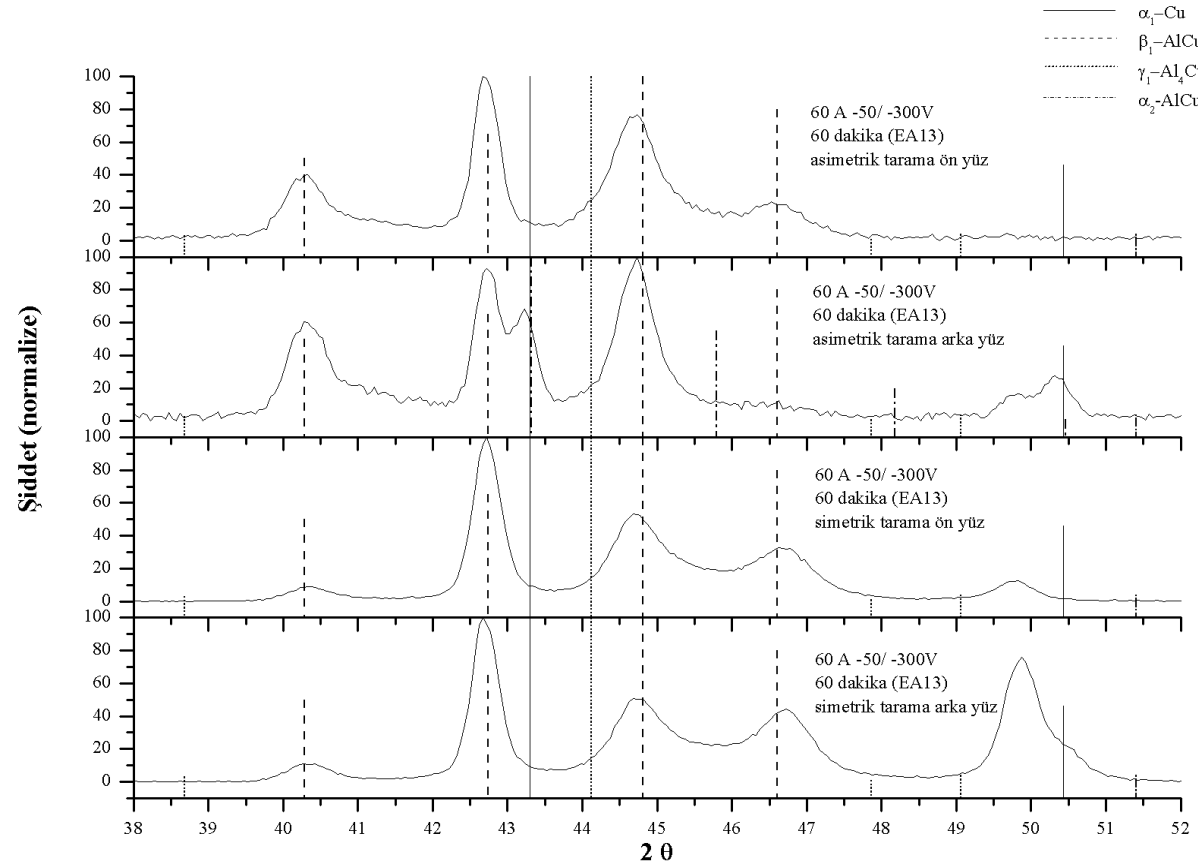


Şekil A.2 : 50 µm' lik sabit bakır folyoların 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 30-120 dak işlem parametreleri sonrası simetrik taranmış x-ışınları tayfları (büyütülmüş gösterim).

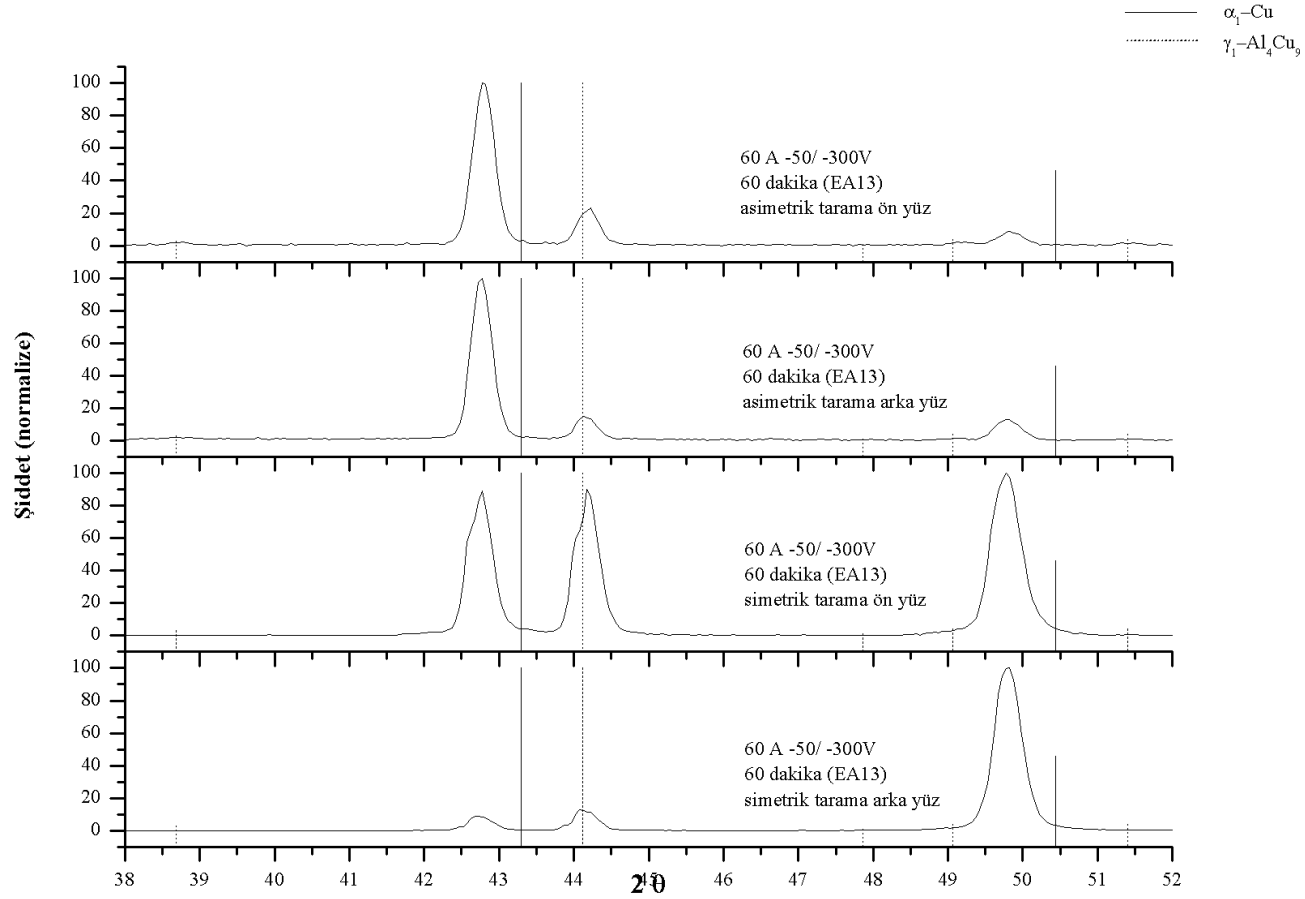


Şekil A.3 : 50 μ m sabit bakır folyonun 65 A, 30 sn -150 V/ 6 sn -500 V, 120 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları (büyütülmüş gösterim).

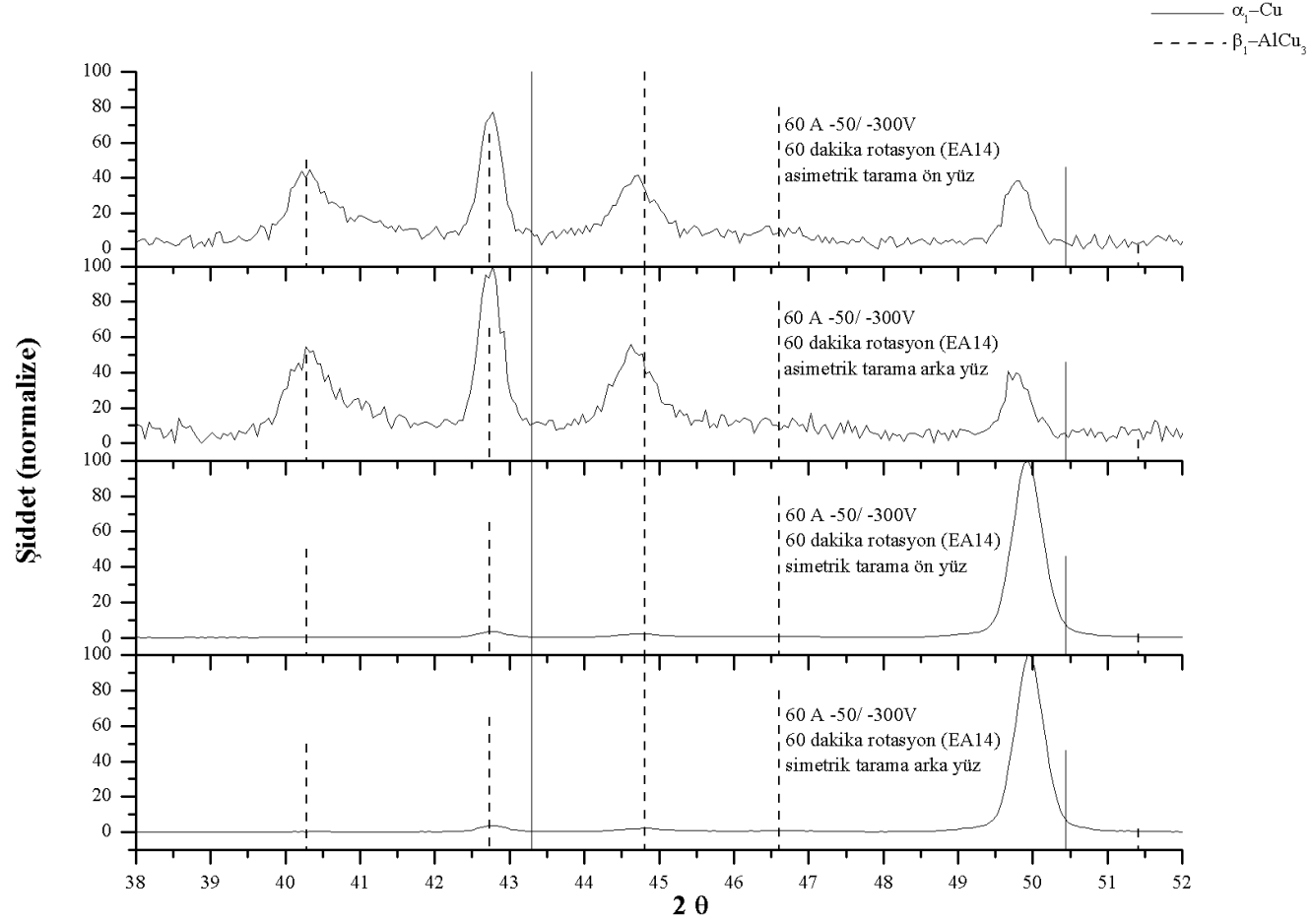
EK B : 25 μm SABİT VE ROTASYONLU FOLYOLARIN 60 A, -50 V/ -300 V, İŞLEM VE 700 °C' DE 1 SAAT TAVLAMA SONRASI X-IŞINI TAYFLARI.



