

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TiN İNCE FİLMLERDE BİAS VOLTAJINA BAĞLI OLARAK KALINTI
GERİLME DEĞİŞİMİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Behzat DEGE

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

ŞUBAT 2013

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TiN İNCE FİLMLERDE BİAS VOLTAJINA BAĞLI OLARAK KALINTI
GERİLME DEĞİŞİMİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Behzat DEGE
521101003**

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Yrd.Doç.Dr. Nuri SOLAK

ŞUBAT 2013

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 521101003 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Behzat DEGE**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “**TiN İnce Filmlerde Bias Voltajına Bağlı Olarak Kalıntı Gerilme Değişiminin İncelenmesi**” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Yrd.Doç.Dr. Nuri SOLAK**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Yrd.Doç.Dr. Nuri SOLAK**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN
İstanbul Teknik Üniversitesi

Doç. Dr. Oğuzhan GÜRLÜ
İstanbul Teknik Üniversitesi

Teslim Tarihi : **02 Ocak 2013**
Savunma Tarihi : **25 Şubat 2013**

ÖNSÖZ

Yüksek lisans çalışmalarım süresince yardımlarını ve engin tecrübelerini benimle paylaşan, her zaman yakın ilgi ve desteğini gördüğüm, karşılaştığım sorunları sabır ve anlayışla dinleyen, bilimsel problemlere mühendislik etiği çerçevesinde yaklaşmayı bana öğreten ve kişisel gelişimimde büyük payı olduğuna inandığım çok değerli hocam Yrd. Doç.Dr. Nuri SOLAK'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam boyunca ne zaman kapısını çalsam beni güler yüzüyle karşılayan, tezimin her aşamasında yakın ilgi ve desteğini gördüğüm, fikir ve önerilerini benimle paylaşan değerli hocam Doç.Dr. Kürşat KAZMANLI'ya teşekkürlerimi sunarım.

Kaplama ve yüzey işlemleriyle ilgili bilgi birikimlerine hayranlık duyduğum, tezimin hazırlanması sırasında her türlü olanağı sağlayan, yardım ve desteklerini benden esirgemeyen saygıdeğer hocam Prof.Dr. Mustafa ÜRGEN'e teşekkür ederim.

Bugüne kadar maddi ve manevi hiçbir fedakârlıktan kaçınmayarak bana destek olan ve beni bugünlere getiren anne ve babama teşekkür ederim.

Her zaman bana destek olan ve her an yanımda olduğunu hissettiren hayat arkadaşım Kübra DEGE'ye sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ocak 2013

Behzat Dege
Metalurji ve Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	v
İÇİNDEKİLER	vii
KISALTMALAR	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
ÖZET.....	xv
SUMMARY	xvii
1. GİRİŞ	1
2. TİN KAPLAMALAR.....	3
3. KALINTI GERİLMESİ	9
3.1 Kalıntı Gerilmesinin Nedeni.....	9
3.2 Kalıntı Gerilme Karakterizasyon Teknikleri	9
3.2.1 Tahribatlı Ölçme Yöntemleri	10
3.2.1.1 Tabaka kaldırma	10
3.2.1.2 Delik delme	11
3.2.1.3 Halka çekirdek.....	11
3.2.1.4 Kanal açma	12
3.2.1.5 Kesit profili ölçümü.....	12
3.2.1.6 Tüp yarma.....	13
3.2.1.7 İnce kesitlere ayırma.....	13
3.2.2 Tahribatsız Ölçme Yöntemleri	14
3.2.2.1 Ultrasonik yöntemler	14
3.2.2.2 Manyetik yöntemler.....	15
3.2.2.3 Termoelastik yöntemler.....	15
3.2.2.4 Fotoelastik yöntemler	15
3.2.2.5 X-ışını yöntemi.....	15
3.2.2.5.1 Williamson-Hall metodu	17
3.2.2.5.2 Warren-Averbach tekniği	20
3.2.2.5.3 Sin ² Ψ (Rocking) tekniği	20
3.2.2.5.4 FIM metodu	21
4. KARAKTERİZASYON TEKNİKLERİ.....	25
4.1 X-ışınları Difraktometresi.....	25
4.2 Pik Yerleştirme	29
4.3 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	31
4.4 Mikro Sertlik.....	33
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR ve SONUÇLAR.....	37
5.1 XRD Analizleri	37
5.1.1 Williamson-Hall tekniği kullanarak kalıntı gerilmesi analizi	39
5.1.1.1 DC150 numunesi	40
5.1.1.2 Pulse0500 numunesi	42
5.1.1.3 Pulse1300 numunesi	43
5.1.2 FIM metodu kullanarak kalıntı gerilmesi analizi	45

5.1.2.1 DC150 numunesi	45
5.1.2.2 Pulse0500 numunesi	47
5.1.2.3 Pulse1300 numunesi	48
5.2 Sertlik Sonuçları	50
5.3 SEM Görüntüleri.....	51
5.3.1 Yüzey görüntüleri.....	51
5.3.2 Kesit görüntüleri.....	52
5.3.3 Rockwell C yapışma testi	53
5.4 Kimyasal Kompozisyon Analiz Sonuçları.....	55
5.4.1 DC150 numunesi.....	55
5.4.2 Pulse0500 numunesi.....	56
5.4.3 Pulse1300 numunesi.....	56
6. GENEL SONUÇLAR VE YORUMLAR.....	59
KAYNAKLAR.....	61
ÖZGEÇMİŞ	65

KISALTMALAR

EDS	: Enerji Dağılımlı X-Işınları Analizi (Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy)
FIM	: Sabitlenmiş Çoklu Düzlemler (Fixed Incidence Multiplane)
FWHM	: Maksimum Yüksekliğin Yarısının Genişliği (Full Width at Half Maximum) Fixed Incidence Multiplane
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope)
XRD	: X-Işınları Difraksiyonu (X-Ray Diffraction)

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Literatürdeki bazı çalışmalardaki TiN kaplamaların kaplama yöntemi, kalıntı gerilmesi, ölçme yönteminin karşılaştırması ve varsa bias voltajlarının karşılaştırması.	3
Çizelge 3.1 : Kalıntı gerilme test yöntemleri.	9
Çizelge 3.2 : Sembol tablosu.	19
Çizelge 3.3 : Sembol tablosu.	22
Çizelge 4.1 : Kalıntı gerilme hesaplamalarında pik yerleştirme işlemi sırasında en çok kullanılan matematiksel fonksiyonlar.	29
Çizelge 5.1 : Kaplama parametreleri.	37
Çizelge 5.2 : DC150 numunesinin Fityk değerleri (mavi kutular Fityk programından bulunan sonuçlar, turuncu kutular grafik çizimi için hesaplanan değerler).	41
Çizelge 5.3 : DC150 numunesinin kalıntı gerilmesi ve tane boyutu hesabı.	41
Çizelge 5.4 : Pulse0500 numunesinin Fityk değerleri (mavi kutular Fityk programından bulunan sonuçlar, turuncu kutular grafik çizimi için hesaplanan değerler).	42
Çizelge 5.5 : Pulse0500 numunesinin kalıntı gerilmesi ve tane boyutu hesabı.	43
Çizelge 5.6 : Pulse1300 numunesinin Fityk değerleri (mavi kutular Fityk programından bulunan sonuçlar, turuncu kutular grafik çizimi için hesaplanan değerler).	44
Çizelge 5.7 : Pulse1300 numunesinin kalıntı gerilmesi ve tane boyutu hesabı.	45
Çizelge 5.8 : DC150 numunesinin XRD değerleri.	46
Çizelge 5.9 : DC150 numunesinin kalıntı gerilmesi.	47
Çizelge 5.10 : Pulse0500 numunesinin XRD değerleri.	47
Çizelge 5.11 : Pulse0500 numunesinin kalıntı gerilmesi.	48
Çizelge 5.12 : Pulse1300 numunesinin XRD değerleri.	49
Çizelge 5.13 : Pulse1300 numunesinin kalıntı gerilmesi.	50
Çizelge 5.14 : Numunelerin sertlik sonuçları.	50
Çizelge 5.15 : DC150 numunesinin elementel analiz sonucu.	55
Çizelge 5.16 : Pulse0500 numunesinin elementel analiz sonucu.	56
Çizelge 5.17 : Pulse1300 numunesinin elementel analiz sonucu.	57
Çizelge 5.18 : Deneyler sonunda elde edilen bütün sonuçlar.	57

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Bükülme sonrası plastik deformasyonun neden olduğu kalıntı gerilme: (a) elastik sınırının altına yükleme; (b) elastik sınırın üstünde yükleme; (c) yükü boşaltılmış. Gölge bölge plastik deformasyonun olduğu bölgedir. 5	
Şekil 2.2 : SiO ₂ üzerine TiN kaplamasının değişen akım yoğunluğuna bağlı olarak yönlenmenin oluşması ve XRD analiz sonuçlarında bunun gözlemlenmesi (H&man, Sundgren, Greene, Bergstrom, & Petrov, 1995).	6
Şekil 2.3 : T-şekilli vakum filtreli ark plazma kaynağının şematik gösterimi (Aksenov, Strel'nitskij, Vasilyev, & Zaleskij, 2003).	7
Şekil 3.1 : Delik delme yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).	11
Şekil 3.2 : Halka çekirdek yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).	11
Şekil 3.3 : Kanal açma yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).	12
Şekil 3.4 : Kesit profili ölçme yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).	13
Şekil 3.5 : Tüp yarma yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).	13
Şekil 3.6 : İnce kesitlere ayırma yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).	14
Şekil 3.7 : Geleneksel XRD yöntemi (Cullity, 1956).	16
Şekil 3.8 : Williamson-Hall metodu kullanılan X-ışınları – numune yüzeyindeki açılar şematik gösterimi. (X = X-ışınları demeti, L ₃ = difraksiyon vektörü, S ₃ = yüzey normali, Ψ = numune döndürme açısı ve θ = difraksiyon açısı) (Sarioğlu, Demirler, Kazmanlı, & Ürgen, 2005).	17
Şekil 3.9 : Gerilme sonucu piklerdeki değişim.	18
Şekil 3.10 : Sinθ - β*cosθ grafiği.	20
Şekil 3.11 : Sin ² Ψ yönteminde kullanılan X-ışınları – numune yüzeyindeki açılar şematik gösterimi. (X = X-ışınları demeti, L ₃ = difraksiyon vektörü, S ₃ = yüzey normali, Ψ = numune döndürme açısı ve θ = difraksiyon açısı) (Sarioğlu, Demirler, Kazmanlı, & Ürgen, 2005).	21
Şekil 3.12 : FIM yönteminde kullanılan X-ışınları – numune yüzeyindeki açılar şematik gösterimi. (X = X-ışınları demeti, L ₃ = difraksiyon vektörü, S ₃ = yüzey normali, Ψ = numune döndürme açısı ve θ = difraksiyon açısı) (Sarioğlu, Demirler, Kazmanlı, & Ürgen, 2005).	21
Şekil 3.13 : sin ² Ψ - Δd grafiği.	23
Şekil 4.1 : Elektromanyetik spektrum (Keiner, 2007).	25
Şekil 4.2 : X-ışınlarının oluşumu (Center for Materials Science and Engineering, 2008).	26
Şekil 4.3 : Elektron kopmasıyla x-ışınlarının oluşumu (JEOL Ltd., 2012).	27
Şekil 4.4 : X-ışınlarının atomik düzlemlerden difraksiyonu (Center for Materials Science and Engineering, 2008).	27
Şekil 4.5 : Philips PW-3710 model XRD cihazı.	28
Şekil 4.6 : Örnek numunenin FitYK isimli programın kullanılmasıyla çizilen 40 – 80 dereceler arası XRD analiz sonucu.	30
Şekil 4.7 : Örnek numunenin FitYK isimli programın kullanılmasıyla çizilen 46 – 48 dereceler arası XRD analiz sonucu.	30

Şekil 4.8 : SEM'in şematik yapısı (JEOL Ltd., 2012).	31
Şekil 4.9 : Elektron Demeti Numune Etkileşimi (JEOL Ltd., 2012).	32
Şekil 4.10 : JEOL JSM-7000F marka tarama elektron mikroskobu (SEM).	33
Şekil 4.11 : Mikro sertlik deneyinin yapılışı (Fischer Instrumentation (GB) Ltd, 2007).	34
Şekil 4.12 : Fischer HP100 X-Y Prog model ultra mikro sertlik cihazı.	35
Şekil 5.1 : DC150, Pulse0500 ve Pulse1300 numunelerin XRD analiz sonuçları.	38
Şekil 5.2 : DC150, Pulse0500 ve Pulse1300 numunelerin 5° giriş açılı ince film tekniği ile XRD analiz sonuçları.	38
Şekil 5.3 : DC150, Pulse0500 ve Pulse1300 numunelerin 1° giriş açılı ince film tekniği ile XRD analiz sonuçları.	39
Şekil 5.4 : DC150 numunesine ait XRD analiz sonucuna uygun pikin yerleştirilmesi.	40
Şekil 5.5 : DC150 numunesinin $\sin\theta - \beta^*\cos\theta$ çizimi.	41
Şekil 5.6 : Pulse0500 numunesine ait XRD analiz sonucuna uygun pikin yerleştirilmesi.	42
Şekil 5.7 : Pulse0500 numunesinin $\sin\theta - \beta^*\cos\theta$ çizimi.	43
Şekil 5.8 : Pulse1300 numunesine ait XRD analiz sonucuna uygun pikin yerleştirilmesi.	44
Şekil 5.9 : Pulse1300 numunesinin $\sin\theta - \beta^*\cos\theta$ çizimi.	44
Şekil 5.10 : DC150'nin 1° giriş açılı ince film XRD çekimi.	46
Şekil 5.11 : DC150 numunesinin $\sin^2\Psi - \Delta d$ çizimi.	46
Şekil 5.12 : Pulse0500'nin 1° giriş açılı ince film XRD çekimi.	47
Şekil 5.13 : Pulse0500 numunesinin $\sin^2\Psi - \Delta d$ çizimi.	48
Şekil 5.14 : Pulse1300'nin 1° giriş açılı ince film XRD çekimi.	49
Şekil 5.15 : Pulse1300 numunesinin $\sin^2\Psi - \Delta d$ çizimi.	49
Şekil 5.16 : DC150 numunesinin 2000x, 5000x ve 20000x büyütme yüzey SEM görüntüleri.	51
Şekil 5.17 : Pulse0500 numunesinin 2000x, 5000x ve 20000x büyütme yüzey SEM görüntüleri.	51
Şekil 5.18 : Pulse1300 numunesinin 2000x, 5000x ve 20000x büyütme yüzey SEM görüntüleri.	52
Şekil 5.19 : DC150 numunesinin SEM görüntüsü.	52
Şekil 5.20 : Pulse0500 numunesinin SEM görüntüsü.	53
Şekil 5.21 : Pulse1300 numunesinin SEM görüntüsü.	53
Şekil 5.22 : DC150 numunesinin Rockwell C sonrası SEM görüntüsü.	54
Şekil 5.23 : Pulse0500 numunesinin Rockwell C sonrası SEM görüntüsü.	54
Şekil 5.24 : Pulse1300 numunesinin Rockwell C sonrası SEM görüntüsü.	54
Şekil 5.25 : DC150 numunesinin kesit görüntüsü.	55
Şekil 5.26 : Pulse0500 numunesinin kesit görüntüsü.	56
Şekil 5.27 : Pulse1300 numunesinin kesit görüntüsü.	56

TiN İNCE FİLMLERDE BİAS VOLTAJINA BAĞLI OLARAK KALINTI GERİLMESİ DEĞİŞİMİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Endüstriyel uygulamalarda kullanılacak ürünlerde sıklıkla TiN kaplamalar kullanılmaktadır. Parçaların aşınma dirençlerini geliştirerek parçaların daha uzun süre kullanılmalarında önemli rol oynarlar. İyi özellikleri (yüksek sertlik, yüksek aşınma dayanımı, kimyasal kararlılık, korozyon direnci, biyolojik uygunluk, kaplandığı malzemenin ömrünü uzatma) sayesinde birçok alanda kullanılmaktadır. Bu özelliklerini etkileyen önemli parametrelerden biri kaplamadaki kalıntı gerilmesidir.