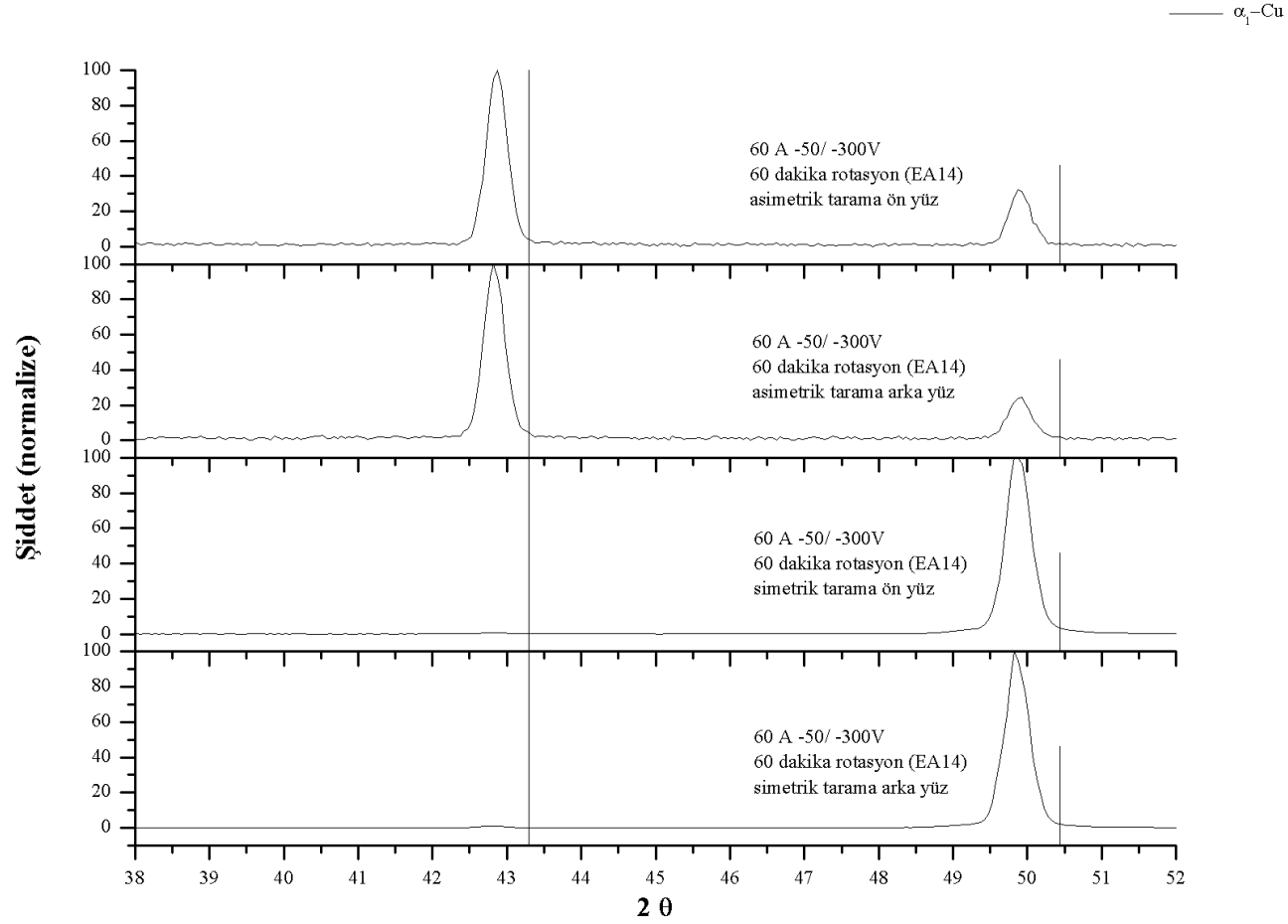
Şekil B.1 : 25 μm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil B.2 : 25 µm sabit bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700°C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

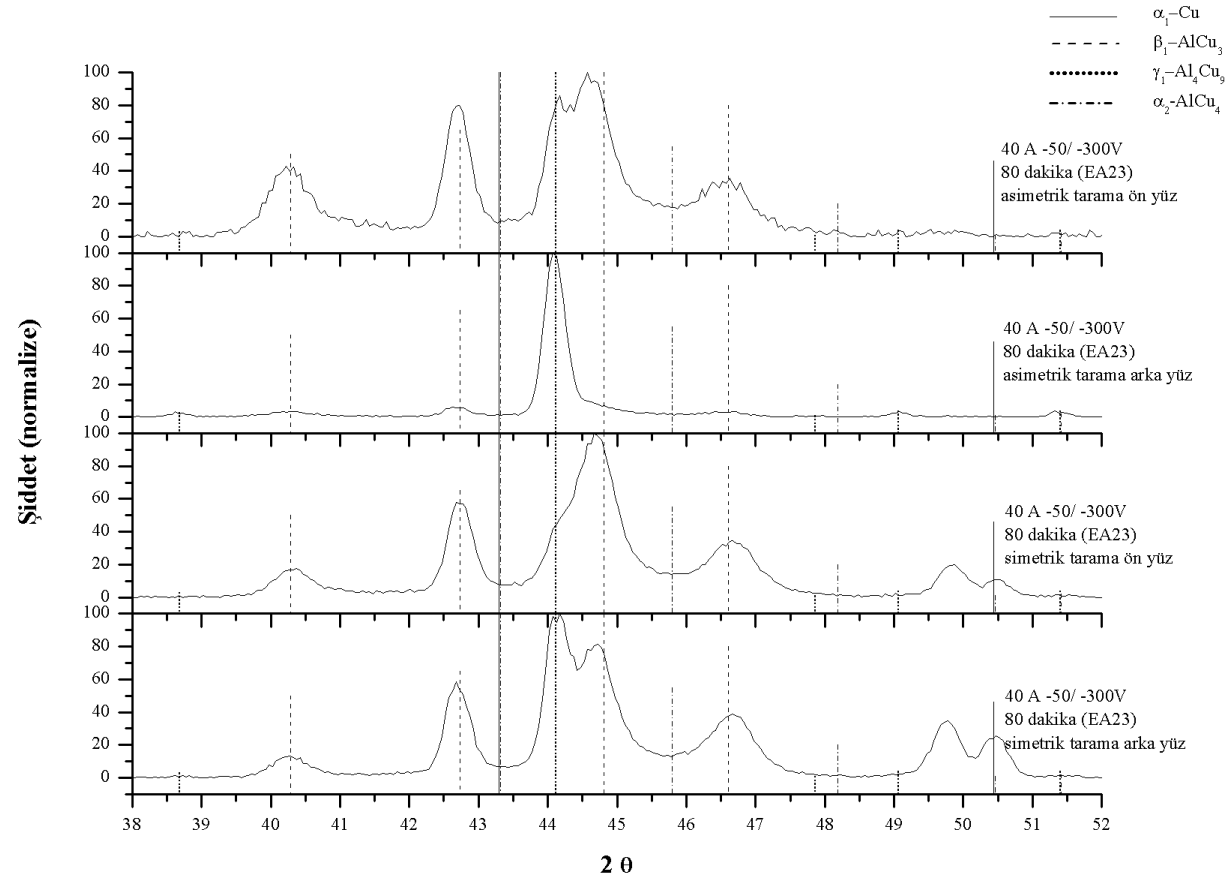


Şekil B.3 : 25 μm rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

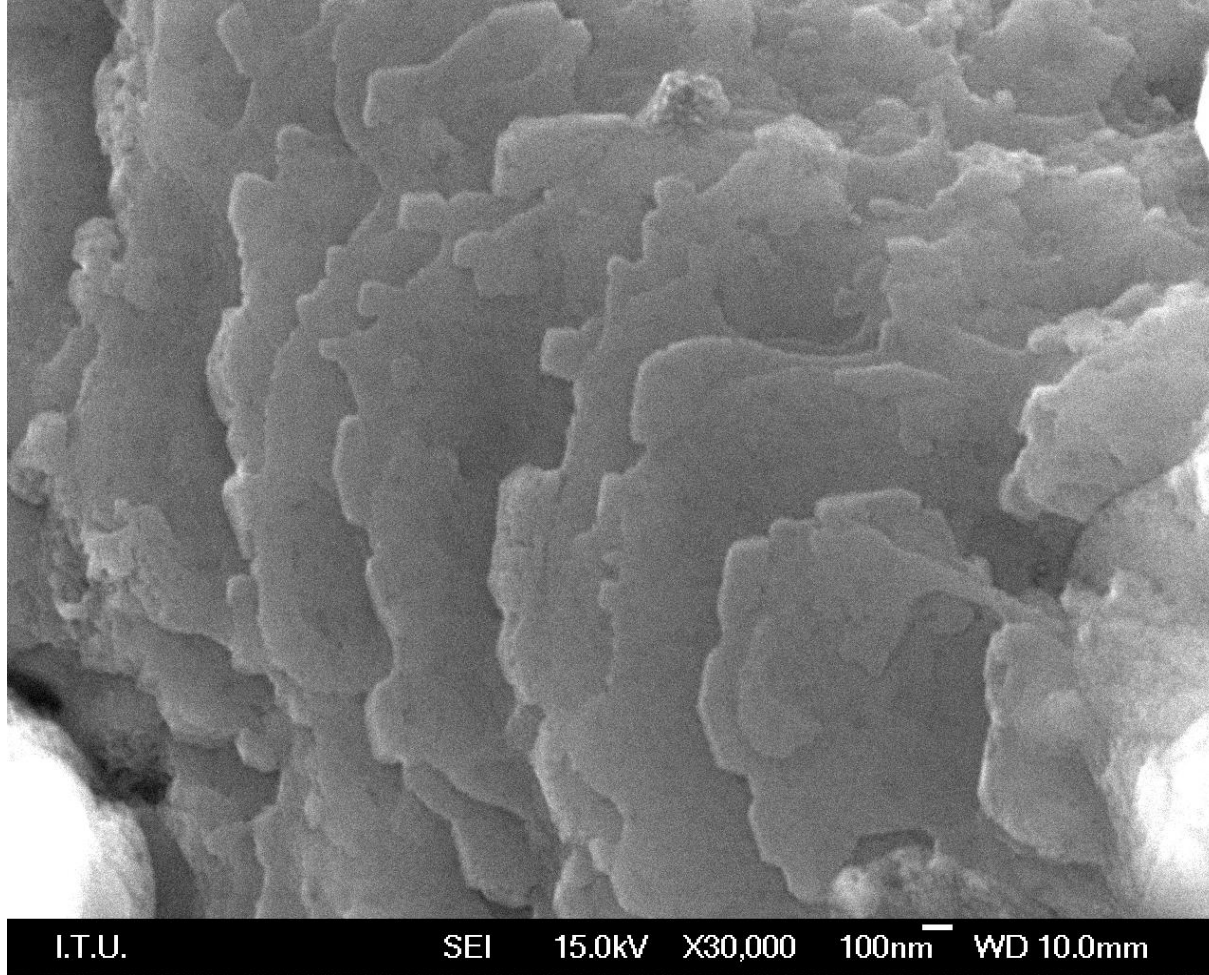


Şekil B.4 : 25 μ m rotasyonlu bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 60 dak işlem parametreleri ve 1 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

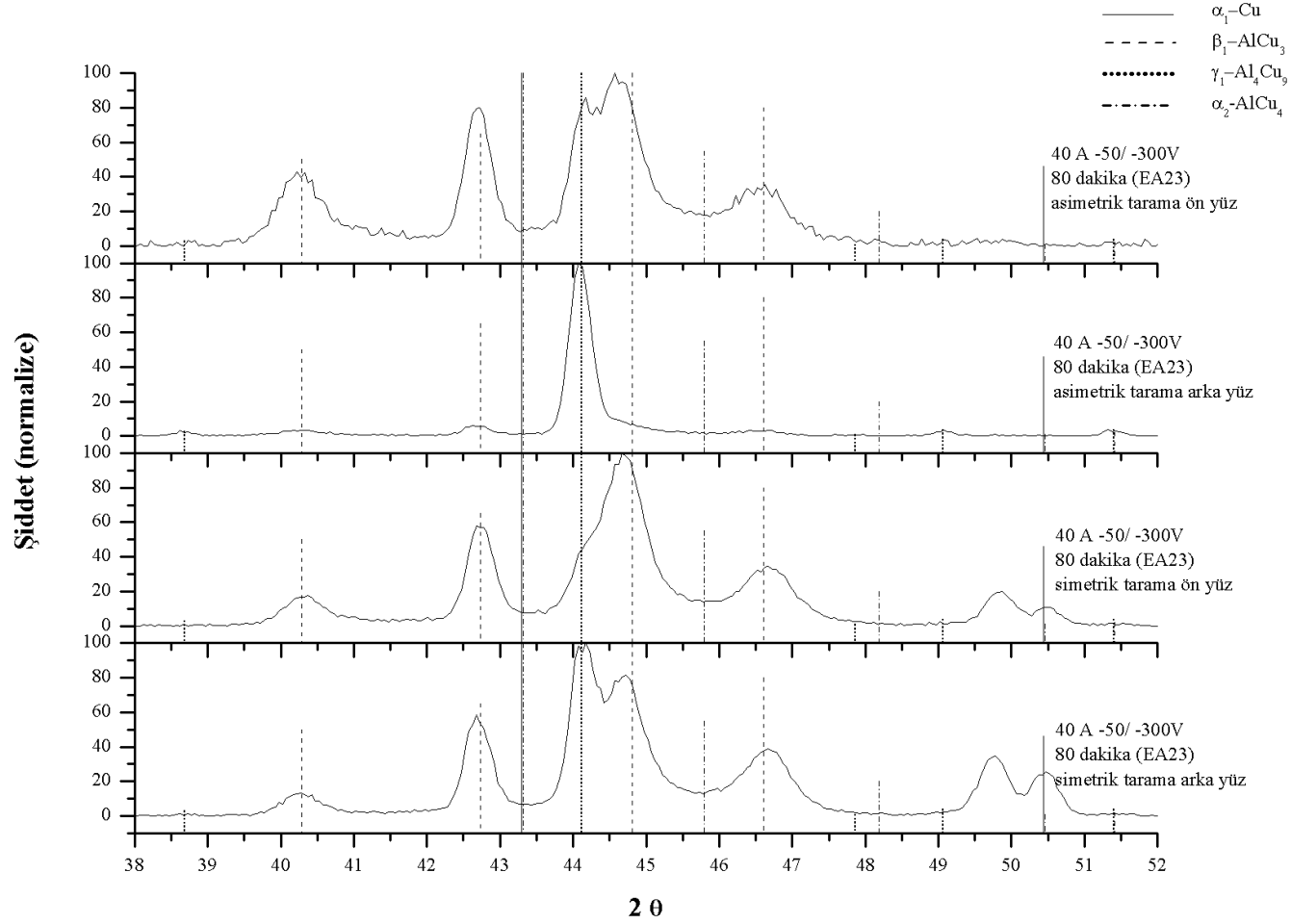
EK C : 25 µm SABİT (5 DAKİKADA BİR DİĞER YÜZ) FOLYOLARIN 40 A, -50 V/ -300 V, İŞLEM VE 700 °C' DE 6 SAAT TAVLAMA SONRASI X-IŞINI TAYFLARI VE YÜZEY GÖRÜNTÜLERİ.



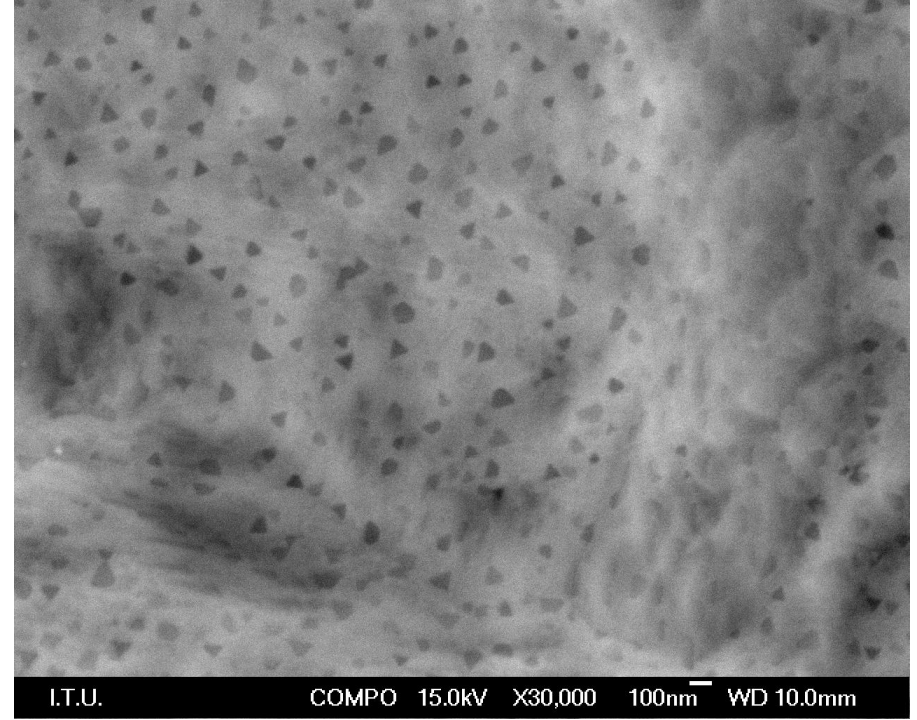
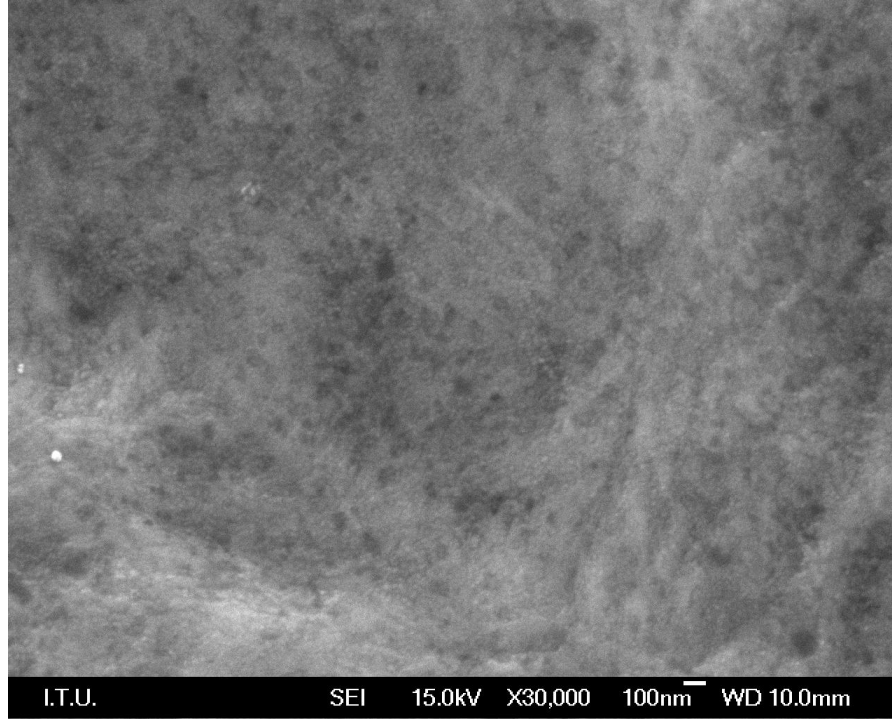
Şekil C.1 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



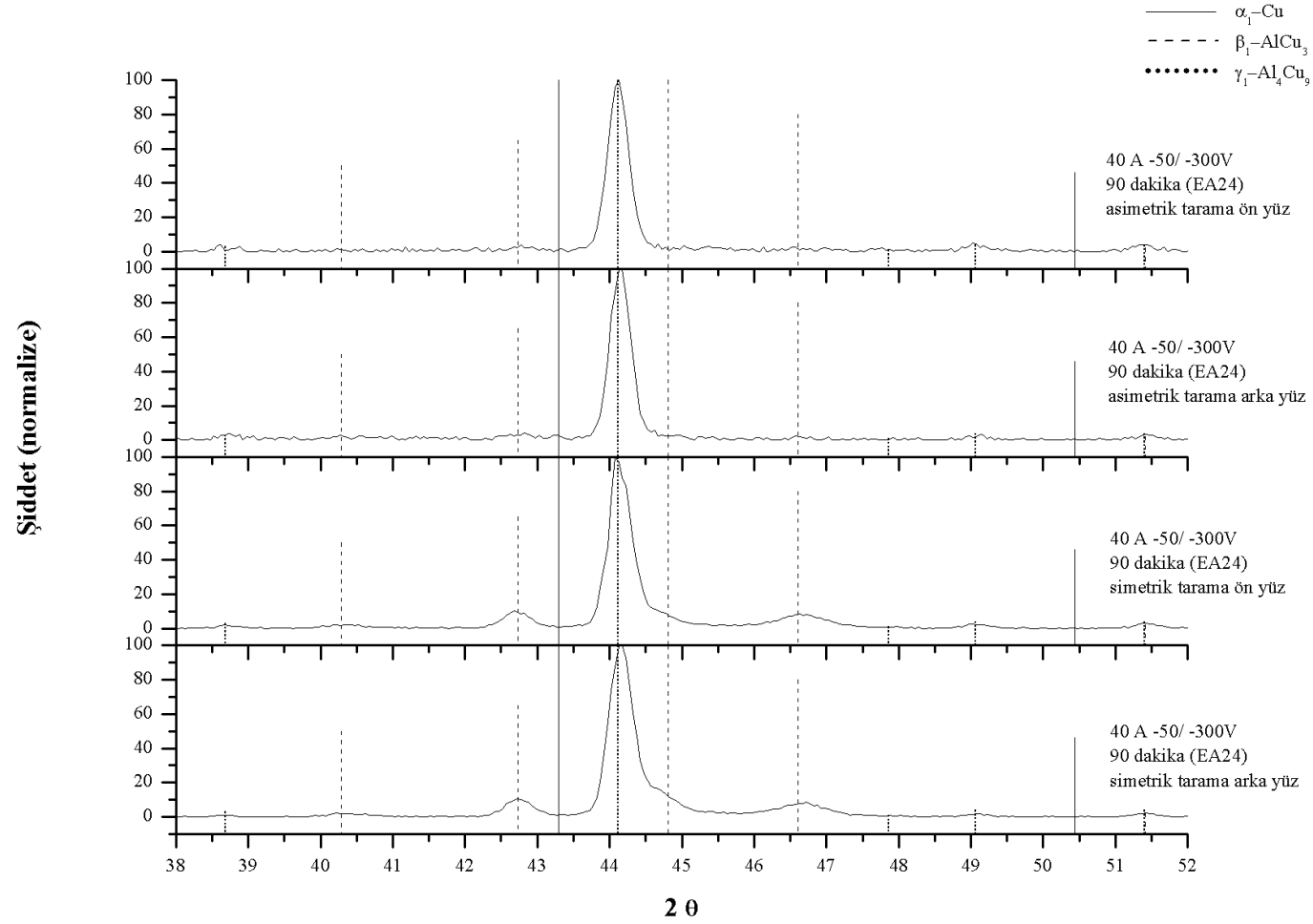
Şekil C.2 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri sonrası SEI yüzey görüntüsü