Malzemelerde kalıntı gerilmeleri malzemeye etki eden önemli problemlerden biridir. Kalıntı gerilmeleri termal genleşme, plastik deformasyon ve faz transferi neticesinde oluşmaktadır. Bu etkiler malzemeye bölgesel etki etmektedir. Bunların sonucunda malzemede oluşan hacimsel farklı büyüklük değişimleri neticesinde malzemede kalıntı gerilmesi oluşmaktadır.

Kalıntı gerilmesinin tespiti ve belirlenmesi malzeme ömrü ve servis şartları için gereklidir. Özellikle de nitrürlü filmlerde kalıntı gerilmesi sertlik ve aşınma direnci üzerinde önemli bir etkene sahiptir. Kalıntı gerilme analiz yöntemleri genel olarak tahribatlı ve tahribatsız yöntemler olarak iki temel başlığa ayrılmaktadır. İnce film yüzey hassasiyetleri neticesinde bu tür malzemelerde en çok tahribatsız muayene yöntemlerinden XRD ile kalıntı gerilmesi analizi yapılmaktadır. Bu tez çalışmasında en çok tercih edilen Williamson-Hall tekniği ile FIM metodu tercih edilmiştir.

Tez çalışması sırasında kaplama altlığı olarak yüksek hız çeliği altlık seçilmiştir. Altlıklar kaplama öncesinde yüzey temizleme işlemleri ile temizlenmiş daha sonrasında da vakum filtreli ark plazma tekniği ile 3 farklı bias (150V, 500V ve 1300V) voltajı uygulanarak TiN ile kaplanmıştır.

TiN kaplamalara ilk olarak XRD ile kalıntı gerilmesi ve tane boyutu analizi yapılmıştır. Ardından kaplamaların mikro sertlikleri incelenmiştir. Üretilen kaplamalara son olarak yapılan karakterizasyon çalışmalarında da; taramalı elektron mikroskopuyla kaplama tabakasının yüzey ve kesit morfolojisi incelenmiş, EDS analizi ile kaplamaların kimyasal bileşimleri belirlenmiştir.

XRD analizleri sonucunda kaplama yüzey yapının çok büyük bir bölümünün TiN olduğu gözlemlenmiştir. Kaplama yapısı içerisinde az miktarda Ti_2N oluşmaya başladığı ve altlık malzemesinden de demir geldiği tespit edilmiştir. XRD analiz sonuçlarından çıkan bir diğer sonuç da yapıda yönelmelerin olduğudur.

Williamson-Hall tekniği kullanılarak çıkan sonuçlardan artan bias voltajına bağlı olarak kalıntı gerilmesinin önce azaldığı daha sonra artan bias voltajına bağlı olarak tekrar arttığı belirlenmiştir. Tane boyutunun da ise artan bias voltajıyla beraber ortalama tane boyutunun da azaldığı tespit edilmiştir.

Artan bias voltajına bağı olarak kalıntı gerilmesinin önce azaldığı daha sonra da arttığı anlaşılmaktadır. Kalıntı gerilmesinin bu davranışı bias voltajına bağı olarak yapısal ve mekaniksel özelliklerdeki değişmeler neticesi oluşmaktadır.

Kalıntı gerilmesi değişimine benzer olarak artan bias voltajına bağı olarak sertliğin önce düştüğü daha sonra da arttığı belirlenmektedir.

Artan bias voltajına bağı olarak TiN’de yönlenmelerin gerçekleştiği çıkarılmaktadır. Bu yönlenmeler belli bir bias voltajına kadar kalıntı gerilmesi ve sertliği gibi mekanik özelliklerde azalma etkisi oluştururken belli bir bias voltajından sonra mekanik özellikleri artıran etki gösterdiği çıkarılmıştır.

Willimson-Hall metodu ve FIM yönteminin birbirlerini destekledikleri belirlenmektedir, ancak Willimson-Hall metodu ile elde edilen kalıntı gerilmesi sonucunun FIM yöntemiyle kalıntı gerilmesi sonuç değerlerinden nispeten daha düşük değerler verdiği tespit edilmektedir.

THE RESIDUAL STRESS ANALYSIS OF TiN THIN FILMS DEPENDING ON CHANGING BIAS VOLTAGE

SUMMARY

TiN coatings are commonly used in products to be used in industrial applications. Improving the wear resistance of the parts have a significant impact their use of parts for a longer time. Used in many areas with good features (high hardness, high wear resistance, chemical stability, corrosion resistance, biological stability, lengthening the life of the material covered). This is one of the most important parameters affecting the properties of the residual stretching of the coating. The main reason for the formation of residual stresses in coatings coating is due to the difference in thermal expansion coefficient between the substrate. While coating covering the residual stress is unavoidable. Residual stress is one of the most important parameters affecting the properties of the coating.

One of the major problems in materials that the residual stresses. Need to pay attention to the residual stresses on the materials. The reasons of residual stresses are thermal expansion, plastic deformation and phase transformation. It affects local action on the material. This effects have a stratified and / or regional impacted on materials. As a result of different volumetric changes in the size of the material is occurred the residual stress. Almost every manufactured product, there is a process that changes the shape of the material properties and residual stress consists of a slight. These stresses are formed; processing, installation, service of process is unlikely to be easy to guess. When combined with the loads acting on the workpiece material, these stresses can cause cracking or distortion. The effect of residual stress is different for the performance of the material. Sometimes it may be useful to stress the material can sometimes negative for the material.

TiN coatings as well as coatings, residual stress in the formation of the most fundamental reason is the difference in thermal expansion between coating and substrate. Although the term is widely used in measuring the residual stress is a feature that cannot be measured directly. Some of the features, such as the measurement of stress and strain measurement techniques for stress requires an estimation of the compound. The calculation of the normal stresses in the calculation of residual stresses is more difficult. Residual stress measurements can not be performed using conventional stress analysis procedures. Because the sensors are only used to measure the change in tension caused by the applied load. These sensors cannot work directly with residual stresses.

A load without the application of residual stress in the material from the outside, can exist in equilibrium with its environment, such as fixed in a material can be described as the tensile. Residual stress may occur in almost every process step of the material. Mechanical, thermal and / or chemical origin of the residual stresses can be classified as a component. Materials produced by mechanical manufacturing processes are often non-uniform residual stresses are caused by plastic deformation. This tension,

during the application process or may occur naturally or as a component for raising the profile of a particular strain can be introduced intentionally.

Materials, methods of measuring residual voltage in general, can be grouped under two headings, the first of these destructive methods, and the second non-destructive methods.

Mechanical methods of non-destructive methods other name. In these methods, the removal of part or layer of the hole or channel chip parts such as the abolition of the opening and then the piece is based on the measurement of residual stress based on a snapshot of the balance.

The difference between the non-destructive methods of non-destructive methods of physical and crystallographic properties of the material connection with the establishment of relations between the residual stresses are using. However, there is also a situation like this, non-destructive methods, only information from the surface is received, the data will be received at the same time, the depths of the portion of the material or material needs to be completely destroyed. In such cases, the surface of the track and the track surface residual stress under the different measurement methods used in the calculation. Methods in similar situations, the type of material, the type of residual stress, the problems of measuring, measuring the number of receive, track geometry, laboratory conditions, considering the method of measurement accuracy and cost-selected options such as.

Another important parameter in the coating method of coatings. Traditional methods of PVD consists of unwanted droplet. This droplet negative effect on the mechanical properties of the coating. Ti droplet phase occurs in nature due to the soft-hard changes in the mechanical properties of the dispersed structure of TiN. To resolve this problem by using a newly developed coating are vacuum filtered arc plasma source.

Residual stress detection and identification required for working life and service conditions of materials. Especially, residual stress is significant factors for hardness and wear resistance in the nitride films. In general residual stress analysis is divided into two basic categorize as a non-destructive and destructive methods. As a consequence of the surface sensitivity of this type of thin film materials, non-destructive methods of XRD residual stress analysis is commonly used. In this thesis, the most preferred technique FIM Williamson-Hall method is preferred.

High-speed steel substrate has been selected as a base during the coating of this thesis. The substrates are before coating with surface cleaning processes and then coated TiN with filtered vacuum arc plasma technique by three different bias (150V, 500V and 1300V) applying voltage.

Primarily it was first made by XRD analysis of the residual stress and grain size to TiN coating. Then, micro-hardness of coatings were examined. Finally, characterization studies to produced coatings; the coating layer surface and cross section morphology were examined by scanning electron microscope, the chemical composition of the coatings were determined by EDS analysis.

XRD analysis of experimental studies conducted in the first step. The first studies were carried out by XRD analysis methods gonio mode. From 20 to 140 degrees in experimental studies examined gonio mode. As a result of XRD analysis a very large part of surface structure of the coating was observed TiN. Ti₂N small quantities began to occur in the coating structure and also iron was determined on the substrate material. Another result of the XRD analysis results is that the orientations of the structure.

Using Williamson-Hall technique, the grain size of the samples as well as possible to obtain information about the residual stresses. The results of using the technique of Williamson-Hall; depending on increasing bias voltage, first determined residual stress decreased and then again increased. Particle size is also the average particle size decreased with increasing bias voltage has been detected.

It is understood that increasing the bias voltage depending on the residual stress is before decreased and then increased. The behavior of the residual stress is composed as a result of changes in the structural and mechanical properties depending on the bias voltage. Filtered vacuum arc plasma source avoid droplet coated with a coating as a result of increased mechanical properties and residual stress is observed to decrease.

Similarly, increased residual stress change in the bias voltage is determined depending on the hardness first increased and then decreased.

Depending on increasing bias voltage the orientation takes place TiN removed. It is understood that orientation comes true in TiN. Orientations up to a certain bias voltage of this residual stress and the effect of reduction in mechanical properties such as hardness after creating a certain bias voltages may further increase the mechanical properties were shown.

It is determined Williamson-Hall method and FIM method support each other, however, the residual stress obtained by the method of Hall Williamson method, residual stress resulting values FIM outcome given the relatively low values is determined.

1. GİRİŞ

TiN kaplamalar endüstriyel uygulamalarda kullanılacak ürünlerde sıklıkla kullanılmaktadır. Özellikle de parçaların aşınma dirençlerini geliştirerek parçaların daha uzun süre kullanılmalarında önemli rol oynarlar (Carrasco, Vergara, Benavente G., Mingolo, & Rios, 2002). Kalıntı gerilmesi TiN kaplamaların sertlik, yapışma ve aşınma özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. TiN kaplamasının üretim prosesindeki parametreleri kalıntı gerilmesi üzerinde etkilidir. Kaplama sıcaklığı, kaplama süresi, kaplama kalınlığı, bias voltajı, gaz basıncı ve taban malzeme gibi parametreler bunlardan bir kaçıdır (Demirler & Taptık, 2005).

Malzeme içinde bulunan kalıntı gerilmeleri, dış etkenlere maruz kalınan gerilmeler ve parça içerisindeki hata ve bozukluklar malzemenin ömrünü etkileyen parametrelerdir. Kalıntı gerilmeleri termal genleşme, plastik deformasyon ve faz transferi nedeniyle oluşmaktadır. Bu etkiler malzemede tabakalı ve/veya bölgesel etki etmektedir. Bunların sonucunda malzemede oluşan hacimsel farklı büyüklük değişimleri neticesinde malzemede kalıntı gerilimi oluşmaktadır (Kampfe, 2000). Neredeyse her üretilen üründe malzemenin özelliklerini ve şeklini değiştiren bir işlem varsa az da olsa bir kalıntı gerilimi oluşmaktadır. Bu oluşan gerilmeler; işlem, montaj, servis süreçlerde nedeniyle kolayca tahmin edilmesi pek mümkün değildir. Malzemeye etki eden yükler ile bu gerilmeler birleştiği zaman malzemede kırılmalara ya da bozulmalara neden olabilmektedir (National Physical Laboratory, 2007). Malzeme her zaman en kararlı hale gelmeye çalışacağı için kalıntı gerilmesindeki değişiklikler sonucunda malzeme tekrar denge durumuna gelmek için şeklinde değişimler meydana gelir. Ayrıca kalıntı gerilmeleri malzemedeki mukavemeti etkilediği için doğrudan malzemenin akma mukavemetini de değiştirmektedir.

Kalıntı gerilmesi malzeme performansına etkisi farklı olmaktadır. Bazen bu gerilmeler malzeme için yararlı olabilirken bazen de malzeme için olumsuz olabilmektedir. Bunlara örnek olarak; kasıtlı olarak oluşturulan basma yönünde kalıntı gerilme içeren püskürtmeli sertleştirme işlemi ve üretim sırasında çekme

yönünde oluşmuş kalıntı gerilimler gösterilebilir. Kumlamalı sertleştirme işlemi sonrası oluşan basma yönünde kalıntı gerilmesi malzemede çatlak başlamasını ve ilerlemesini engellemesinden dolayı malzemenin ömrünü uzatmaktadır. Ancak üretim sırasında oluşan çekme yönündeki kalıntı gerilmesi ise malzemede mekanik özelliklerde düşüşe neden olmaktadır ve bunun neticesinde malzemeden beklenen performans ve ömür tam anlamıyla gerçekleşmemektedir ve ayrıca kalıntı gerilmeler yüzünden malzemede çatlamlar, kırılmalar, büzölmeler, aşınmalar, beklenmedik ani hatalara neden olabilmektedir.

Gerilme ölçme terimi yaygın olarak kullanılmasına rağmen gerilme direkt olarak ölçülemeyen bir özelliktir. Gerilme ölçme yöntemlerinin tamamı gerilme gibi bazı özelliklerin ölçülmesini ve bileşik gerilmenin hesaplanmasını gerektirmektedir. Bir parçanın tasarımında uygulanan gerilmelerin hesabında kalıntı gerilmeleri tahmin etmek ve güvenli şekilde ölçmek zordur. Dolayısıyla kalıntı gerilmelerin hesaplanması normal gerilmelerin hesaplanmasından daha zordur. Kalıntı gerilme ölçümleri geleneksel gerilme analiz işlemleri kullanılarak gerçekleştirilemez. Çünkü kullanılan sensörler yalnızca uygulanan yükün neden olduğu gerilmedeki değişimi ölçmektedirler. Bu sensörler kalıntı gerilmeleri doğrudan ölçemezler. Malzeme performansını en uygun hale getirme ve parça ağırlığını azaltma çabaları, kalıntı gerilmenin rolünü daha iyi anlamayı sağlamaktadır. Kalıntı gerilmelerin daha iyi belirlenebilmesi için ölçme yöntemlerinin geliştirilmesine ve mevcut yöntemlerden daha güvenilir sonuçlar elde edilmesine ihtiyaç vardır. Günümüzde uzay, nükleer ve diğer mühendislik endüstrilerindeki tasarımlarda kalıntı gerilmelerin belirlenmesine büyük önem verilmektedir.