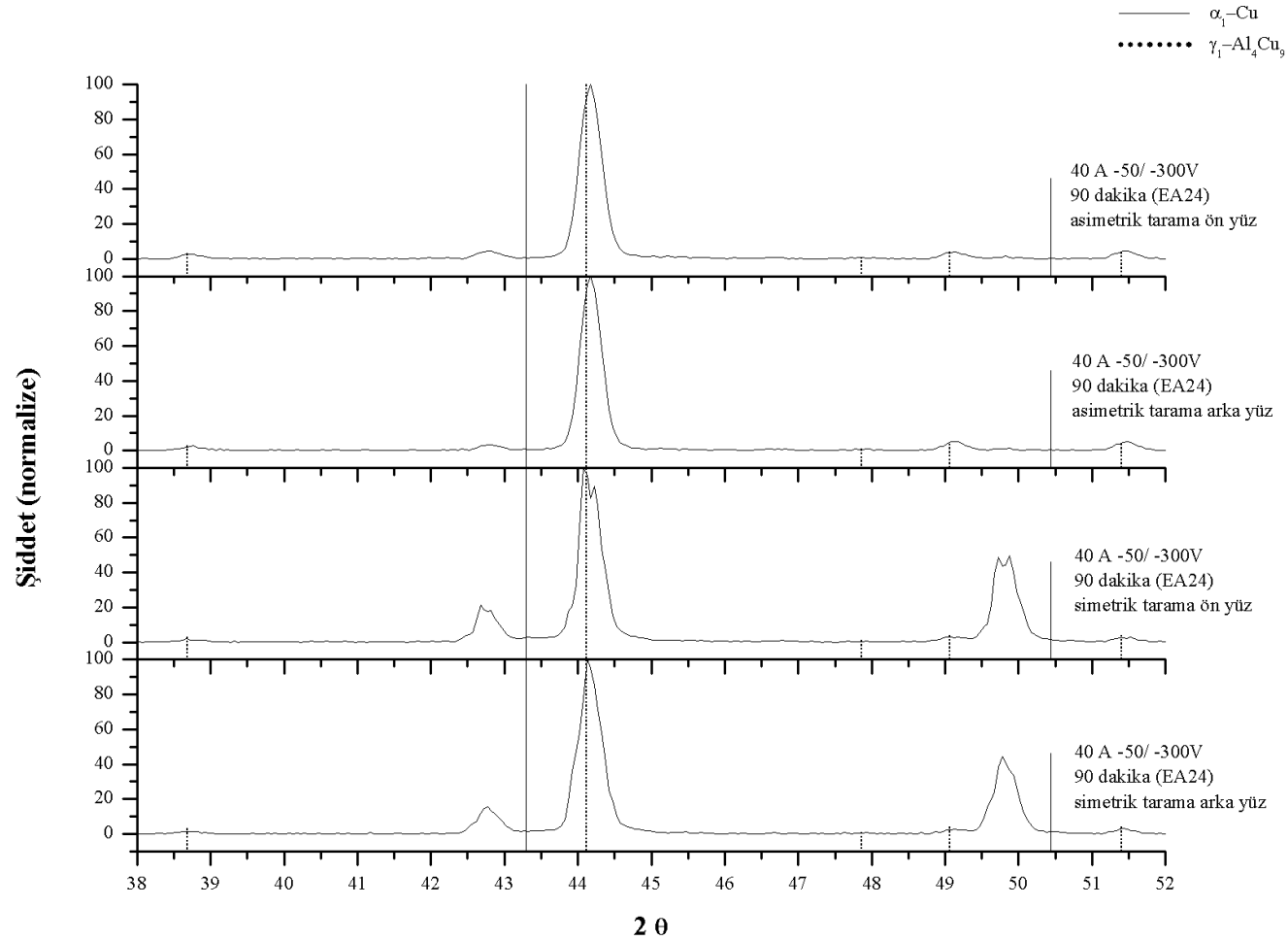
Şekil C.3 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



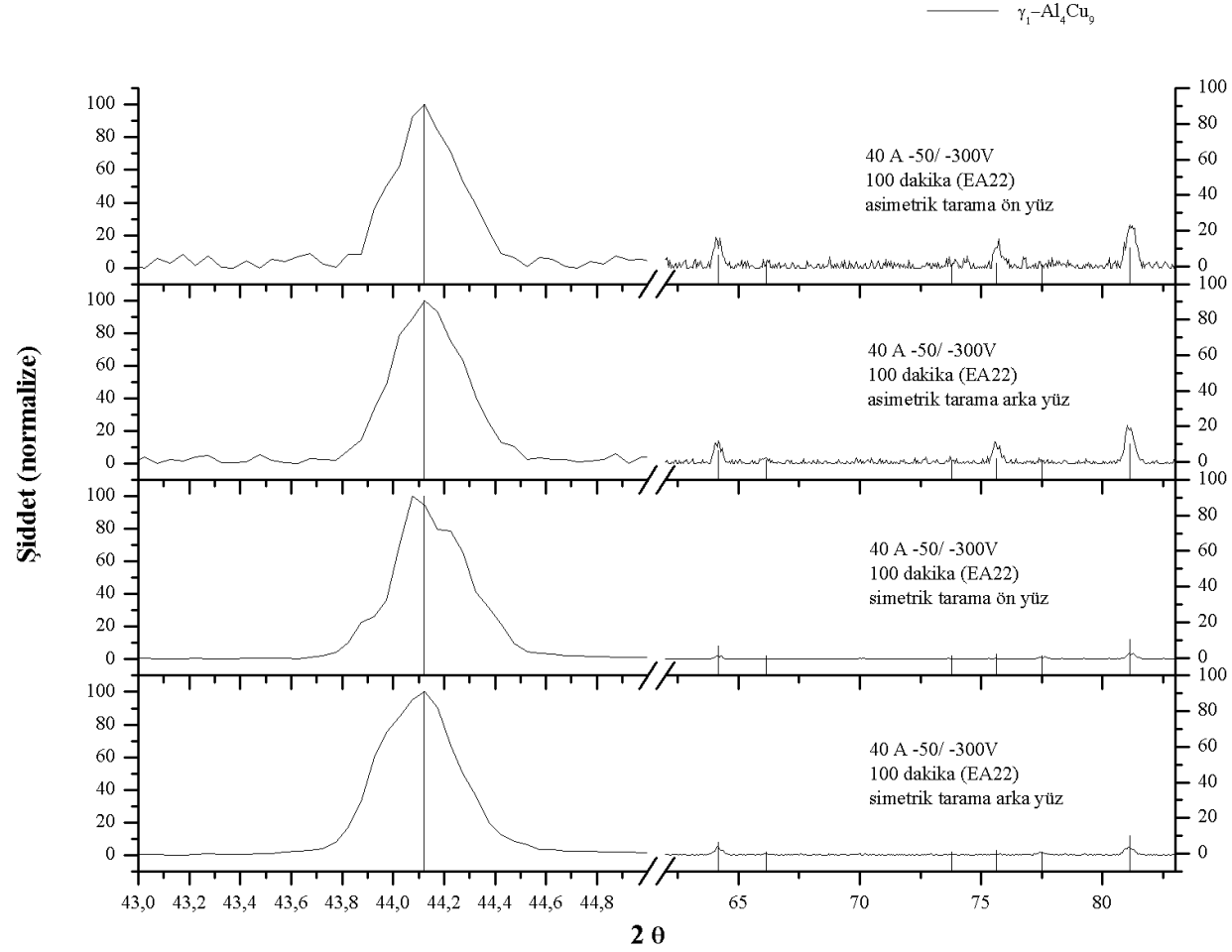
Şekil C.4 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrasındaki oluşan boşluk ve çukurlar (a) SEI ve (b) BSE yüzey görüntüleri.



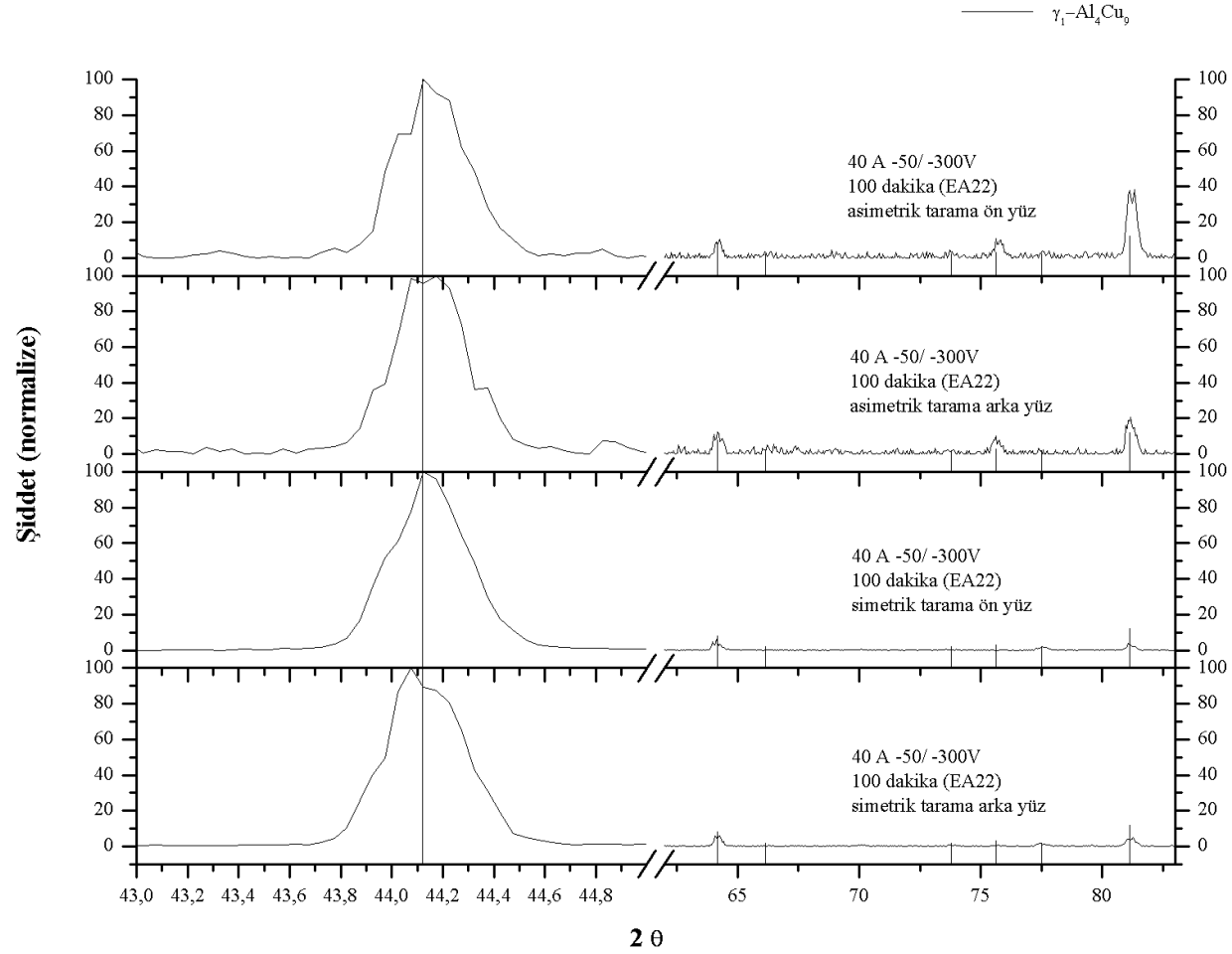
Şekil C.5 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