Tez çalışmasındaki temel motivasyon kaynağı ilk defa vakum filtreli ark plazma kaynağı biriktirme yöntemi ile TiN kaplama yapılmış numunelerin kalıntı gerilmeleri, tane boyutları ve sertlikleri arasında değişen bias voltajına bağlı olarak kalıntı gerilmesi, tane boyutu ve sertlik değişimleri incelenerek aralarındaki ilişki analiz edilmeye çalışılmıştır.

2. TiN KAPLAMALAR

TiN kaplamalar en eski inci film kaplamalardan bir tanesidir. Günümüzde hâlâ en yaygın olarak kullanılan genel amaçlı kaplamadır. İyi özellikleri (yüksek sertlik, yüksek aşınma dayanımı, kimyasal kararlılık, korozyon direnci, biyolojik uygunluk, kaplandığı malzemenin ömrünü uzatma) neticesinde birçok alanda kullanılmaktadır (Demirler & Taptık, 2005). Bu özelliklerini etkileyen önemli parametrelerden biri de kaplamadaki kalıntı gerilmesidir. Kaplamalarda kalıntı gerilmesi oluşmasının temel nedeni kaplama ile altlık arasındaki ısı genleşme katsayısı farkı yüzündendir. Kaplamanın ısı işlem sonucunda daha fazla ya da az genleşme farkı nedeniyle altlıkla arasında gerilme oluşmaktadır. Bu ısı işlem kaplama sırasında olacağı gibi kaplama sonrasında da oluşabilir. Kısacası bir kaplama yaparken kaplamada kalıntı gerilmesi oluşması kaçınılmazdır. Çizelge 2.1’de literatürdeki TiN kaplamaların kalıntı gerilmelerin kıyaslanması yapılmıştır.

Çizelge 2.1 : Literatürdeki bazı çalışmalardaki TiN kaplamaların kaplama yöntemi, kalıntı gerilmesi, ölçme yönteminin karşılaştırması ve varsa bias voltajlarının karşılaştırması.

Çalışma	Kaplama Yöntemi	Kalıntı Gerilmesi (GPa)	Kalıntı Gerilesi Ölçme Yöntemi (*)	Bias Voltajı (V)
2000Kamminga (J.-D. Kamminga, 2000)	Magnetron sıçratma	-6	$\text{Sin}^2\Psi$	750
2000Fortuna (Fortuna, Sharkeev, Perry, Matossian, & Shulepov, 2000)	Kimyasal buhar biriktirme	-1,8	Halka çekirdek	
2002Takago (Shigeki Takago, 2002)	Ark iyon kaplama	-6 – -3	$\text{Sin}^2\Psi$	80
2002Chou (Wen-Jun Chou, 2002)	Oyuk katot deşarj iyon kaplama	-6 – -3	$\text{Sin}^2\Psi$	250

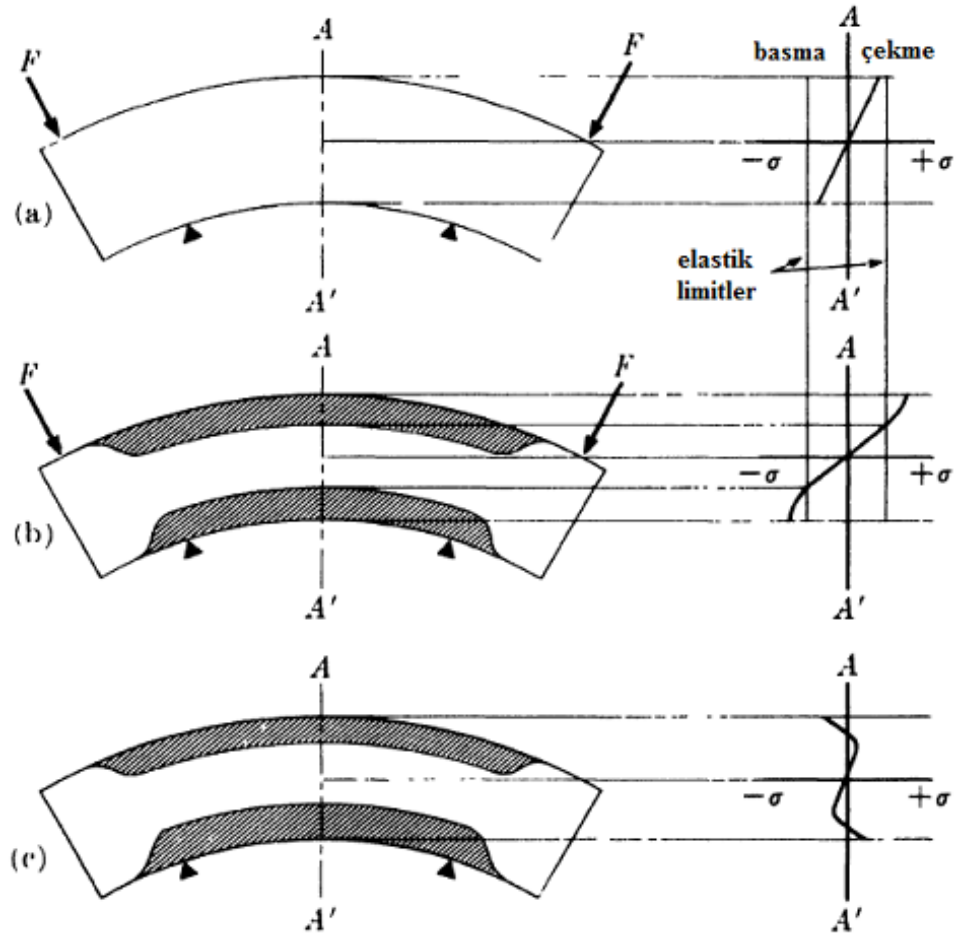
Çizelge 2.1 (devam): Literatürdeki bazı çalışmalardaki TiN kaplamaların kaplama yöntemi, kalıntı gerilmesi, ölçme yönteminin karşılaştırması ve varsa bias voltajlarının karşılaştırması.

2002Vaz (F.Vaz, 2002)	Magnetron sıçratma	-9	$\text{Sin}^2\Psi$	50
2003Carvalho (N.J.M. Carvalho, 2003)	Triyod iyon kaplama	-10 – -4	$\text{Sin}^2\Psi$	1000
2003Paldey (S. PalDey, 2003)	Katodik ark biriktirme	-5		
2006 Savaloni (Savaloni, Gholipour- Shahraki, & Player, 2006)			Williamson–Hall	
2006Ma (C.-H. Ma, 2006)	İyon demeti kaplama	-4 – -1	$\text{Sin}^2\Psi$	
2006Mayrhofer (Paul H. Mayrhofer, 2006)	Ark biriktirme kaplama	-7		50-100

(*) Kalıntı gerilim ölçme yöntemleri ileriki sayfalarda anlatılmıştır.

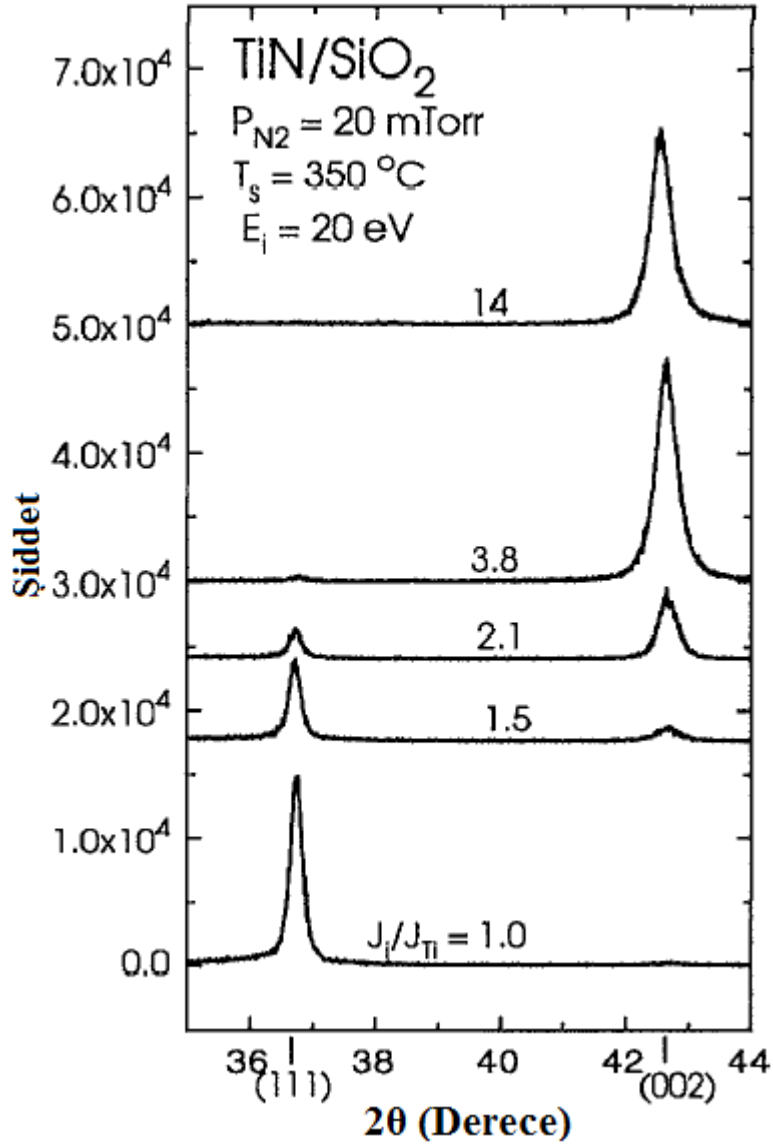
Genel olarak TiN kaplamalarındaki kalıntı gerilmesi basma yönünde 1 – 10 GPa mertebelerinde değişmektedir ve uygulama kolaylığı nedeniyle de $\text{Sin}^2\Psi$ metodu tercih edilmektedir. Kaplama yöntemi ve bias voltajına bağlı olarak kalıntı gerilmesi değişmektedir. Kalıntı gerilmesi değerindeki negatif (-) işaret kaplamanın basma yönünde olduğunu göstermektedir.

Kaplamaların olduğu gibi TiN kaplamaların da en temel kalıntı gerilmesi oluşma nedeni kaplama ve altlık arasındaki genleşme farkıdır. Şekil 2.1'deki gibi kaplama sonrasında kaplama yüzeyinde ve alt tabakasında farklı kalıntı gerilmeler oluşabilmektedir. Daha önceden belirttiği gibi bunun nedeni kaplama ve altlık arasındaki genleşme farkıdır. Bu genleşme farkı malzemenin yüzeyinde çekme yönünde kalıntı gerilmesi oluştururken alt tabakasında çekme yönünde kalıntı gerilme oluşturmaktadır ya da bunun tam tersidir. Bunu belirleyen özellik genleşme katsayısıdır. Eğer kaplamanın genleşme katsayısı daha büyükse yüzeyde basma, alt tabakada çekme; kaplamanın genleşme katsayısı daha küçükse de yüzeyde çekme, alt tabakada basma kalıntı gerilmesi oluşmaktadır.



Şekil 2.1 : Bükülme sonrası plastik deformasyonun neden olduğu kalıntı gerilme: (a) elastik sınırının altına yükleme; (b) elastik sınırın üstünde yükleme; (c) yükü boşaltılmış. Gölge bölge plastik deformasyonun olduğu bölgedir.

Kaplama sırasında önemli parametrelerden biri de bias voltajıdır. TiN kaplamalarda değişen bias voltajına bağlı olarak tanelerin büyüme oranları değişmekte, bunun sonucunda da tanelerdeki yönelmeler de farklılaşmaktadır. Ivan Petrov ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmalarda da düşük biaslarda gözüken (111) piki artan biasa bağlı olarak (001) piklerine yönelmektedir (Şekil 2.2). Ayrıca yüksek bias voltajı kullanılması sonucunda tane sınırlarının yoğunlaştırılması neticesinde ortalama tane boyutunda küçülme gözlenmektedir (Petrov, Hultman, Sundgren, & Greene, 1992), (Gall, Kodambaka, Wall, Petrov, & Greene, 2003).



Şekil 2.2 : SiO₂ üzerine TiN kaplamasının değişen akım yoğunluğuna bağlı olarak yönelmenin oluşması ve XRD analiz sonuçlarında bunun gözlemlenmesi (H&man, Sundgren, Greene, Bergstrom, & Petrov, 1995).

Şekil 2.2’den artan bias voltajına bağlı olarak (111) pikin şiddeti giderek düşerken (002) pikinin şiddeti artmaktadır. Diğer bir değişle kaplamadaki taneler (111) düzlemlerinden (002) düzlemlerine doğru yönelme eğilimindedirler.

Kaplamalardaki diğer önemli parametre ise kaplama yöntemidir. Geleneksel PVD yöntemlerinde istenilmeyen dropletler oluşmaktadır. Bu dropletler kaplamanın mekanik özelliklerini olumsuz yönde değiştirmektedir. TiN kaplamalarında en çok uygulanan yöntem PVD yöntemi olduğu için droplet oluşumu kaplama için büyük sıkıntıdır. Dropletler yapısı itibariyle yumuşak Ti fazlarından oluştuğundan dolayı sert TiN’ün içinde dağılıp yapının mekanik özelliklerini değiştirmektedir. Bu sorunu

Diagram illustrating the components of a plasma torch assembly, labeled in Turkish:

- katot (Cathode)
- anot (Anode)
- manyetik bobin (Magnetic coil)
- hazne (Reservoir)
- altlık (Insulator)
- çıkış kanalı (Exit channel)
- manyetik bobin (Magnetic coil)
- plazma kanalı (Plasma channel)
- kapan (Cap)

Bu teknik çok yeni bir teknik olduğu için günümüzde pek yaygın kullanılmaktadır, ancak yakın bir gelecekte çok daha popüler ve çok daha fazla kullanılacak bir teknik olacağı düşünülmektedir. Şekil 2.3’de filtreli ark plazma kaynağının şematik gösterimi verilmiştir. Bu teknik PVD kaplama ailesine ait bir tekniktir. Geleneksel

PVD tekniklerinde olduđu gibi fiziksel olarak vakum ortamında buharlaştırılan kaplanacak malzeme altlık yüzeyine yönlendirilip altlık üzerinde biriktirilmesiyle kaplanmaktadır.

Literatürde daha önce çalışılmamış vakum filtreli ark plazma kaynağı tekniğı kullanarak TiN kaplanarak, kaplamanın kalıntı gerilmesi, tane boyutu ve sertlik davranışları incelenmiştir. Bu teknik kullanılarak kaplama gerçekleştirilip incelenmesi tez çalışmasının özgünlüğünü oluşturmaktadır.

3. KALINTI GERİLMESİ

Kalıntı gerilmesi dışarıdan yük uygulaması olmadan bir malzeme içinde var olabildiği gibi bir malzeme içinde sabit ve çevresi ile denge durumunda olan gerilme olarak da tarif edilebilir (Anderoğlu, 2004).

3.1 Kalıntı Gerilmesinin Nedeni

Kalıntı gerilmeleri hemen hemen her işlem aşamasında malzemede ortaya çıkabilmektedir. Mekanik, termal ve/veya kimyasal bir bileşen kalıntı gerilmelerin kökeni olarak sınıflandırılabilir. Mekanik üretim süreçleri ile üretilen malzemelerde kalıntı gerilmeleri genellikle düzgün olmayan plastik deformasyon ile oluşmaktadır. Bu gerilme, işlem veya uygulama sırasında doğal olarak ortaya çıkabilir ya da bir bileşen olarak belirli bir gerilme profilini geliştirmek için kasıtlı sokulabilmektedir.

3.2 Kalıntı Gerilme Karakterizasyon Teknikleri

Malzemelerde kalıntı gerilim ölçme yöntemlerini genel olarak iki başlık altında toplayabiliriz; bunlardan birincisi tahribatlı yöntemler, ikincisi de tahribatsız yöntemlerdir (Ekmekçi, 2004).

Çizelge 3.1 : Kalıntı gerilme test yöntemleri.

Tahribatlı Yöntemler	Tahribatsız Yöntemler
Tabaka Kaldırma	Ultrasonik Yöntemler
Delik Delme	Manyetik Yöntemler
Halka Çekirdek	Termoelastik Yöntemler
Kanal Açma	Fotoelastik Yöntemler
Kesit Profili Ölçümü	X-Işını Kırınımı
Tüp Yarma	
İnce Kesitlere Ayırma	

Tahribatlı yöntemlerin diğ er bir adı da mekanik yöntemlerdir. Bu yöntemlerde par aya delik veya kanal açılması ve par adan talaş kaldırılması veya tabaka kaldırılması gibi işlemlerden sonra, par adaki denge durumunun belirlenmesine g re kalıntı gerilme  l  lmesine dayanmaktadır.

Tahribatsız yöntemlerle tahribatlı yöntemler arasındaki fark malzemenin fiziksel ve kristalografik  zellikleri kullanılarak kalıntı gerilmeler arasındaki ilişkiler bağıntı kurulmasıyla yapılmaktadır. Fakat ş yle bir durum da vardır; tahribatsız yöntemlerde sadece y zeyden bilgi alınmaz, aynı zamanda malzemenin derinliklerinde de veri alınacağından malzemenin bir kısmı veya tamamen tahrip edilmesi gerekmektedir. B yle durumlarda par adaki kalıntı gerilmesi hesaplanırken y zeyinde ve par anın y zeyinin altından farklı  l me y ntemler kullanılmalıdır. Benzer durumlarda y ntemler; malzemenin t r ne, kalıntı gerilmenin tipine,  l me problemlerine,  l m alma sayısına, par a geometrisine, laboratuvar şartlarına,  l m hassasiyetine ve maliyete gibi se enekler d ş n lerek y ntem se ilmektedir (Osman, Murat, & Sel uk, 2008).

3.2.1 Tahribatlı  l me Y ntemleri

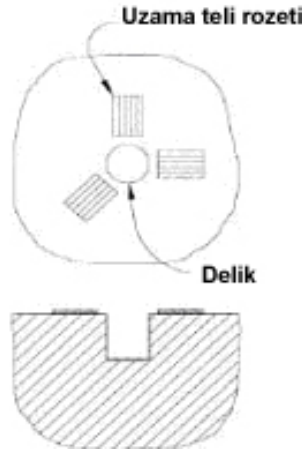
Diğ er bir adı mekanik kalıntı gerilme  l me y ntemleri olan tahribatlı  l me y ntemlerinde, bilin li olarak oluřturulan malzeme uzaklařtırılarak gerilme gevşemesine m saade etmek amacıyla gerilme sırasında veya sonrasında par ada meydana gelen řekil değıřtirmenin  l lmesi sonucunda hesaplanmaktadır (Withers & Bhadeshia, 2001). Bu tahribatlı y ntemlerde  ncelikle, analiz edilen par adan bilin li olarak malzeme kaldırılarak yeni bir gerilme durumu oluřturulur, ardından yer değıřtirmeler  l l r k gerilmedeki b lgesel değıřimi belirlenir ve son olarak da elastisite teorisi kullanılarak kalıntı gerilmeler hesaplanmaktadır (Ekmek i, 2004). En  ok kullanılan y ntemler; tabaka kaldırma, delik delme, halka  ekirdek, kanal a ma ve kesit profili  l me y ntemi olarak verilebilir.

3.2.1.1 Tabaka kaldırma

Elektrokimyasal veya kimyasal işlemler kullanılarak, malzeme  st y zeyinden kalıntı gerilmeler bulunan ince tabakalar derece derece kaldırıldığı zaman momentlerin ve i  gerilmelerin dengelenmesine tabaka kaldırma y ntemi denilmektedir. Bu yeniden dengelemeden dolayı oluřan gerilme veya řekil değıřtirmeler, kaldırılan tabakadaki gerilmelerle ilişkilendirilebilmektedir (Ekmek i, 2004).

3.2.1.2 Delik delme

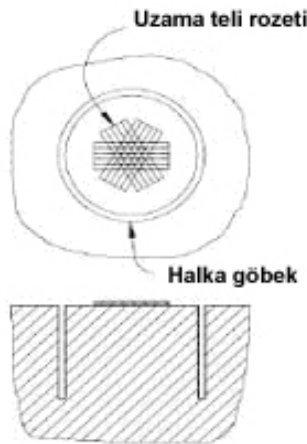
Şekil 3.1'de görüldüğü gibi bu yöntemde numuneye özel olarak tasarlanmış rozet tipi gerinim ölçer yapıştırılır. Ardından geometrik merkezde, genel olarak 0,4 - 2 mm derinliğinde, sık bir delik delinir. Delik içerisindeki gerilmeli tabakanın uzaklaştırılması, malzeme çevresindeki gerilmeleri yeniden düzene sokmakta ve rozetteki gerinim ölçerleri gerilme gevşemelerini hesaplamaktadır (Schajer, 2001).



Şekil 3.1 : Delik delme yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).

3.2.1.3 Halka çekirdek

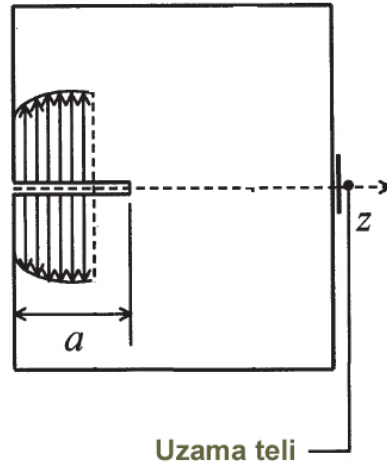
Delik delme yönteminin bir başka biçimi de halka çekirdek yöntemidir. Bu analiz yönteminde delik delme metodundaki gibi rozet içerisinde bir delik delineceğine rozetin dış kenarı civarında çevresel bir kanal açılmaktadır (Şekil 3.2). Bu yöntem genel anlamda 0,1 - 6 mm derinlikteki kalıntı gerilmeleri ölçebilmektedir (Dronavalli, 2004).



Şekil 3.2 : Halka çekirdek yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).

3.2.1.4 Kanal açma

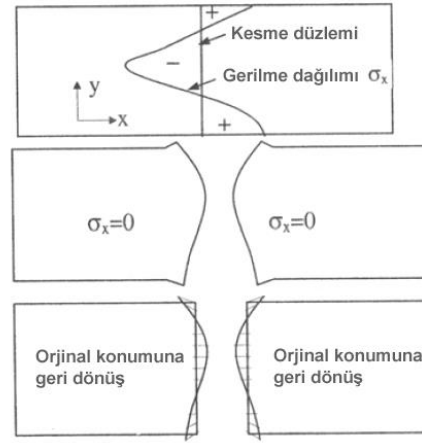
Bu yöntemde kalıntı gerilmeleri belirlemek için numune yüzeyinde küçük bir kanal delinmektedir. Kanalin açılması ile bağlantılı olarak kanala dik kalıntı gerilmeleri gevşetmektedir. Bunun neticesinde numune içerisindeki gerilmeler yeniden düzene girmekte ve kanal çevresinde oluşan kanala dik gerinme gevşemeleri gerinim ölçeri kullanılarak hesaplanmaktadır (Şekil 3.3) (Schajer, 2001).



Şekil 3.3 : Kanal açma yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).

3.2.1.5 Kesit profili ölçümü

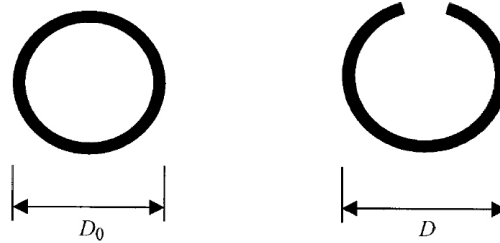
Malzemedeki kalıntı gerilmeleri hesaplamak maksadıyla numune kesilerek ikiye bölünür (Şekil 3.4). Parçada kalıntı gerilme bulunuyorsa yüzey kesit profili kesme düzleminden ayrılacaktır. Kesme işlemi neticesinde ortaya çıkan kesit profili kalıntı gerilmelerle bağdaştırılmaktadır. Yöntem tahribatlı olmasına karşın kullanımı kolaydır ve tüm kesit düzlemi boyunca kalıntı gerilmeleri ucuz ve hızlı bir şekilde hesaplanmaktadır. Fakat bu yöntemin en eksik yönü yalnız kesme düzlemine dik kalıntı gerilmeler ölçülebilmesidir (Zhang Y., 2005).



Şekil 3.4 : Kesit profili ölçme yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).

3.2.1.6 Tüp yarma

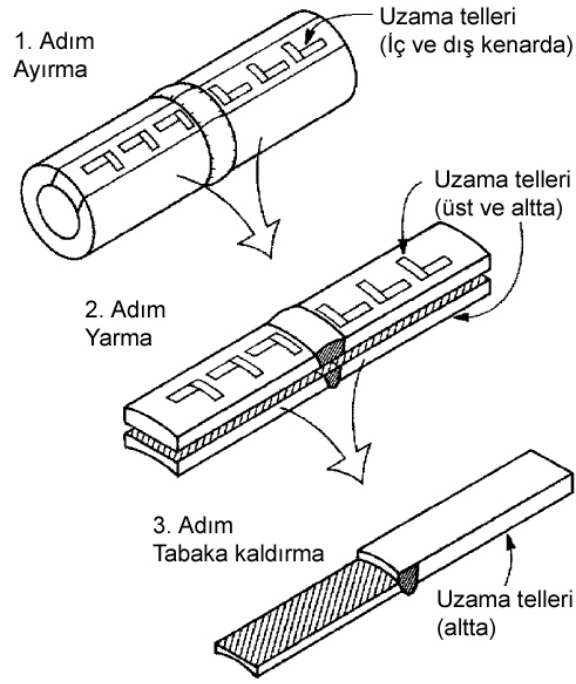
Bu yöntemde Şekil 3.5'te görüldüğü gibi öncelikli olarak tüp numunesinin ilk dış çapı ölçülmektedir. Ardından tüp boydan boya kesilerek yarığ açılmaktadır. Bu kesme neticesinde çevresel gerilmeler gevşemektedir. Kalıntı gerilmesinin basma ve/veya çekme kuvveti olmasına göre tüpün dış çapı değişerek tüpün açılmasına veya kapanmasına sebep olmaktadır (Schajer, 2001).



Şekil 3.5 : Tüp yarma yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).

3.2.1.7 İnce kesitlere ayırma

Bu yöntemde numune içerisindeki kalıntı gerilmeleri hesaplama doğrultusunda numuneden parçalar kaldırılarak ölçüm yapılmaktadır. Bu maksatla numune değişik boyutlarda sıralı bir şekilde kesilmektedir (Şekil 3.6). Ayırma, yarma ve tabaka kaldırma proses evrelerinin birleştirilmesi, incelenen bölge boyunca kalıntı gerilmelerin ayrıntılarını belirlemede büyük bir avantaj sağlamaktadır. Tabaka kaldırma adımı bu gerilmeleri açığa çıkarmaktadır. Gerinim ölçerler yardımıyla meydana çıkan gerilmeler ölçülmektedir (Ekmekçi, 2004).



Şekil 3.6 : İnce kesitlere ayırma yöntemi (Osman, Murat, & Selçuk, 2008).

3.2.2 Tahribatsız Ölçme Yöntemleri

Tahribatsız ölçme yöntemleri yöntemler neticesinde numune üzerinde tahribat meydana gelmemektedir. Malzemenin çeşitli fiziksel özelliklerinden faydalanılarak kalıntı gerilmeler hesaplanabilmektedir. Kalıntı gerilmeleri ölçmek için en çok kullanılan tahribatsız yöntemler; X-ışını yöntemleri, ultrasonik yöntemler, manyetik yöntemler, termoelastik yöntemler, fotoelastik yöntemler olarak verilebilmektedir (Ekmekçi, 2004).

3.2.2.1 Ultrasonik yöntemler

Ultrasonik yöntemlerde katı boyunca hareket eden ses ötesi (ultrason) dalga hızlarının katı içerisinde bulunan gerilme seviyelerine duyarlılığından istifade edilerek kalıntı gerilme hesaplanabilmektedirler. Parçadaki hali hazırda bulunan kalıntı gerilmelerin büyüklükleri ve doğrultuları malzeme içerisindeki ses ötesi dalga hızlarının değişimine doğrudan tesir etmektedir. Kısaca söylenecek olursa bir malzemenin kalıntı gerilmeli ve gerilmemiş durumlarda iletmediği ses ötesi dalga hızı değişiklik göstermektedir. Malzeme elastik davranış sergilediği süre boyunca, dalga hızı malzemedeki kalıntı gerilme durumuna ilişkilidir.

3.2.2.2 Manyetik yöntemler

Çeliklerin ve diğer manyetik malzemelerin manyetik özellikleri, mıknatıssal büzülme ve manyetoelastik tesirleri nedeniyle malzemede bulunan iç gerilme mevcudiyetine bağlı hassaslık göstermektedirler. Bu uygulanan yöntem iç gerilme ve manyetizasyon arasındaki karşılıklı ilişkiye dayanmaktadır. Elektromanyetik özellikler malzemedeki kalıntı gerilmesine bağlı olarak değişiklik arz etmektedir. Malzemedeki kalıntı gerilmesi mevcudiyeti elektromanyetik özelliklerin değişiminin ölçülmesi ile hesaplanabilmektedir (National Physical Laboratory, 2007).