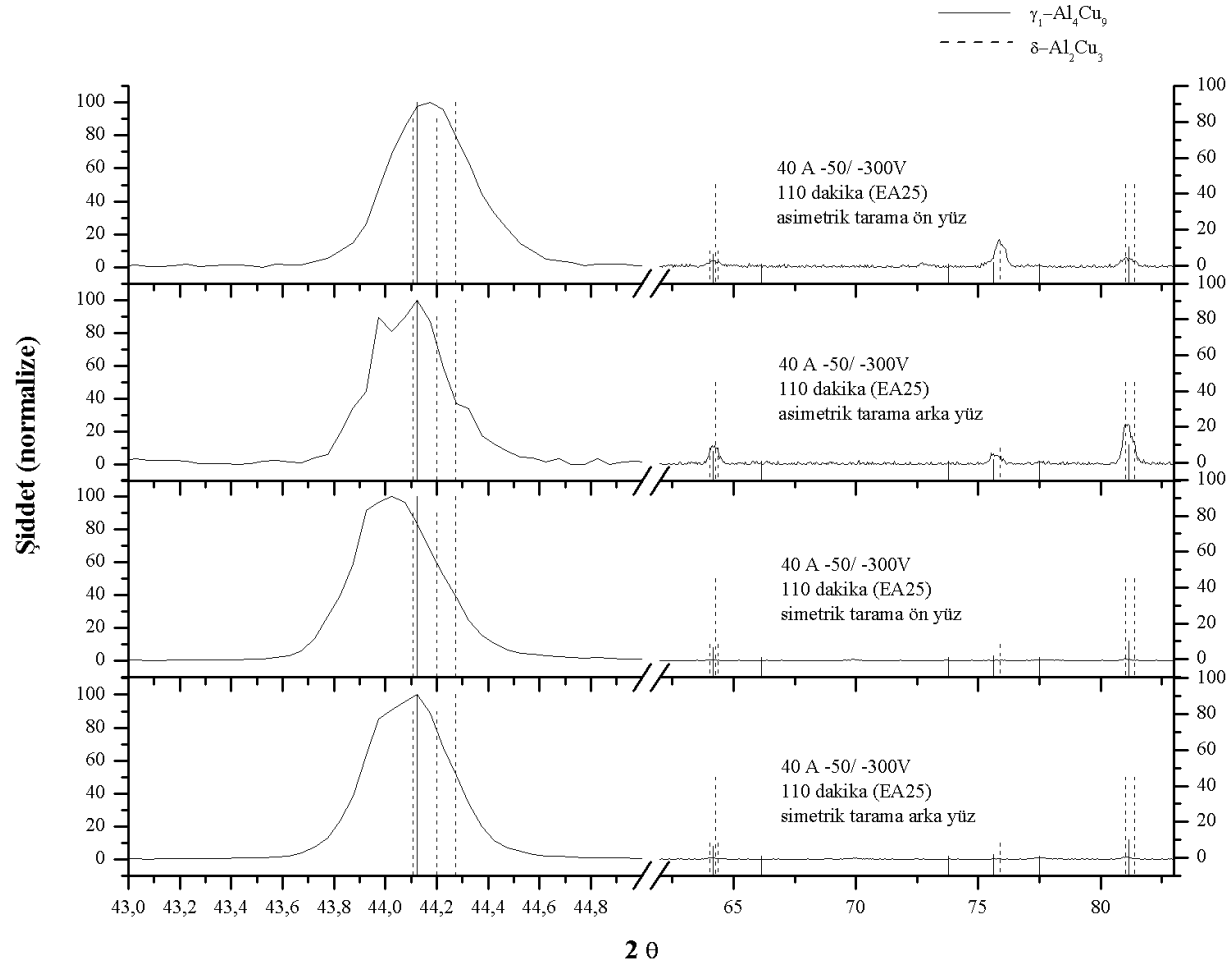
Şekil C.6 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 90 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 $^{\circ}\text{C}$ tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



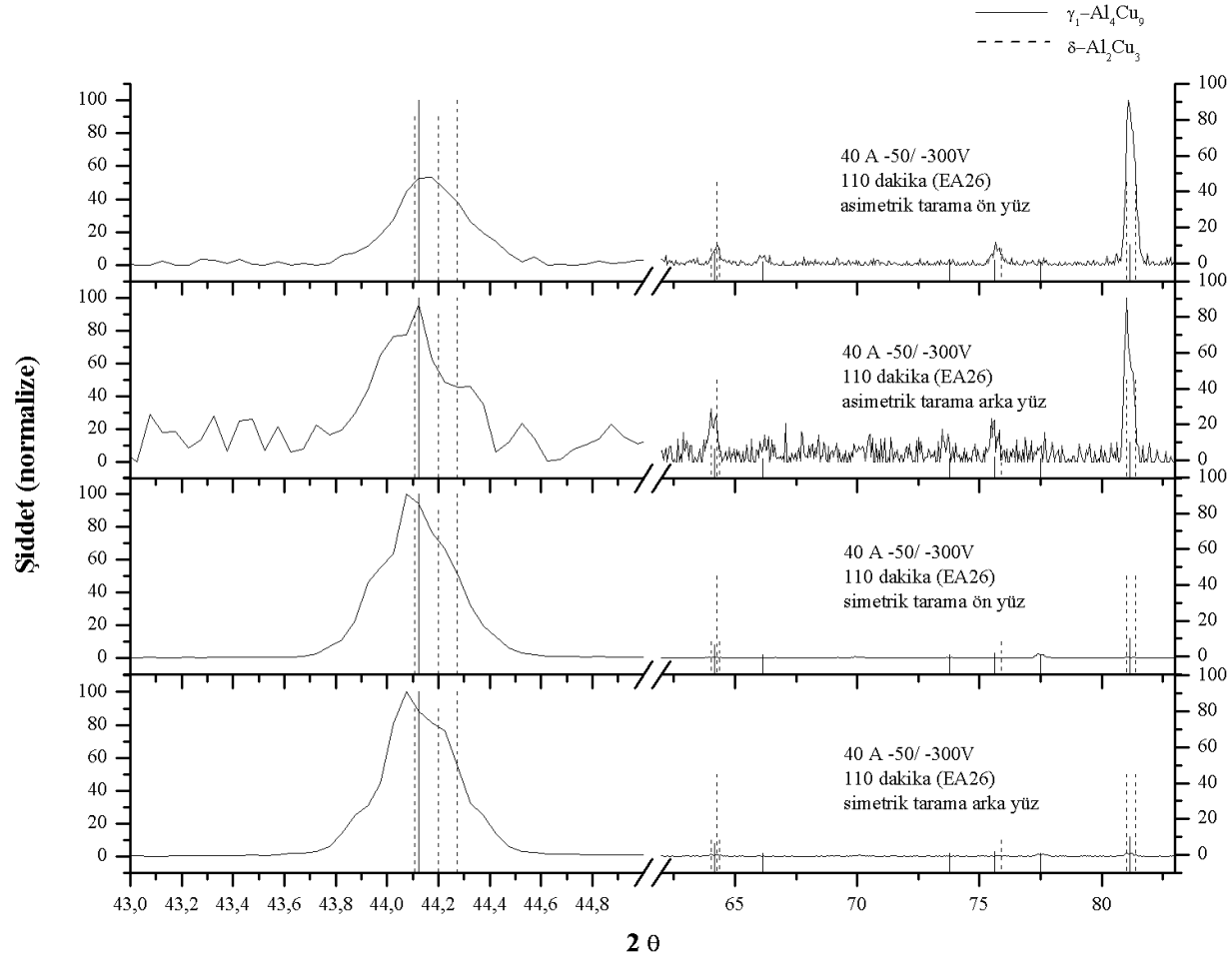
Şekil C.7 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



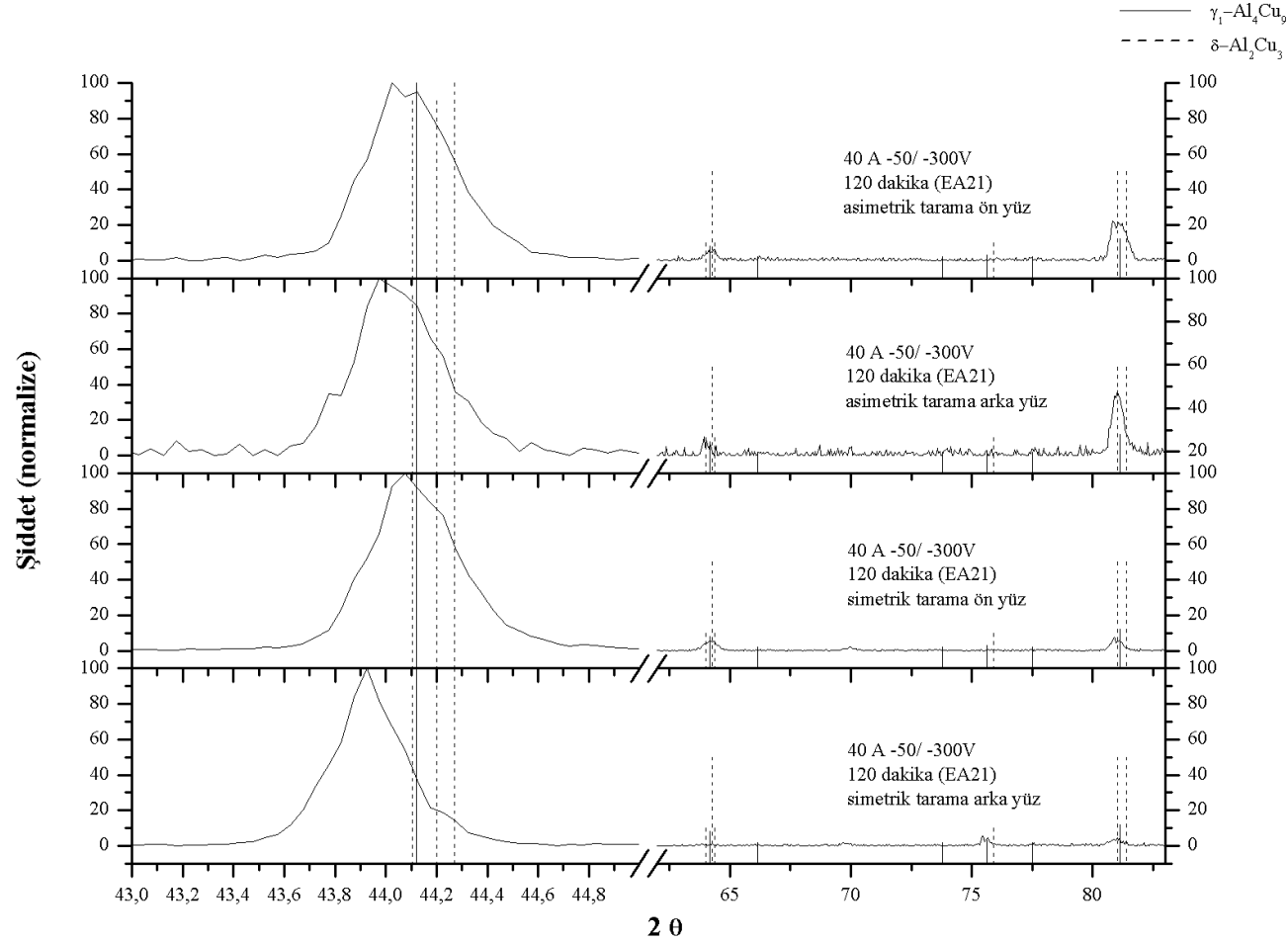
Şekil C.8 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 100 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 $^\circ\text{C}$ tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