3.2.2.3 Termoelastik yöntemler

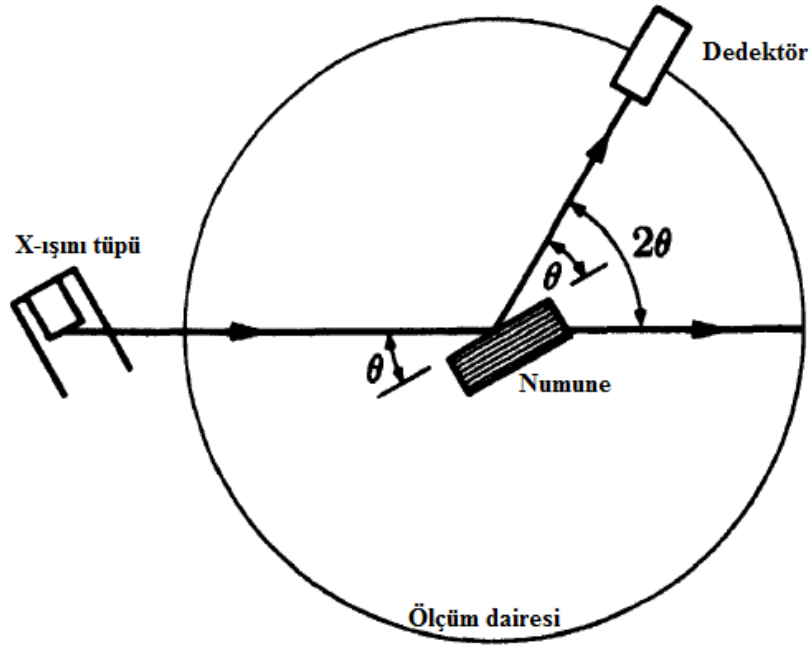
Sıcaklığın değişmesine bağlı olarak malzemedeki elastik deformasyonlarında küçük değişimler oluşmaktadır. Çelikte 1 m°K'lık değişim 1 MPa'lık elastik deformasyon değişimine neden olmaktadır. Sıcaklıktaki bu değişim doğruca yüzey gerilmelerinin toplam değişimi ile paralellik göstermektedir. Böylelikle parça içerisindeki mevcut kalıntı gerilmeler belirlenebilmektedir. Bu uygulama yöntemi çoğunlukla yorulma çalışmalarında tercih edilmektedir. Kullanımı basit, hızlı ve ölçüm aralığı bu yöntemde geniş çaplıdır (Andrew L. Gyekenyesi, 1999).

3.2.2.4 Fotoelastik yöntemler

Gerilme saydam malzemelerdeki ışığın kırılmasını etkilemektedir. Gerilme mevcut olduğu zaman, malzeme içerisindeki ışığın hızı anizotropik olarak değişme yatkınlığı sergileyecektir. Bu yatkınlık fotoelastik etki olarak isimlendirilmektedir. Beyaz veya tek renkli ışık altında gerilmeli saydam cisimler fotoelastik etki neticesinde ışığı farklı kırarak kalıntı gerilmesinin mevcudiyetini göstermektedir (Anderoğlu, 2004).

3.2.2.5 X-ışını yöntemi

Kalıntı gerilmesi hesaplama yöntemleri arasında en çok X-ışını kırınımı (XRD) yöntemi kullanılmaktadır. XRD yöntemi yardımıyla kafes düzlemleri arasında gerçekleşen mesafe değişimleri hesaplanabilmektedir (Dronavalli, 2004). Şekil 3.7'de gösterildiği şekilde, incelenecek malzeme üzerinde belirlenen bir alan X-ışınları ile tekrarlı bir şekilde taranmaktadır. Bragg Kanunu'na göre malzemeye gelen X-ışınları kırılmaktadır. Bu neticede kırılan X-ışınının açısız değeri Bragg Kanunu kullanılarak paralel atom düzlemleri arasındaki mesafeyi belirlemek için kullanılmaktadır.



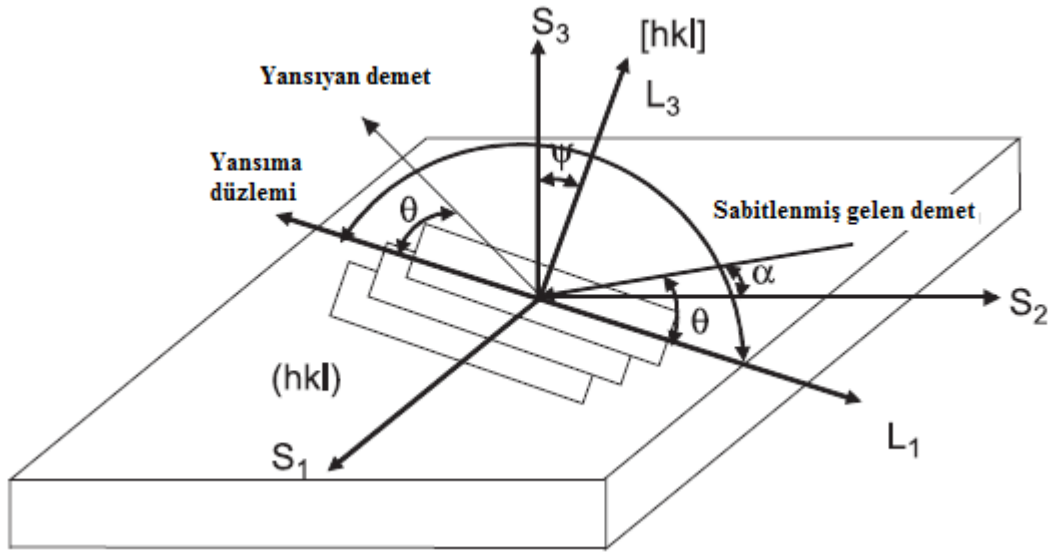
Şekil 3.7 : Geleneksel XRD yöntemi (Cullity, 1956).



Şekil 3.8 : XRD ile kalıntı gerilmesi tayin yöntemleri

3.2.2.5.1 Williamson-Hall metodu

Bu teknikte malzemenin düşük giriş açılarıyla (1 - 5 derece) XRD analizi yapılır ve bütün pikler için değişik numune döndürme açılarında (Ψ = tilt – Şekil 3.9) düzlemler arasındaki mesafe değişimi kullanılarak kalıntı gerilimi hesaplanır (Sarioğlu, Demirler, Kazmanlı, & Ürgen, 2005).



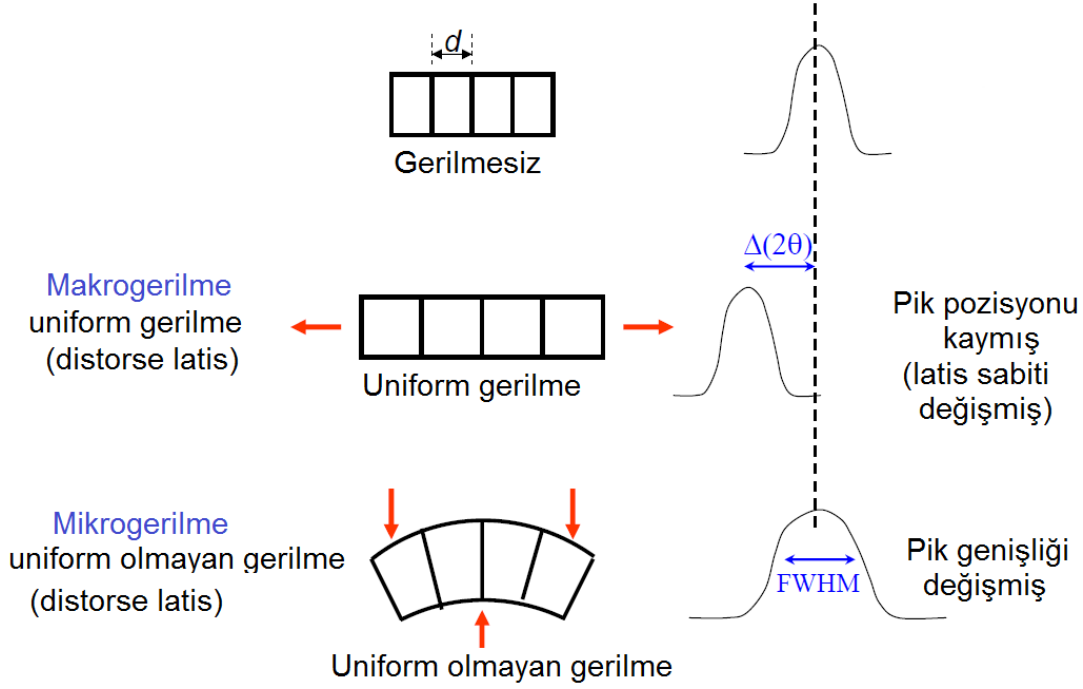
Şekil 3.9 : Williamson-Hall metodu kullanılan X-ışınları – numune yüzeyindeki açılarının şematik gösterimi. (X = X-ışınları demeti, L_3 = difraksiyon vektörü, S_3 = yüzey normali, Ψ = numune döndürme açısı ve θ = difraksiyon açısı) (Sarioğlu, Demirler, Kazmanlı, & Ürgen, 2005).

Williamson-Hall tekniğinin diğer adı modifiye Scherrer formülüdür ve bu tekniğin temelini Scherrer formülü oluşturmaktadır.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.1)$$

Ancak bu bağıntıda pik genişlemesinin nedeninin yalnızca ortalama tane boyutundaki değişimler olduğu kabul edilmektedir. Bununla beraber mühendislik malzemelerin çoğunda kristal içerisinde homojen olmayan kafes deformasyonları da bulunabilmektedir. Bu deformasyonlar difraksiyon piklerinin kalıntı gerilme kaynaklı olarak da genişlemesine neden olmaktadır (Şekil 3.9). Tane boyutu ve kafes deformasyonunun pik genişlemesine olan ortak etkisinin ayırt edilmesinde Scherrer

formülü yetersiz kalmaktadır. Bu amaçla literatürde çeşitli çalışmalar yapılmış ve Williamson-Hall (modifiye Scherrer formülü) bağıntısı geliştirilmiştir. Temel olarak Williamson-Hall yönteminin kullanılmasıyla, kafes içerisindeki deformasyonlar hesaplanabilmektedir. Bu deformasyon değerlerinden hareketle tane içerisindeki kalıntı gerilmelerin hesaplanması mümkün olabilmektedir.



Şekil 3.10 : Gerilme sonucu piklerdeki değişim.

Kalıntı gerilme içermeyen bir örnek numunede düzlemler arası mesafenin basma ve çekme yönündeki gerilme ile değişimi Şekil 3.9’da verilmiştir. Malzemedeki deformasyona bağlı olarak kafes parametresinde küçülme veya büyüme görülmektedir.

X-ışınları difraksiyon analiz sonuçlarındaki piklere ait noktalardan geçen en uygun fonksiyonun (Gaussian ve/veya Lorentzian fonksiyonları) bulunması Williamson-Hall yönteminin başarısında çok önemli bir kriterdir.

Kalıntı gerilmenin sonucunda pik genişlemesinin matematiksel olarak hesaplanması;

$$\beta_{\varepsilon} = C\varepsilon \tan \theta \quad (3.2)$$

formülü ile bulunmaktadır.

Tane boyutu kaynaklı pik genişlemesi ise;

$$\beta_D = \frac{K\lambda}{D \cos \theta} \quad (3.3)$$

formülü kullanılarak hesaplanmaktadır.

Pik genişlemesindeki tane boyutunun, kalıntı gerilmelerinin ve cihazın ortak etkisinin hesaplanması β_s , β_D ve β_{cihaz} değerlerinin aşağıda verildiği gibi toplanmasıyla mümkündür.

$$\beta_{ölçüm} = \beta_\varepsilon + \beta_D + \beta_{cihaz} \quad (3.4)$$

$$\beta_{ölçüm} - \beta_{cihaz} = \beta_\varepsilon + \beta_D \quad (3.5)$$

$$\beta_{tot} = \beta_\varepsilon + \beta_D \quad (3.6)$$

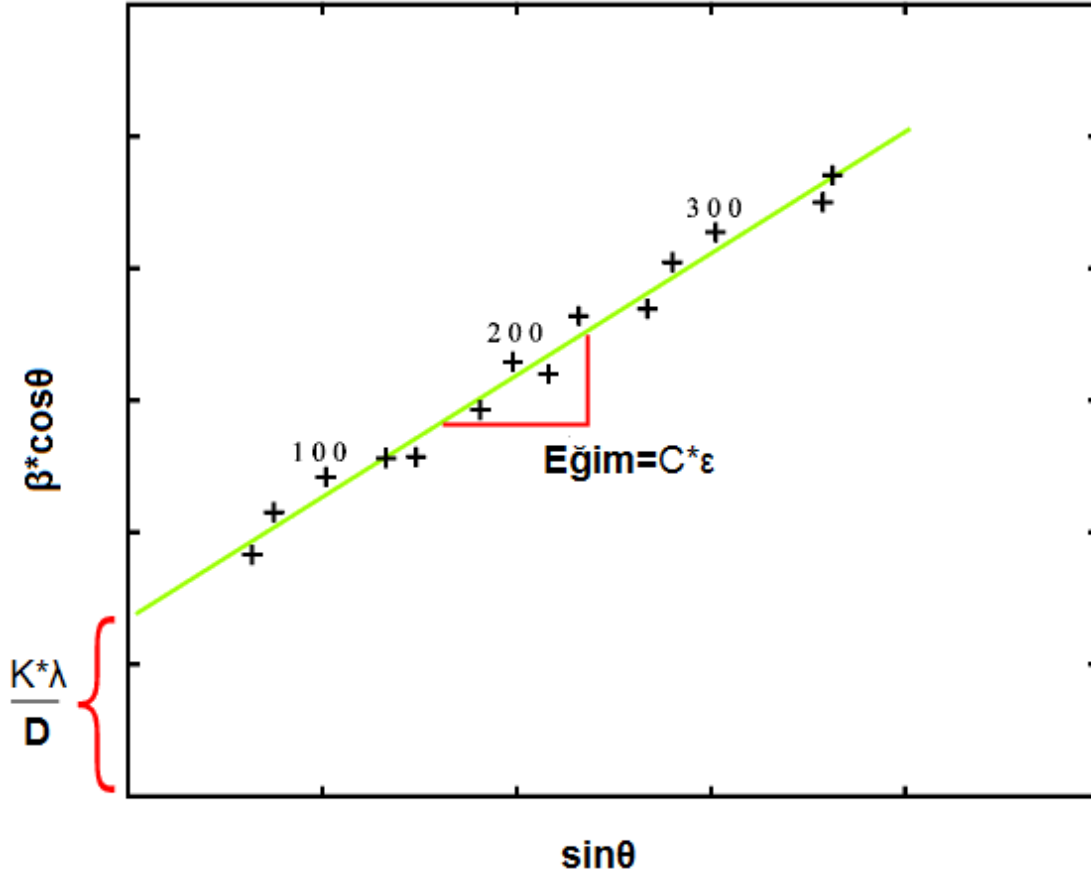
$$\beta_{tot} = \beta_\varepsilon + \beta_D = C\varepsilon \tan \theta + \frac{K\lambda}{D \cos \theta} \quad (3.7)$$

$$\beta_{tot} \cos \theta = 4\varepsilon \sin \theta + \frac{K\lambda}{D} \quad (3.8)$$

Çizelge 3.2 : Sembol tablosu.

Semboller	Açıklamaları
$\beta_{ölçüm}$	Deney sonucu bulunan pik genişlemesi (FWHM)
β_ε	Kalıntı gerilme kaynaklı pik genişlemesi
β_D	Tane boyutu kaynaklı pik genişlemesi
β_{cihaz}	Cihaz kaynaklı pik genişlemesi
ε	Kalıntı gerilme
D	Tane boyutu
θ	Bragg açısı
λ	Dalga boyu (= 1,5418 Å)
K	Scherrer sabiti (= 1)
C	Stokes-Wilson sabiti (= 4)

Bu formül kullanılarak x-ekseni $\sin\theta$, y-ekseni de $\beta \cos\theta$ olacak şekilde çizilen grafiğin eğimi 4ε değerini, y-eksenini kestiği nokta ise $(K\lambda)/D$ değerini vermektedir.



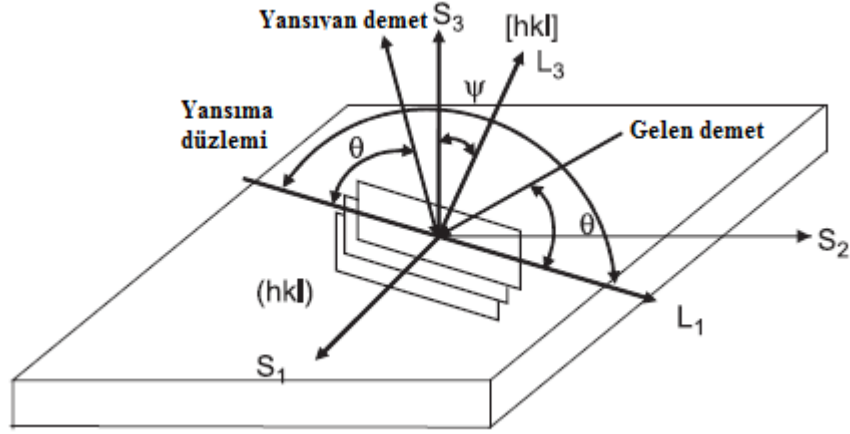
Şekil 3.11 : $\sin\theta - \beta^*\cos\theta$ grafiği.

3.2.2.5.2 Warren-Averbach tekniği

Diğer bir adı da Fourier analizi olan bu yöntemde çok küçük taneli (nanometre mertebelerinde) malzemelerde tane boyutu ve kalıntı gerilmesi analizi hesaplamalarda kullanılmaktadır. Bu teknik tane boyutu çok küçük, dislokasyon ve hata yoğunluğunu tespit etmek için kullanıldığından çok fazla kullanılmayan bir tekniktir (Speakman, 2008).

3.2.2.5.3 $\sin^2\Psi$ (Rocking) tekniği

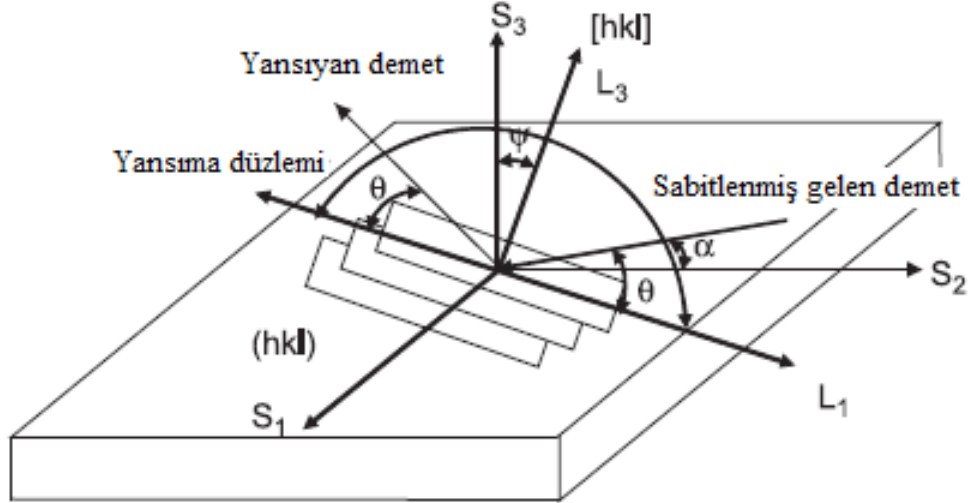
Kalıntı gerilme hesaplamalarında Williamson-Hall tekniğine ek olarak, $\sin^2\Psi$ yöntemi de kullanılmaktadır. Bu teknikte malzemeye ait XRD analiz sonucunun yüksek açılardaki uygun şiddete sahip bir piki seçilir ve bu pik için değişik numune döndürme açılarındaki ($\Psi = \text{tilt}$ – Şekil 3.11) düzlemler arasındaki mesafe değişimi kullanılarak kalıntı gerilimi hesaplanmaktadır.



Şekil 3.12 : Sin²Ψ yönteminde kullanılan X-ışınları – numune yüzeyindeki açıların şematik gösterimi. (X = X-ışınları demeti, L₃ = difraksiyon vektörü, S₃ = yüzey normali, Ψ = numune döndürme açısı ve θ = difraksiyon açısı) (Sarıoğlu, Demirler, Kazmanlı, & Ürgen, 2005).

3.2.2.5.4 FIM metodu

Bu metotta Williamson-Hall metodunda olduğu gibi ince film XRD tekniği kullanılmaktadır. İncelenecek numunenin XRD analiz yapıp sin²Ψ - Δd grafiği çizilmektedir. Bunun için aşağıdaki bağlantılar kullanılmaktadır;



Şekil 3.13 : FIM yönteminde kullanılan X-ışınları – numune yüzeyindeki açıların şematik gösterimi. (X = X-ışınları demeti, L₃ = difraksiyon vektörü, S₃ = yüzey normali, Ψ = numune döndürme açısı ve θ = difraksiyon açısı) (Sarıoğlu, Demirler, Kazmanlı, & Ürgen, 2005).

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_{\phi} \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (3.9)$$

$$y = ax * b \quad (3.10)$$

$$y = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \quad (3.11)$$

$$a = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_{\phi} \quad (3.12)$$

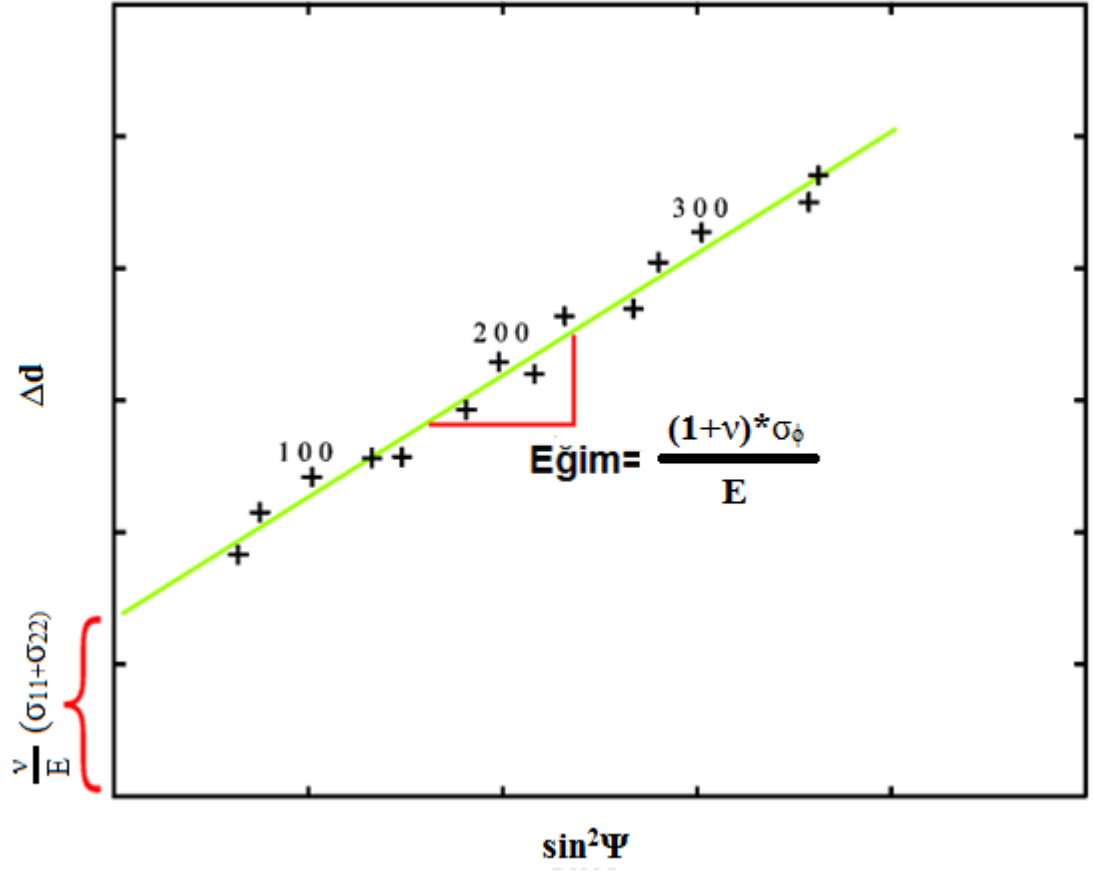
$$x = \sin^2 \psi \quad (3.13)$$

$$\psi = \theta_b - \alpha \quad (3.14)$$

$$b = \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (3.15)$$

Çizelge 3.3 : Sembol tablosu.

Semboller	Açıklamaları
$\varepsilon_{\phi\psi}$	Şekil değişikliği
$d_{\phi\psi}$	Gerilmeli numunede düzlemler arası mesafe
d_0	Gerilmesiz numunede düzlemler arası mesafe
ν	Poisson oranı
E	Young modülü
σ_{ϕ}	Kalıntı gerilmesi
ψ	Giriş açısı
θ_b	Gelen ve yansıyan düzlemler arasındaki açı
α	Eğim



Şekil 3.14 : $\sin^2\Psi$ - Δd grafiği.

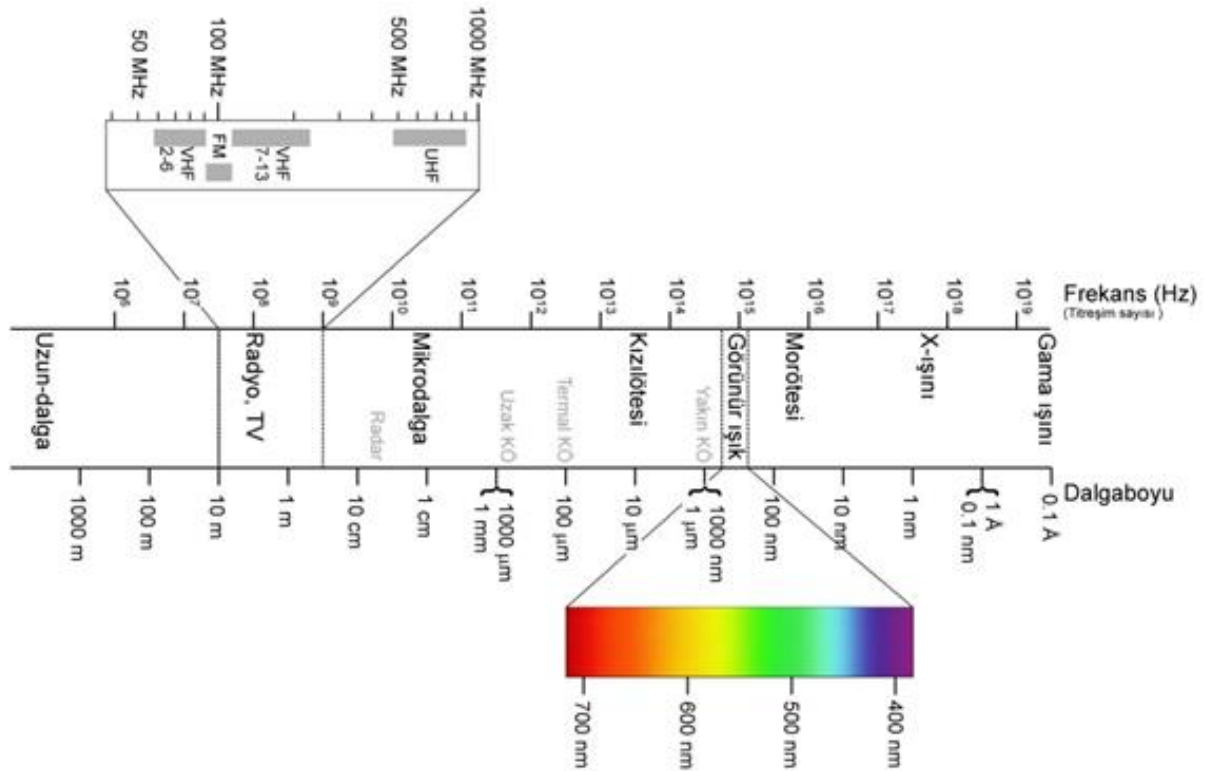
$$\sigma_{\phi} = \frac{a * E}{1 + \nu} \quad (3.16)$$

Grafikten belirlenen eğim yukarıdaki formüldeki yerine konulduğu zaman malzemedeki kalıntı gerilmesi hesaplanmaktadır.

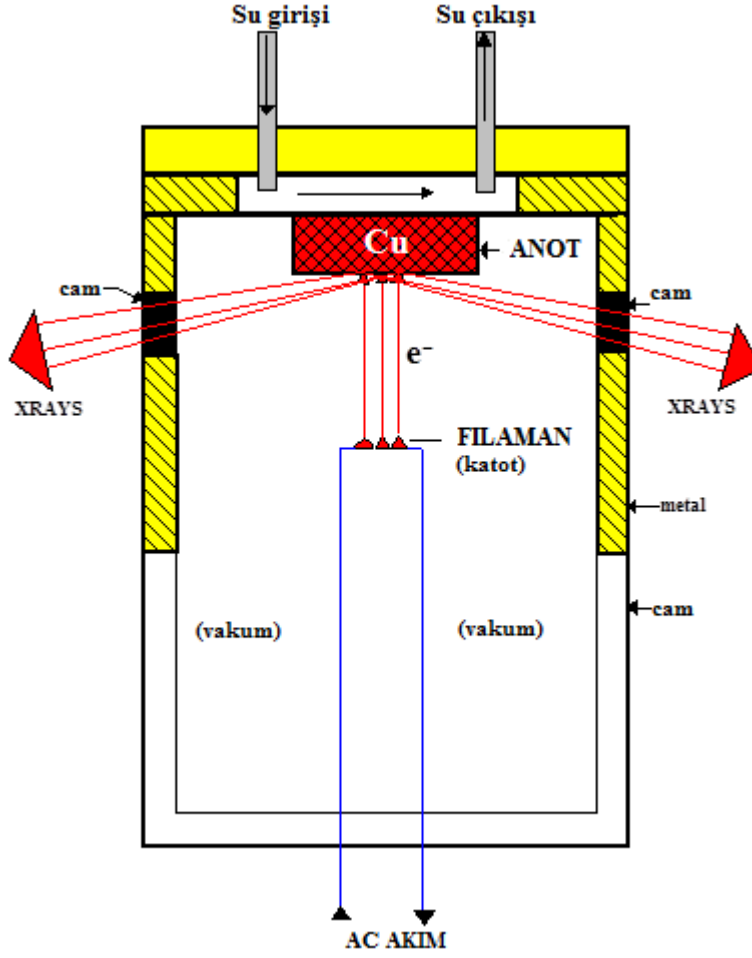
4. KARAKTERİZASYON TEKNİKLERİ

4.1 X-ışınları Difraktometresi

Elektromanyetik radyasyon elektrik yükü hızlandırıldığı veya yavaşlatıldığı her zaman oluşturulur. Elektrik (E) ve manyetik (H) vektörler birbirlerine ve dalganın yayılma vektörüne (k) dik enine dalgalar oluşmaktadır. Şekil 4.1’de gösterildiği gibi X-ışınları; γ -radyasyon ve ultraviyole ışınları arasında bulunan $\sim 0,1 - \sim 100 \text{ \AA}$ dalga boyuna sahiptir. X-ışınlarının frekansı görünür ışığın frekansından ortalama 1000 defa daha büyüktür ve X-ışını fotonu görülen ışığın fotonundan daha yüksek enerjiye sahiptir. X-ışınlarının karakteristik özellikleri kısa dalga boyuna sahip ve yüksek enerjiye sahip olmalarıdır. Bu X-ışınları kolayca hemen her araştırma laboratuvarında üretilabilmektedir (Pecharsky & Zavalij, 2009).