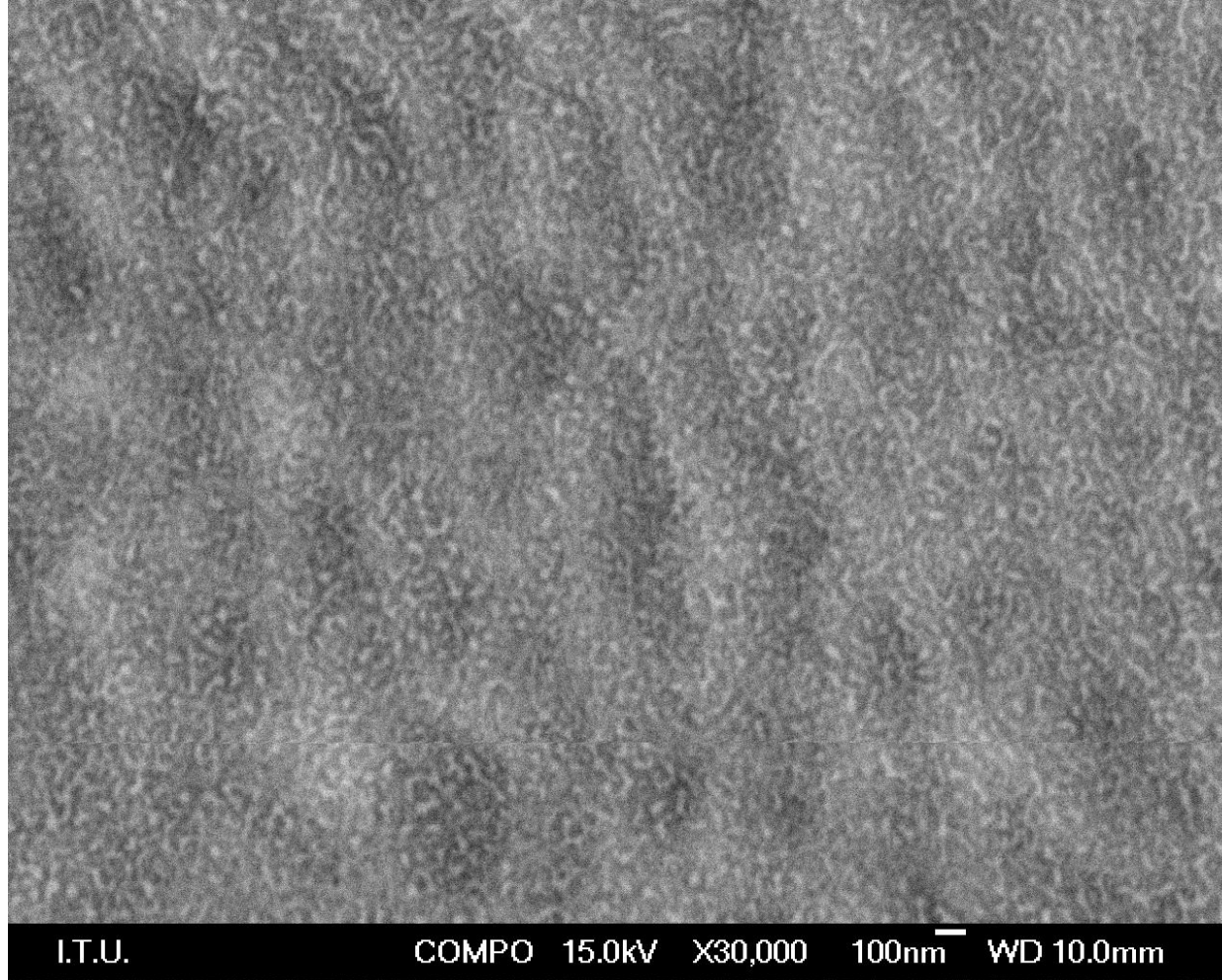
Şekil C.9 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 110 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



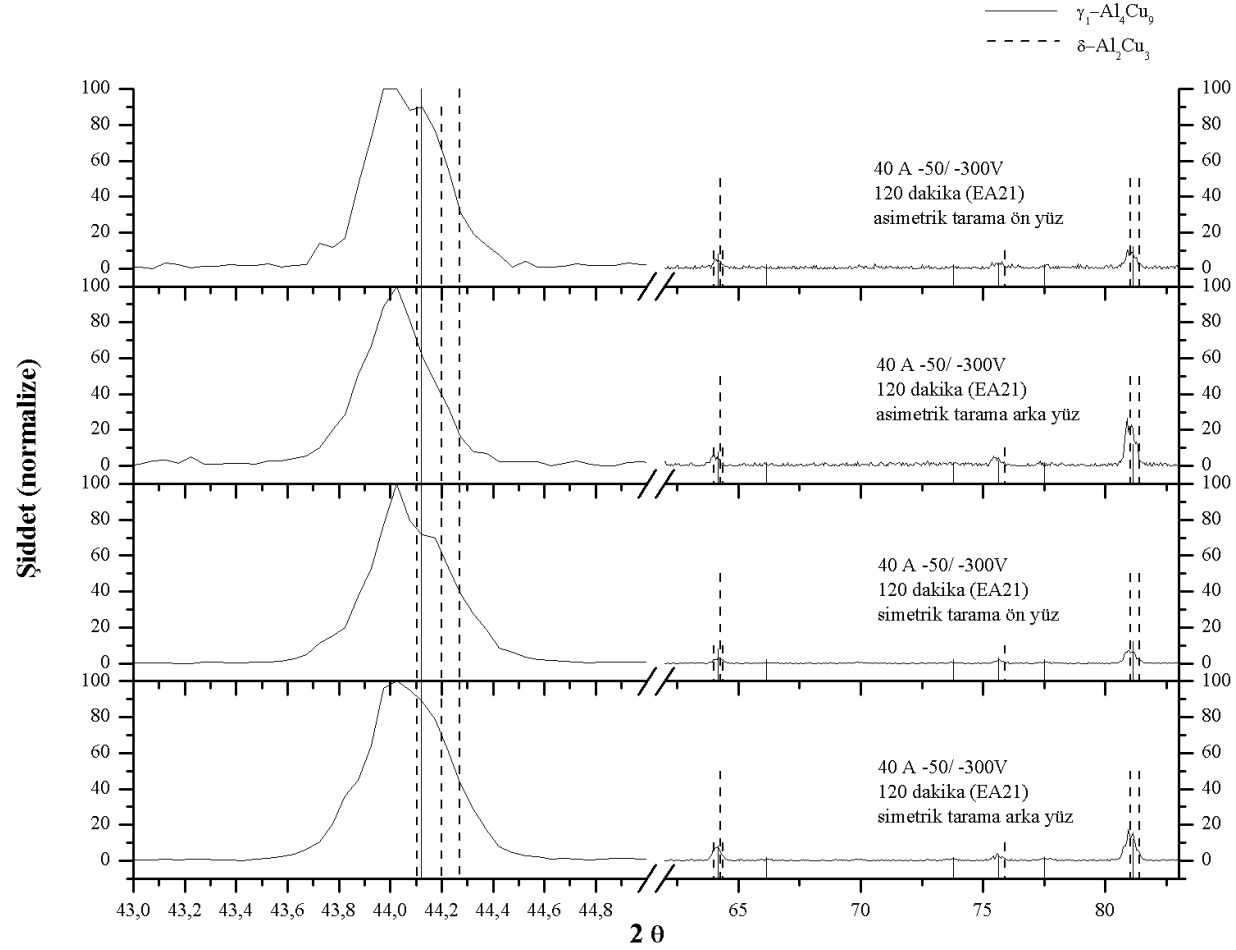
Şekil C.10 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 110 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



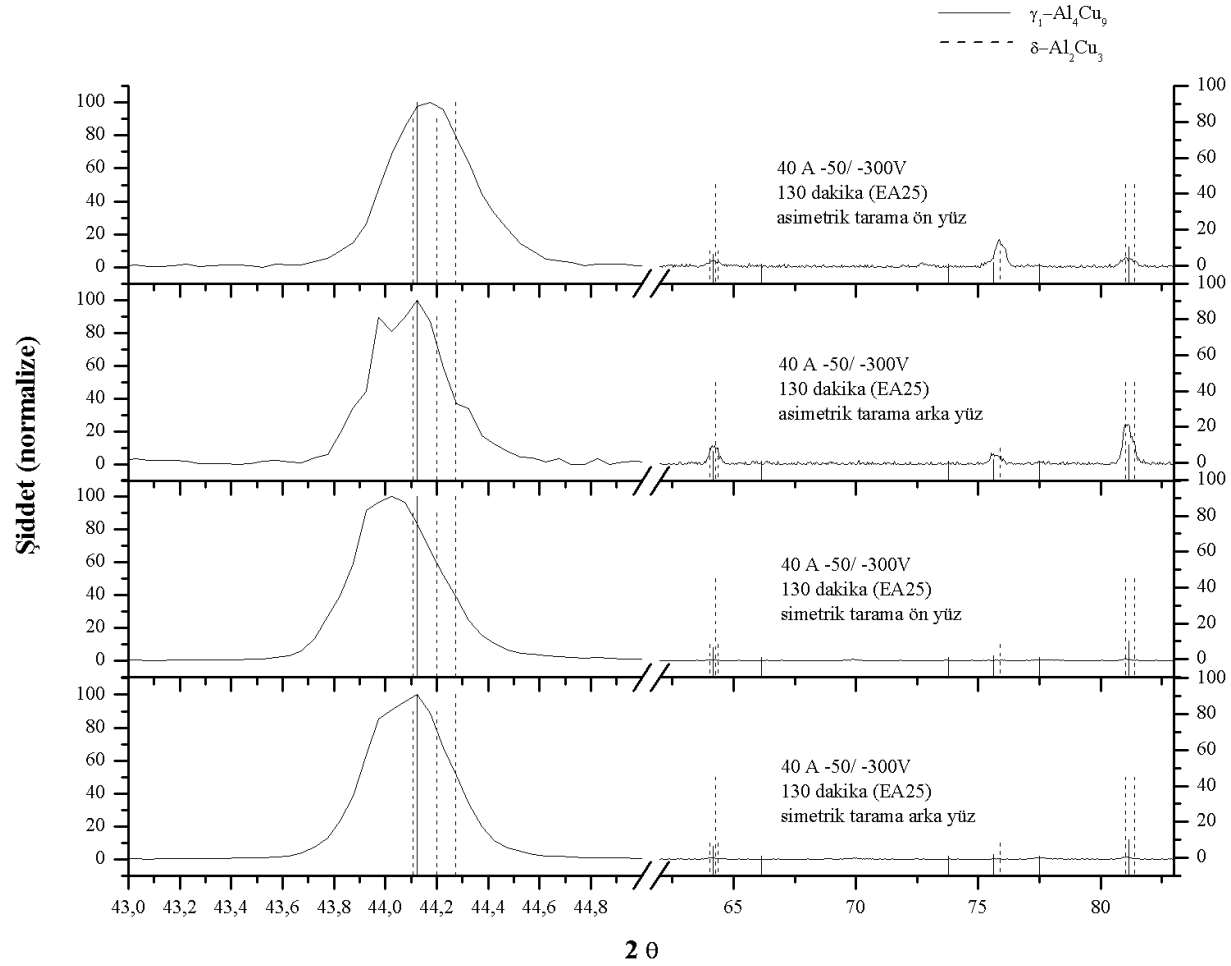
Şekil C.11 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



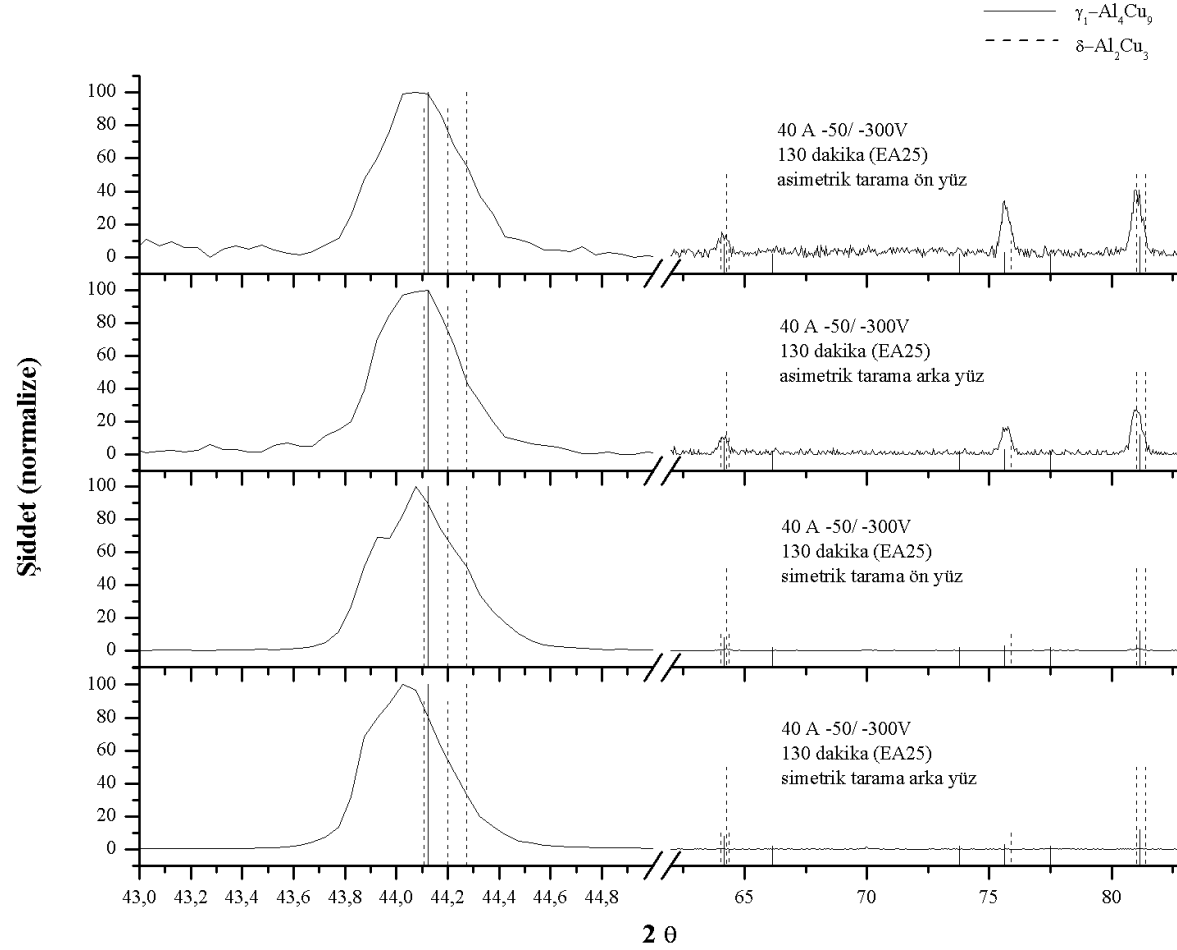
Şekil C.12 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrasında BSE yüzey görüntüsü



Şekil C.13 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

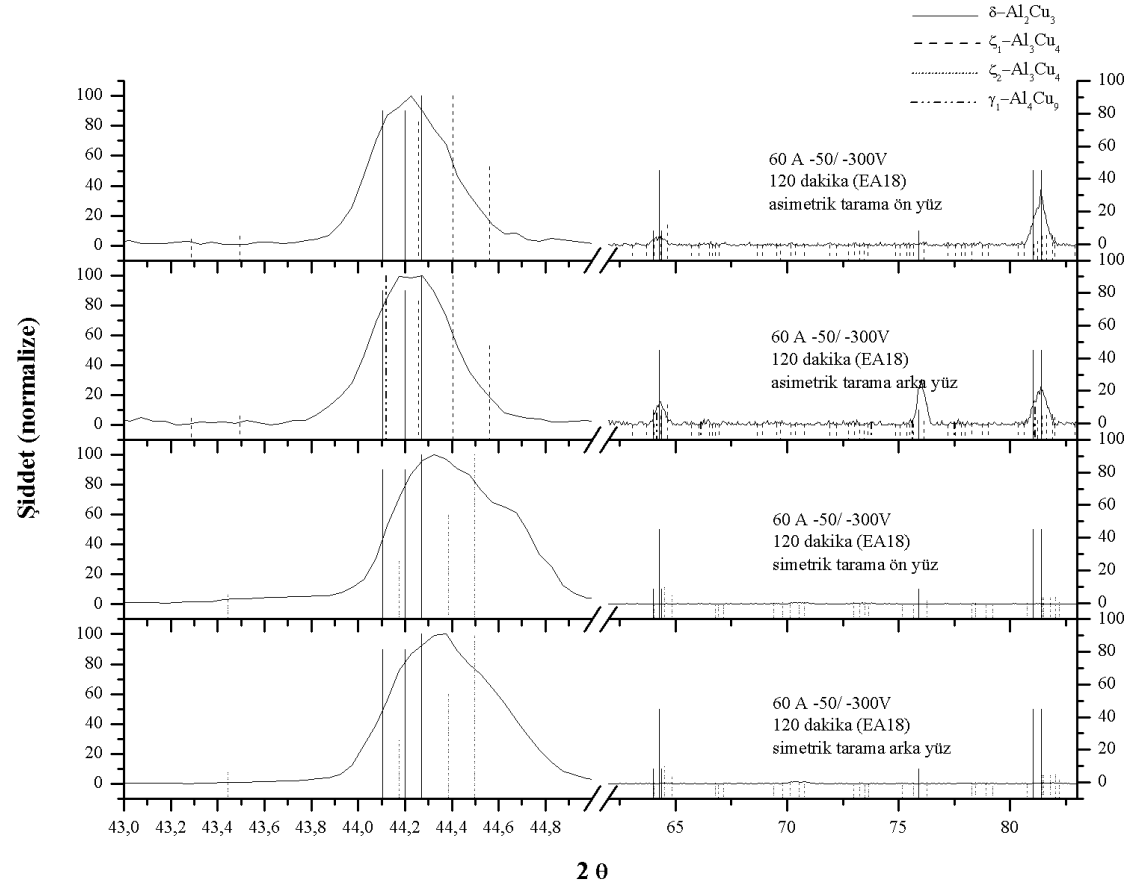


Şekil C.14 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

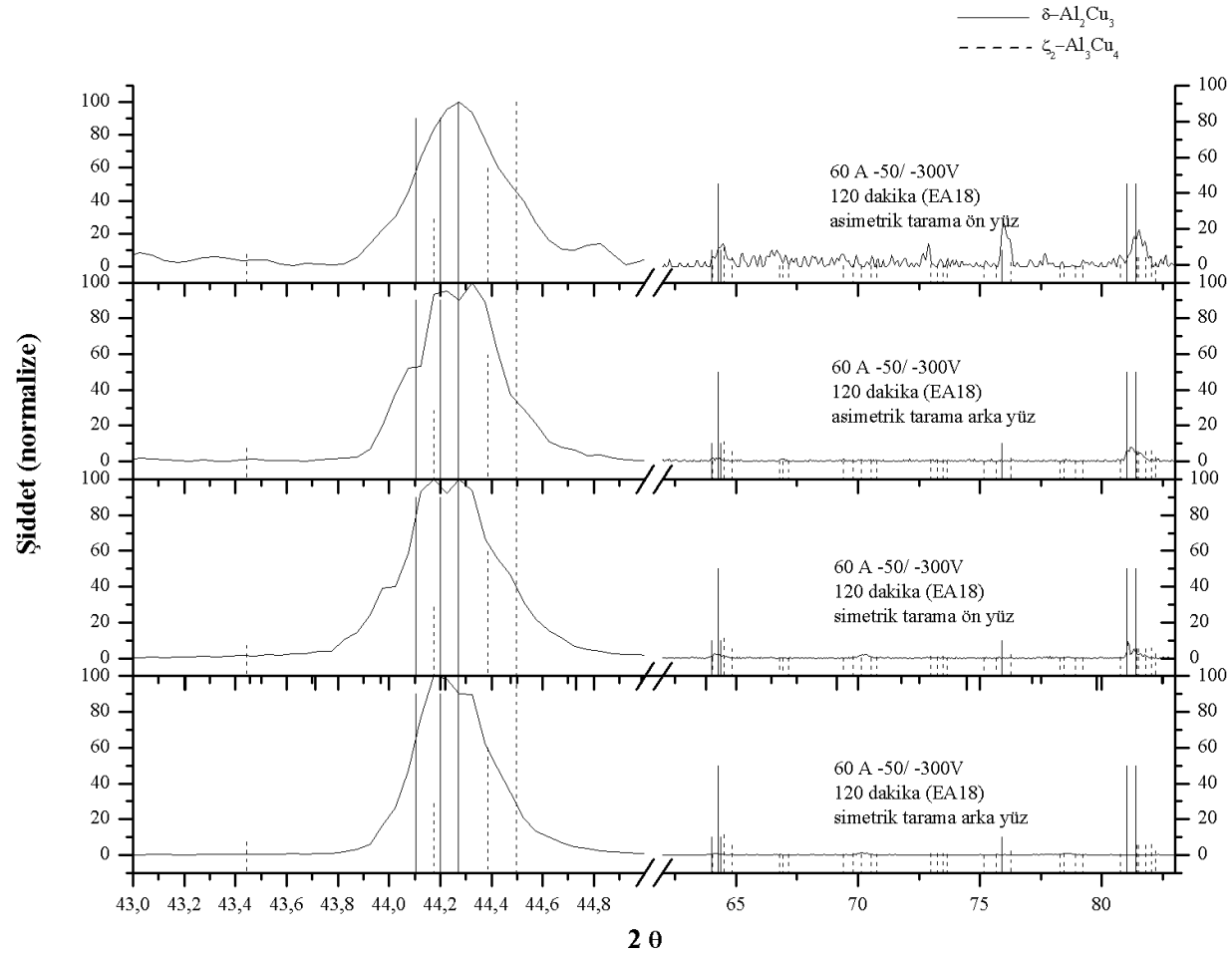


Şekil C.15 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 40 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 130 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetrik/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

EK D : 25 μm SABİT (5 DAKİKADA BİR DİĞER YÜZ) FOLYOLARIN 60 A, -50 V/ -300 V, İŞLEM VE 700 °C' DE 6 SAAT TAVLAMA SONRASI X-IŞINI TAYFLARI.