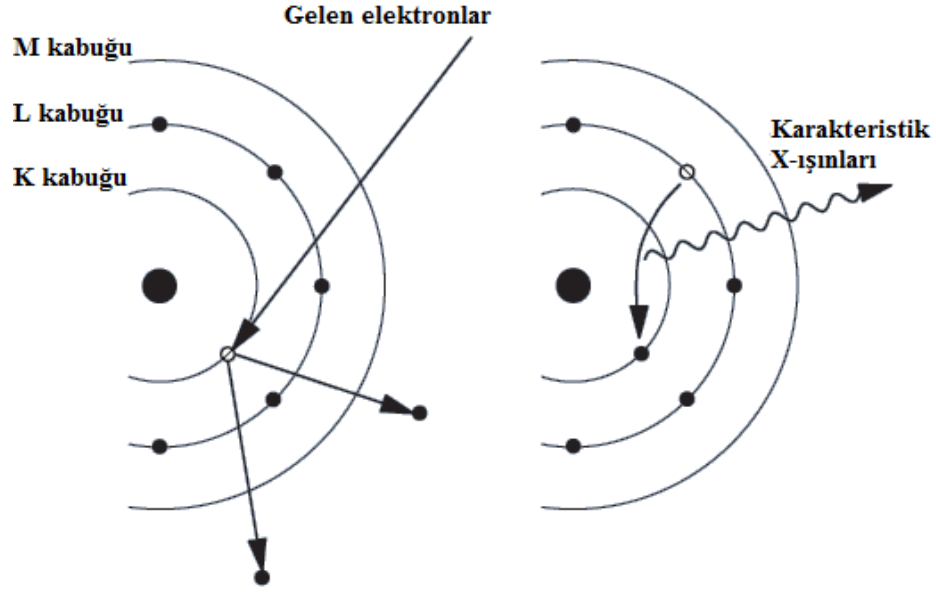


Şekil 4.1 : Elektromanyetik spektrum (Keiner, 2007).



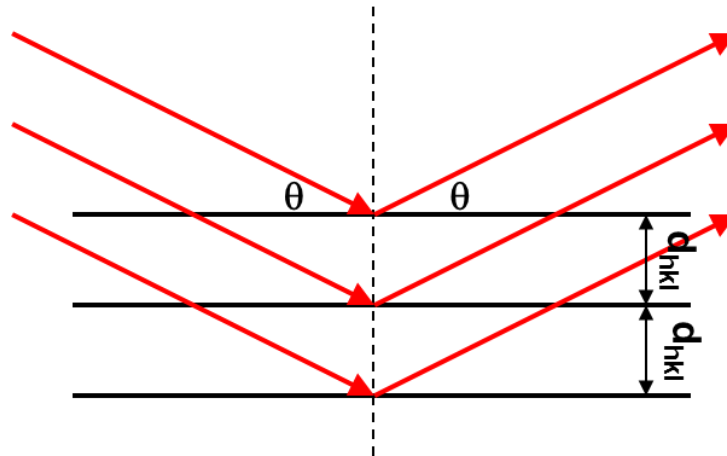
Şekil 4.2 : X-ışınlarının oluşumu (Center for Materials Science and Engineering, 2008).

X-ışınları tüpleri iki elektrottan oluşurlar. Birincisi anottur (hedef malzeme) ve çoğunlukla da sıfır potansiyele sahiptir. İkinci elektrot da katottur, yüksek negatif potansiyellerde tutulur ve normal difraksiyon çalışmalarında 30-50 kV potansiyele sahiptir. X-ışınları tüpleri elektron oluşumuna göre ikiye ayrılabilirler; sıcak filamanlardan elektron üreten filaman tüp ve diğeri de küçük miktarda iyonize olmuş gazlardan elektron üreten gaz filamanlardır. Gaz filamanlı X-ışınları tüplerinde tüp yüksek vakumda havası boşaltılmış cam bir fanustan oluşmuştur. X-ışınları tüpünde bir ucunda pozitif elektrot olan anot, diğeri ucunda da negatif elektrot katot bulunmaktadır. Bunlar lehim kullanılarak birbirlerine sıkıca mühürlenmiştir. Tungstenden yapılmış katot ısıtıldığında zaman elektron yaymaktadır. Anot ise kalın bir çubuk ve hedeften metalden oluşmaktadır (Cullity, 1956).



Şekil 4.3 : Elektron kopmasıyla x-ışınlarının oluşumu (JEOL Ltd., 2012).

Katot ve anot arasına yüksek potansiyel fark uygulandığında katot flamandan elektron kopup, yayılmaya başlamaktadır. Kopan bu elektronlar yüksek potansiyel fark altında anoda malzemesine doğru hızlandırılırlar. Bu elektronlar hedef anota çarpmadan önce yüksek hızlara ulaşmaktadırlar. Yüksek hızlı elektronlar metal hedefe çarptıklarında enerjilerini aktararak farklı enerji kabuklarından elektron koparmaktadırlar. Şekil 4.3’de de görüldüğü gibi K-kabuğundan kopan elektron boşluğunu L-kabuğunda bulunan elektron doldurmaktadır. Elektronların kabuk değiştirmeleri sırasında karakteristik bir foton yayılmaktadır. Her malzeme için yayılan fotonun enerjisi yani dalga boyu farklı olduğundan dolayı karakteristik foton diye ifade edilmektedir. Bu fotona X-ışınları denilmektedir (JEOL Ltd., 2012).



Şekil 4.4 : X-ışınlarının atomik düzlemlerden difraksiyonu (Center for Materials Science and Engineering, 2008).

Bragg yasası ařağıdaki formöldeki gibidir:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (4.1)$$

Bragg yasasını kullanarak paralel düzlemlerdeki düzlemler arası mesafe hesaplanır. X-ışınlarında kullanılan dalga boyu sabittir. Dalga boyunu belirleyen kullanılan anotun türüdür. Çoğunlukla kullanılan anot türü bakır, krom, molibden, tungsten ve kobalt anottur. Formölde değışken olan düzlemler arası ve yansıma açısıdır. Aynı düzlem ailesine ait düzlemlerden aynı açıdan x-ışınları yansımaktadır. Oluşan pikin şiddetini yansıma düzlemleri belirlemektedir. Aynı düzleme sahip ne kadar çok düzlem varsa pik o kadar yüksek olmaktadır (Center for Materials Science and Engineering, 2008).



Şekil 4.5 : Philips PW-3710 model XRD cihazı.

X-ışınları deneysel çalışmaları Şekil 4.5'te gösterilen Philips PW-3710 model düşük açılı X-ışınları difraktometre cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Altlık malzemesinden gelebilecek difraksiyon piklerini engellemek için X-ışınları demeti sabit 1° açı ile numuneye gönderilmiş ve ¼'lük slit kullanılmıştır. Deneylerde X-ışını radyasyonu olarak Cu-K α kullanılmış ve sonuçların değıerlendirilmesi JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) standartları ile karşılaştırılarak yapılmıştır. Deneyler sırasında 40kV potansiyel fark ve 40 mA akım uygulanmıştır.

4.2 Pik Yerleştirme

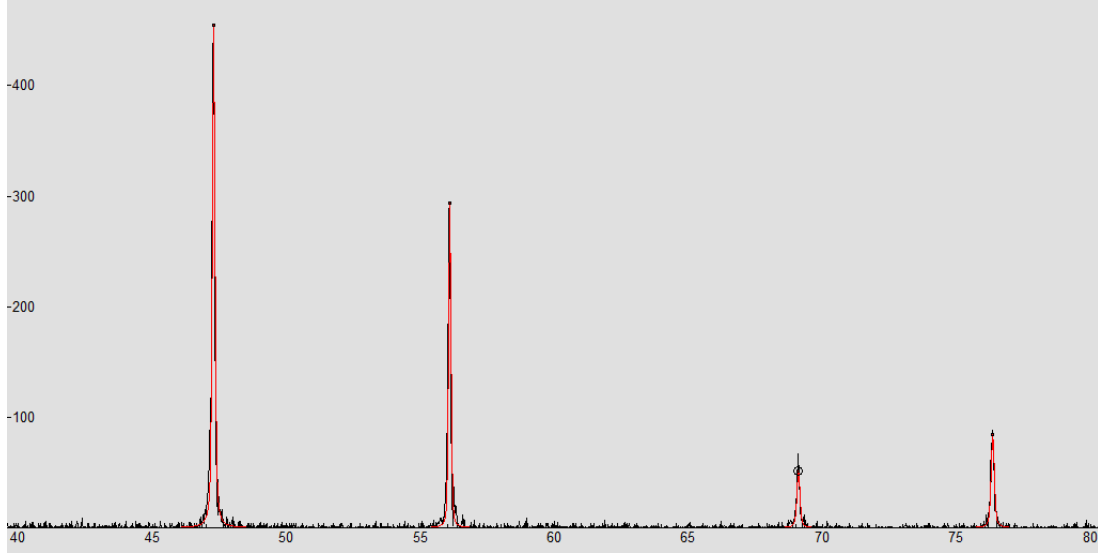
Kalıntı gerilmesi, ortalama tane boyutu hesaplamaları gibi uygulamalarda XRD analizi yapmak kadar XRD analiz sonuçlarını değerlendirmek çok büyük bir öneme sahiptir. Bu maksatla geliştirilen birçok bilgisayar programı günümüzde mevcuttur. Bu program ve uygulamalar sayesinde XRD analizleri sonuçları en ince ayrıntısına kadar incelemek mümkün olmaktadır. Bu tarz uygulamalar yapan programlar matematiksel formüller ve modeller kullanmaktadırlar. Bu matematiksel modeller özel incelenecek özelliğe göre seçileceği gibi deneme yanılma şeklinde de seçilmektedirler. En çok kullanılan matematiksel modeller; Gaussian, Lorentzian, PseudoVoigt (Gaussian ve Lorentzian lineer kombinasyonu) ve Pearson VII (Gaussian ve Lorentzian eksponansiyel kombinasyonu) modelleridir.

Çizelge 4.1 : Kalıntı gerilme hesaplamalarında pik yerleştirme işlemi sırasında en çok kullanılan matematiksel fonksiyonlar.

Fonksiyon Adı	Fonksiyonun matematiksel formülü
Gaussian	$y = a_0 \exp \left[-\ln(2) \left(\frac{x - a_1}{a_2} \right)^2 \right]$
Lorentzian	$y = \frac{a_0}{1 + \left(\frac{x - a_1}{a_2} \right)^2}$
PseudoVoigt	$y = a_0 \left[(1 - a_3) \exp \left(-\ln(2) \left(\frac{x - a_1}{a_2} \right)^2 \right) + \frac{a_3}{1 + \left(\frac{x - a_1}{a_2} \right)^2} \right]$
Pearson VII	$y = \frac{a_0}{\left[1 + \left(\frac{x - a_1}{a_2} \right)^2 \left(2^{\frac{1}{a_3}} - 1 \right) \right]^{a_3}}$

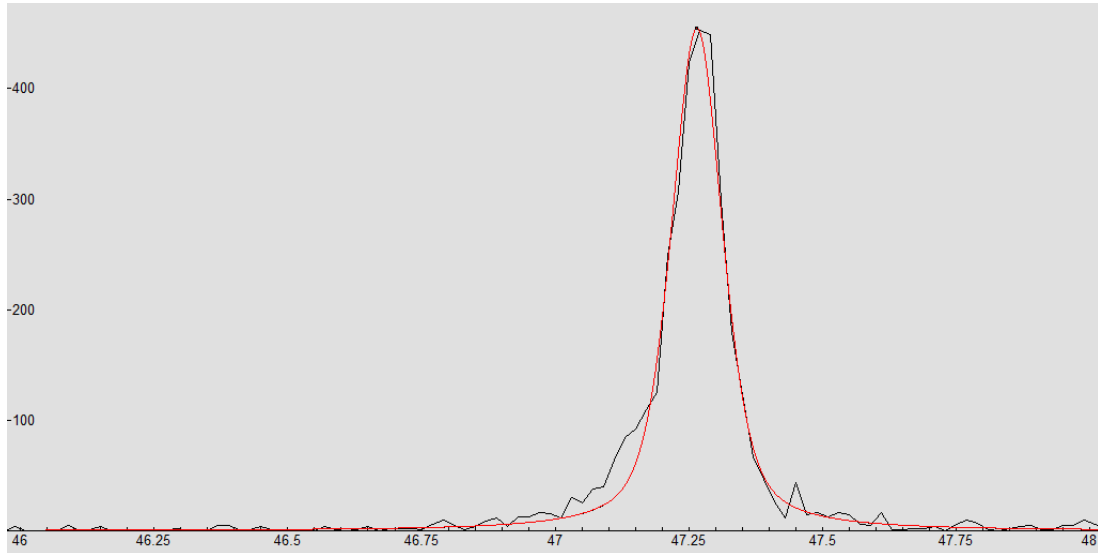
Bu modelleri kullanarak geliştirilen programlar içinde en kullanışlı ve en çok tercih edilen program FitYK isimli programdır. Bu program sayesinde birçok matematiksel

model kullanarak çok hızlı bir şekilde XRD analiz sonuçları ayrıntılı olarak incelenebilmektedir.



Şekil 4.6 : Örnek numunenin FitYK isimli programın kullanılmasıyla çizilen 40 – 80 dereceler arası XRD analiz sonucu.

Örnek bir numune olarak XRD analizi sonucunu FitYK programını kullanarak incelendiğinde Şekil 4.6’daki gibi görüntü elde edilmektedir (Kırmızı çizgiler PseudoVoigt fonksiyonu kullanılarak yerleştirilen piklerdir). Analizi daha yakından incelemek istenildiği zaman tarama aralığı küçültülmektedir.



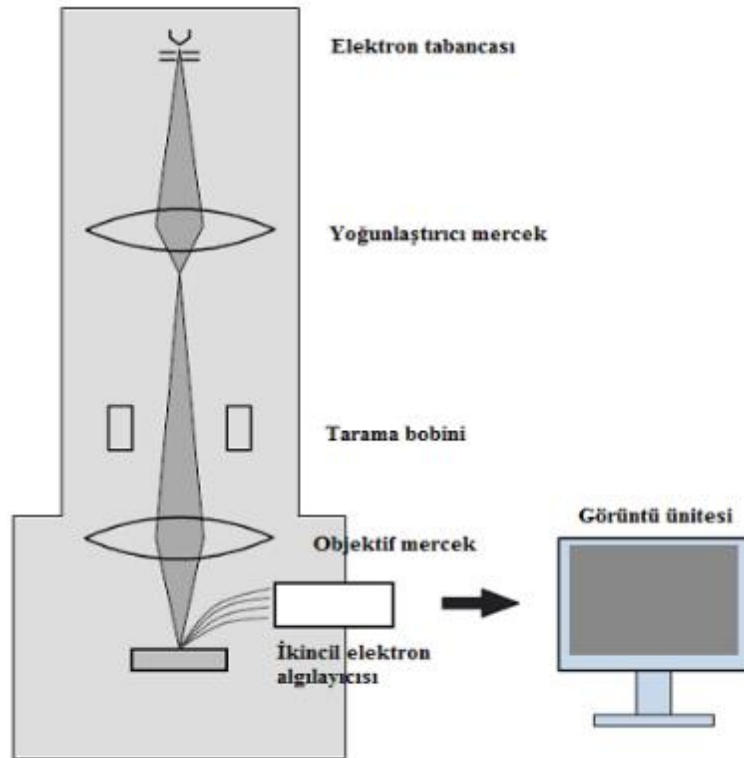
Şekil 4.7 : Örnek numunenin FitYK isimli programın kullanılmasıyla çizilen 46 – 48 dereceler arası XRD analiz sonucu..