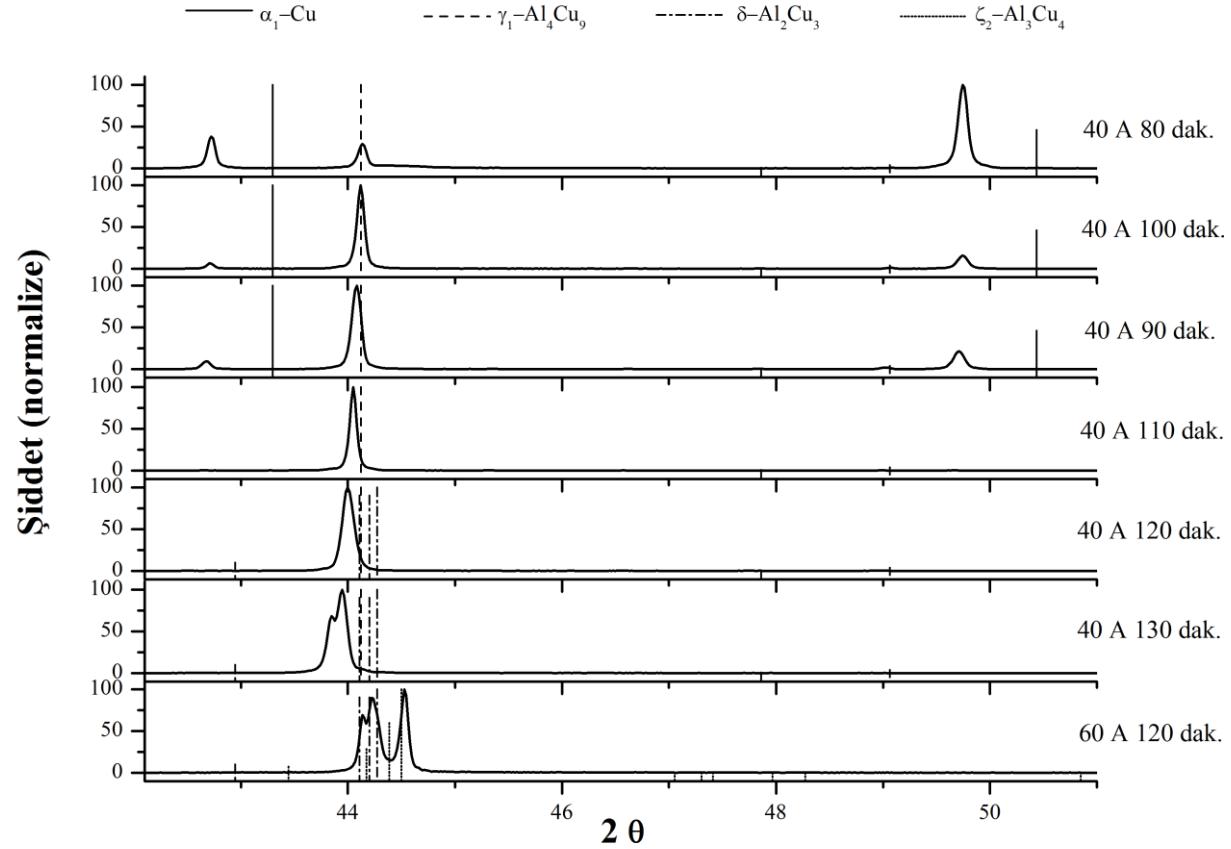


Şekil D.1 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

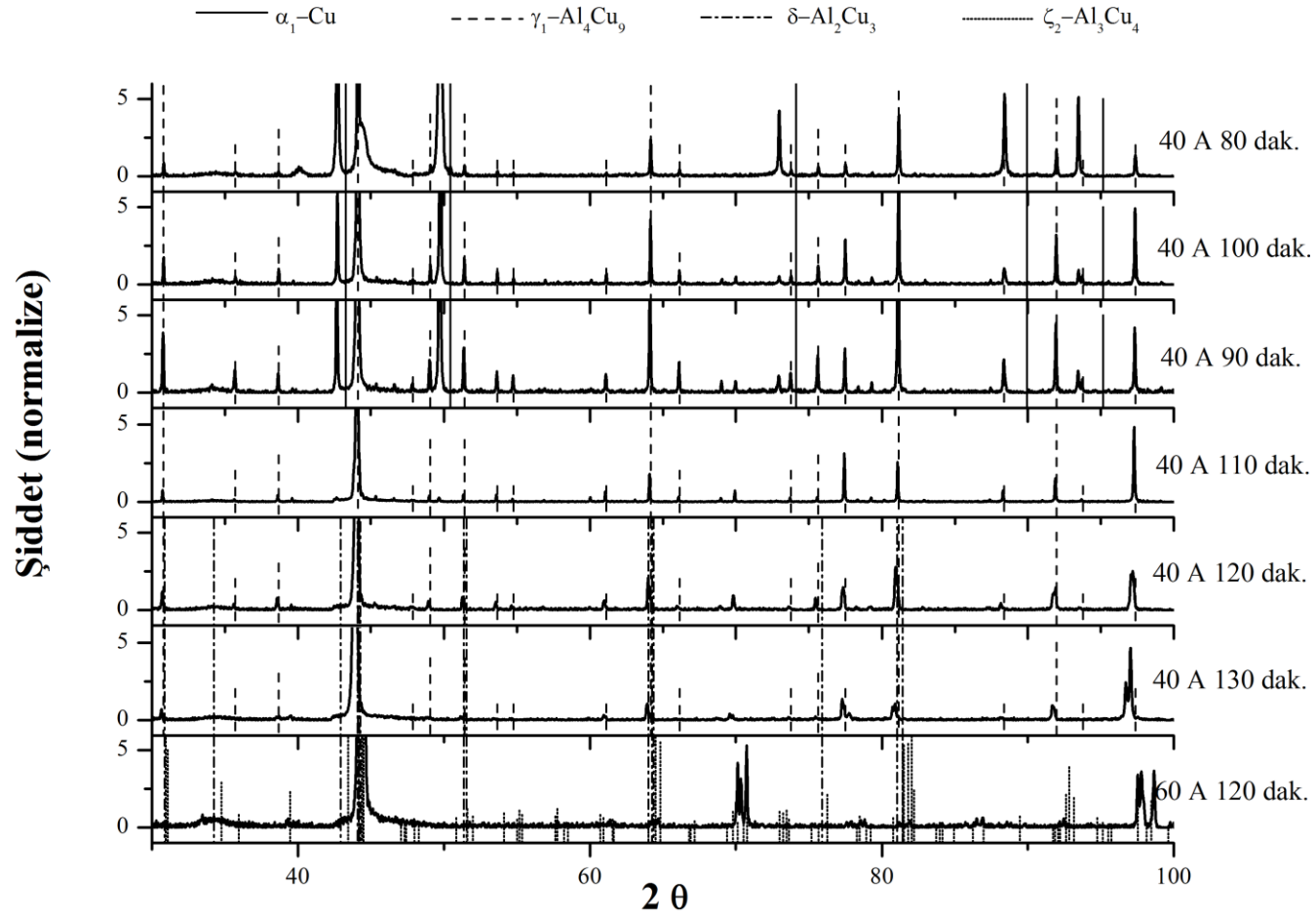


Şekil D.2 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyonun 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 120 dak işlem parametreleri ve 6 saat 700 °C tavlama sonrası ön/ arka yüzlerinden asimetric/ simetrik taranmış x-ışınları tayfları.

EK E : 25 μm SABİT (5 DAKİKADA BİR DİĞER YÜZ) FOLYOLARIN 40-60 A, -50 V/ -300 V, İŞLEM VE 700 °C' DE 24 SAAT TAVLAMA SONRASI X-IŞINI TAYFLARI.

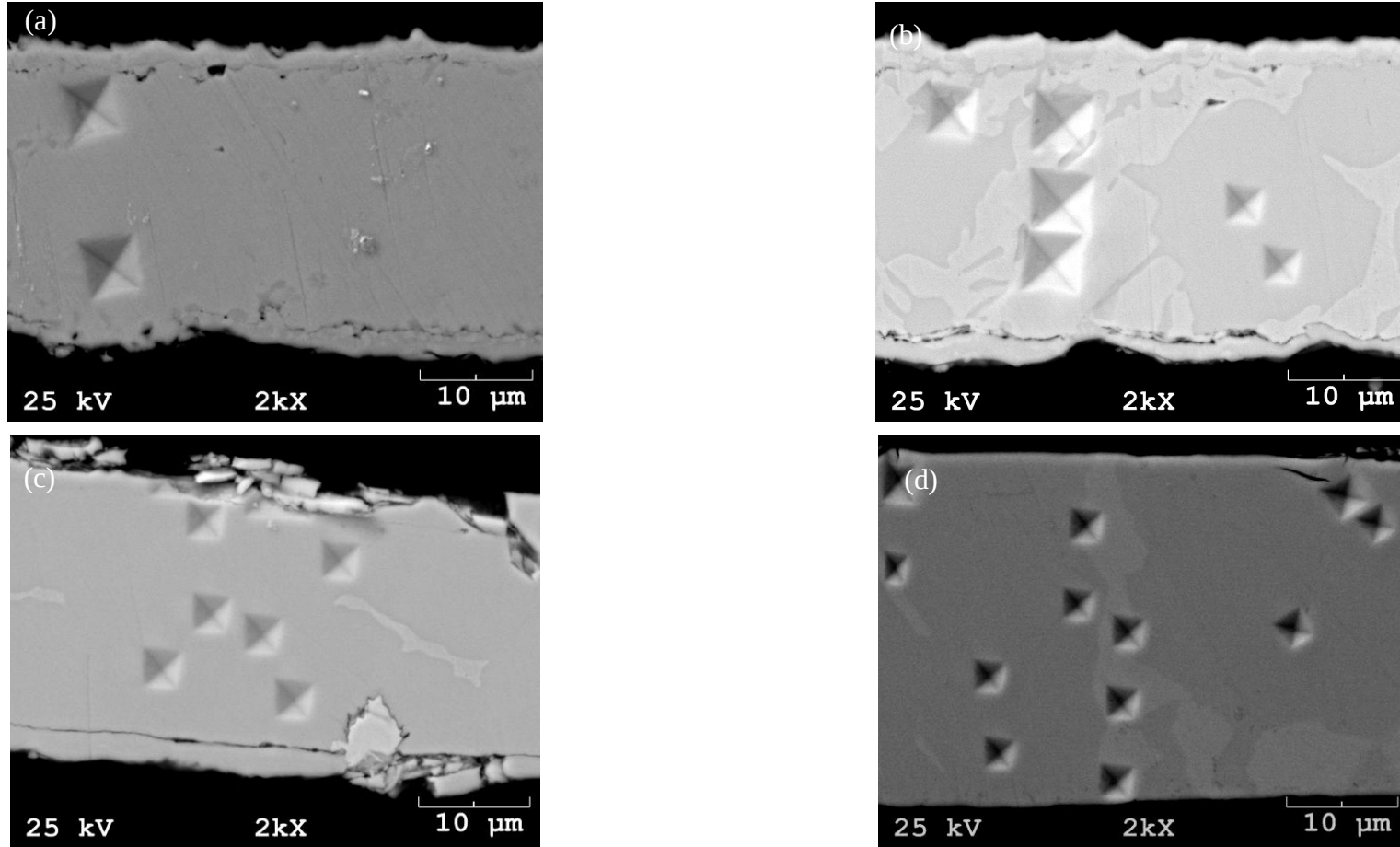


Şekil E.1 : 25 μm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyoların 40 ve 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80-130 dak işlem parametreleri ve 24 saat 700 °C tavlama sonrası simetrik taranmış x-ışınları tayfları.



Şekil E.2 : 25 µm sabit (5 dakikada bir diğer yüz) bakır folyoların 40 ve 60 A, 60 sn -50 V/ 6 sn -300 V, 80-130 dak işlem parametreleri ve 24 saat 700 °C tavlama sonrası simetrik taranmış x-ışınları tayfları, %5'lik şiddet bölgesi.

EK F : MİKROSERTLİK ÇALIŞMASI İLE BİLGİ ALINAN FAZLARA ÖRNEK BATMA İZLERİ



Şekil F.1 : Mikrosertlik çalışması ile bilgi alınan fazlara örnek batma izleri (a) β -AlCu₃, (b) α -Cu ve γ_1 -Al₄Cu₉ (c) γ_1 -Al₄Cu₉ (d) δ -Al₂Cu₃ ve ζ_2 -Al₃Cu₄

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Erdem ARPAT

Doğum Yeri ve Tarihi: İstanbul, 28.08.1979

Adres: Kılavuzçayırı Cad. Efe Sok. Işık Apt No: 3/13
Altıntepe İstanbul 34840

Lisans Üniversitesi: İstanbul Teknik Üniversitesi, Doktora (2003-2011)
İstanbul Teknik Üniversitesi, Y. Lisans (2001-2003)
İstanbul Teknik Üniversitesi, Lisans (1997-2001)
Burak Bora Anadolu Lisesi (1990-1997)

Yayın Listesi:

Arpat, E., Ürgen, M., 2011: Production of Free Standing Cu-Al Intermetallics by Cathodic Arc Plasma Treatment, *Intermetallics*, basım aşamasında, (DOI:10.1016/j.intermet.2011.07.022)

Arpat, E., Ürgen, M., Kaplan, R. C., Saraç, Y., 2004: Characterization of Co-Based Metal Oxide Films on Glass, *Key Engineering Materials*, **264-268**, 525-529.

Şam, E. D., **Arpat, E., Günay, V., 2004:** Hybrid Nano-Composite Sol-Gel Coating on Glasses, *Key Engineering Materials*, **264-268**, 395-399.

Arpat, E., Kaplan, R. C., 2002: Düzcam Yüzeylerinin CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme) Yöntemi ile Kaplanması, *Şişecam Teknik Bülten*, **2002 / 4**, 31-34.