Daha ayrıntılı incelenen XRD analizinin pik yerleştirme görüntüsü Şekil 4.7’deki gibi olmaktadır. Bu yerleştirilen pikin verileri incelenerek analizini yapmak istenilen

numunenin verilerini elde edilmesini sağlamaktadır. Bu verilerden numunenin tam olarak pik derecelerini, bu pik derecelerinin FWHM değerleri doğru bir şekilde bulunabilmektedir.

4.3 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

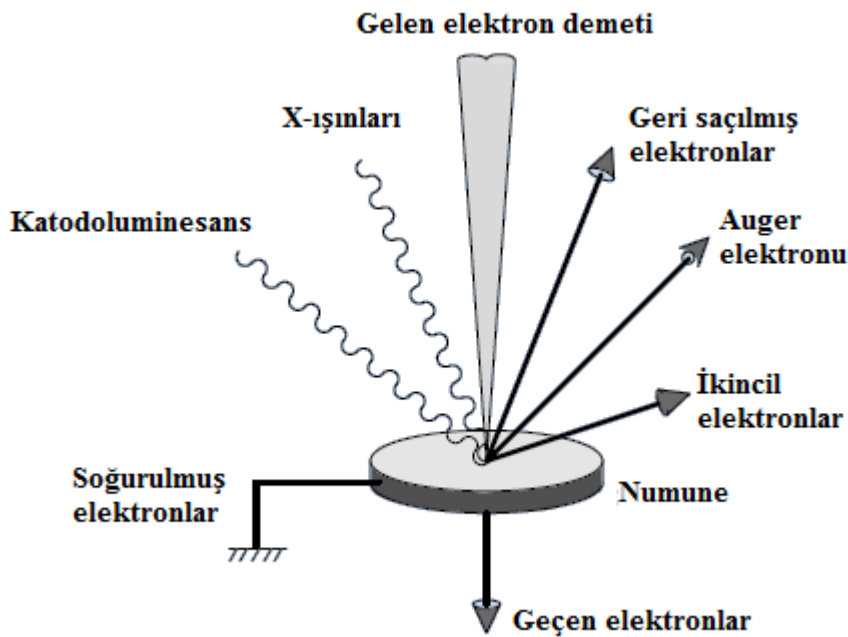
Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntüsü elde edilmesinde öncelikle yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektron demetinin numune yüzeyinde belirlenen belirli bir noktaya odaklanması ile başlamaktadır. Gelen bu elektron demetinin numune yüzeyinde kontrollü taratılması süresinde numune ve elektron atomları aralarında oluşan bir takım girişimler meydana gelmektedir. Oluşan etkilerin uygun dedektörlerde toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden transfer edildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına nakledilmesiyle elde edilmektedir. Günümüz sistemlerde bu dedektörlerden gelen sinyaller dijital sinyallere dönüştürülüp bilgisayar monitörüne aktarılmaktadır. Çözünürlük (resolution), netlik derinliği (depth of focus), görüntü ve analizi birleştirebilme özelliği gibi gerekçelerden ötürü taramalı elektron mikroskobunun kullanım alanını genişletmektedir (Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi, 2010).



Şekil 4.8 : SEM'in şematik yapısı (JEOL Ltd., 2012).

Mercek düzenekleri elektromanyetik alan ile elektron demetini seyrekleştirmekte veya numune yüzeyine odaklamaktadır. İzleme sisteminde, elektron demeti ile numune girişimi neticesinde meydana gelen çeşitli elektron ve ışınları biriktiren dedektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini izleme ekranıyla eş zamanlı tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır (Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi, 2010).

Şekil 4.9’da yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektron demetinin malzeme etkileşimi şematik olarak gösterilmektedir. Bu elektron demeti ile numune etkileşimi sonucu oluşan girişimin hacmi su damlacığı şeklinde ifade edilmektedir. Bu enerjisi yüksek elektron demeti numune atomlarına çarptıkları zaman dış yörüngelerinde bulunan elektronlarla girişim oluşturmaktadırlar. Bu elastik olmayan girişimin enerjisi düşüktür ve Auger elektronları meydana gelmektedir. Auger elektronları incelenerek numunenin yüzeyi hakkında bilgi edinilebilmektedir. Bu bilgiler Auger Spektroskopisinde kullanılarak tanımlanmaktadır. Benzer şekilde yörünge elektronları ile girişimler sonucunda yörüngeden atılan ya da enerjisi azalan elektron demet elektronları vardır. Bu demet elektronlar numunenin yüzeyine doğru yönelirler ve numune yüzeyinde toplanırlar ve ikincil elektron (seconder electrons) olarak ifade edilmektedirler. (Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi, 2010).



Şekil 4.9 : Elektron Demeti Numune Etkileşimi (JEOL Ltd., 2012).



Şekil 4.10 : JEOL JSM-7000F marka tarama elektron mikroskobu (SEM).

Kaplamaların yüzey görüntülerinde, kesit görüntülerinde ve elemental analizinde JEOL JSM-7000F marka alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu (Field Emission SEM: FE-SEM) kullanılmıştır. Elemental analizlerde mikroskoba bağlı bulunan Oxford Instruments 7557 model enerji dağılım spektrometre dedektörü (EDS) ve Inca Analizer analiz yazılımı kullanılmıştır. Filaman voltajı 15 kV olarak belirlenmiştir. Ayrıca kaplamaların kesit görüntüleri için 10 kV filaman voltajı, yüzey görüntüleri için ise 5 kV ve 10 kV filaman voltajı kullanılmıştır. Numunelerin kesitlerinden kaplama kalınlıkları tespit edilmiştir.

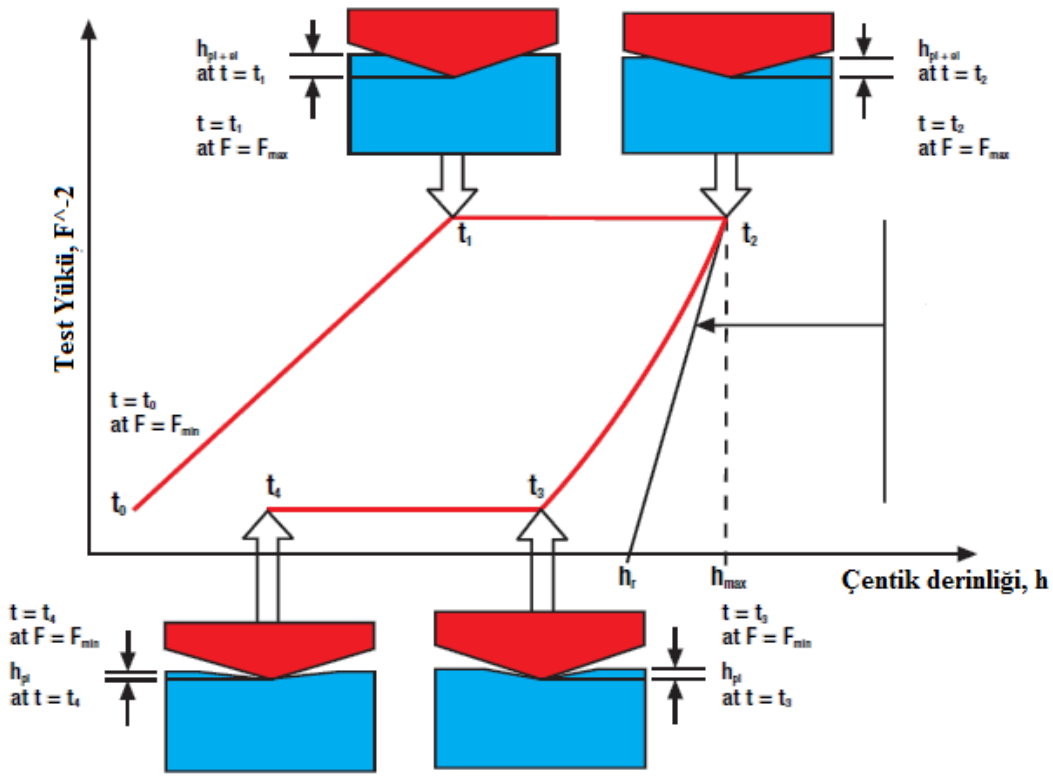
4.4 Mikro Sertlik

Malzemenin çizilmeye karşı gösterdiği dirence sertlik denilmektedir. Sertlik ölçüm işlemi numune yüzeyinde oluşturulan kalıcı izlerin ölçülüp değerlendirilmesiyle hesaplanmaktadır. Sertlik deneylerini şu şekilde gruplara ayırabiliriz: Rockwell sertlik deneyi, brinell sertlik deneyi, vickers sertlik deneyi ve mikro sertlik deneyidir (Kayalı, Ensari, & Dikeç, 1990). İnce filmlerde sertlik ölçümü mikro sertlikle yapıldığı için sertlik deneylerini mikro sertlikle yapılmıştır.

Mikro sertlik deneyi genellikle boyutları çok küçük olan numunelere ve ince saçlara sertliklerini hesaplamada sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. Ancak karbürize, dekarbürize ve azotla sertleştirilmiş yüzeyler ve elektrolitik olarak kaplanmış yüzeylerin sertlikleri de mikro sertlik deneyiyle hesaplanabilmektedir. Bunlardan

başka, metalik alaşımlarda fazların sertliklerinin tespitinde, segregasyonların ve cam, porselen, metalik karbürler gibi çok sert ve kırılğan malzemelerin sertliklerini tayin etmede de tercih edilebilmektedir. Bu sertlik deneylerinde uygulanan yük çok önemlidir. Malzemeye göre seçilecek yük malzemeye $1\mu\text{m}$ 'den daha fazla derinliğe girmemektedir (Askeland & Çeviri: Erdoğan, 1997).

Mikro sertlik cihazının kullanımı otomatiktir. Bunun nedeni uygulanan yük ve derinlik çok duyarlı olduğu için kontrol sistemi otomatik olarak yapılmaktadır. Mikro sertlik aletinin kendine özgü yanı aletin tamamen metal mikroskobunu içermesidir (Askeland & Çeviri: Erdoğan, 1997).



Şekil 4.11 : Mikro sertlik deneyinin yapılışı (Fischer Instrumentation (GB) Ltd, 2007).

Mikro sertlik deneyi kısaca şu şekilde yapılmaktadır; ilk olarak numune mikroskobun tablasına yerleştirilir ve ekranda net görüntü elde edilmektedir. Ardından mikroskop tablası otomatik olarak sertlik cihazının altına getirilmekte ve yük uygulanacak ucun altında bekletilmektedir. Bilgisayar sisteminden program başlatılarak sertlik ölçen ucun hareketi sağlamaktadır. Uç, otomatik olarak kademeli bir şekilde numuneye batmakta ve 40 - 60 saniye sonra yine otomatik olarak geriye dönmektedir. Bu şekilde numunenin yüzeyinde bir iz elde edilmektedir. İzin

boyutlarını incelemek için mikroskobun tablası otomatik olarak görüntüleme sisteminin altına getirilmekte ve okülerden iz gözlenmektedir. Oküler üzerindeki özel cihazla ile izin boyutları hesaplanmaktadır. Bu izin boyutlarını hesaplama işini otomatik hesaplayan bilgisayar programları da günümüzde mevcuttur (Fischer Instrumentation (GB) Ltd, 2007).



Şekil 4.12 : Fischer HP100 X-Y Prog model ultra mikro sertlik cihazı.

Kaplamaların mikro sertlik ölçümleri Fischer HP100 X-Y Prog model ultra mikro sertlik cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sertlik deneysel çalışmaları sırasında 20 mN yük kademeli olarak 40 adımda birer saniye aralıklarla numuneye batırılmıştır. Sertlik ölçümü aynı parametrelerle 25 nokta için uygulanarak, her bir kaplama için ortalama bir sertlik değeri hesaplanmaya çalışılmıştır.

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR ve SONUÇLAR

Kaplama altlığı olarak çelik altlık seçilmiştir. Altlıklar kaplama öncesinde yüzey temizleme işlemleri ile temizlenmiş daha sonrasında da vakum filtreli ark plazma tekniği ile 3 farklı bias voltajı uygulanarak TiN ile kaplanmıştır. Kaplama parametreleri Çizelge 5.1’de gösterilmiştir.

Çizelge 5.1 : Kaplama parametreleri.

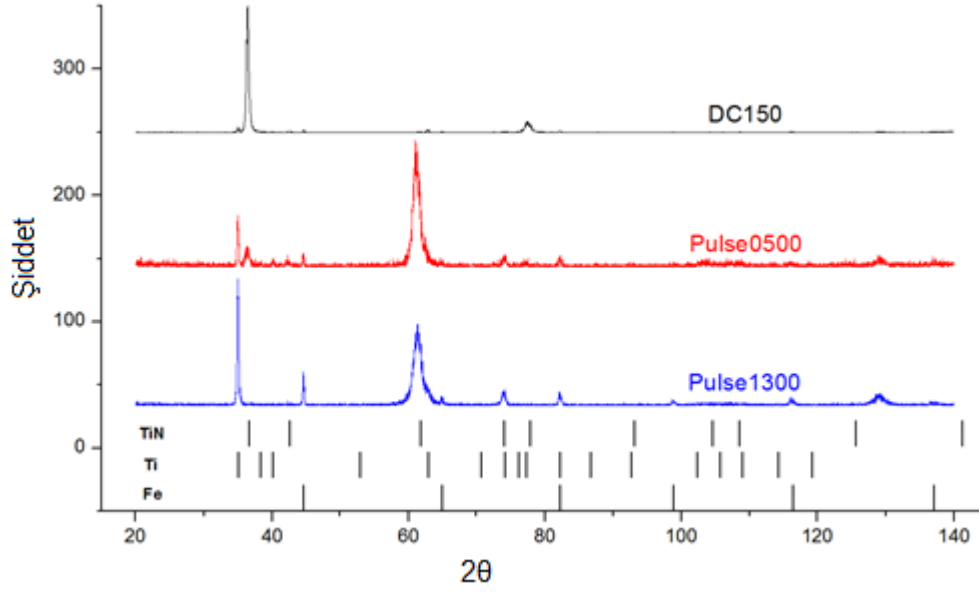
Numune	Bias, V	Kaplama Süresi, dk
DC150	150	21
Pulse0500	500	30
Pulse1300	1300	30

Kaplamalara ilk olarak XRD ile kalıntı gerilmesi ve tane boyutu analizi yapılmıştır. Daha sonrasında kaplamaların sertlikleri incelenmiştir. Üretilen kaplamalara son olarak yapılan karakterizasyon çalışmalarında da; taramalı elektron mikroskopuyla kaplama tabakasının yüzey ve kesit morfolojisi incelenmiş, EDS analizi ile kaplamaların kimyasal bileşimleri bulunmuştur.

5.1 XRD Analizleri

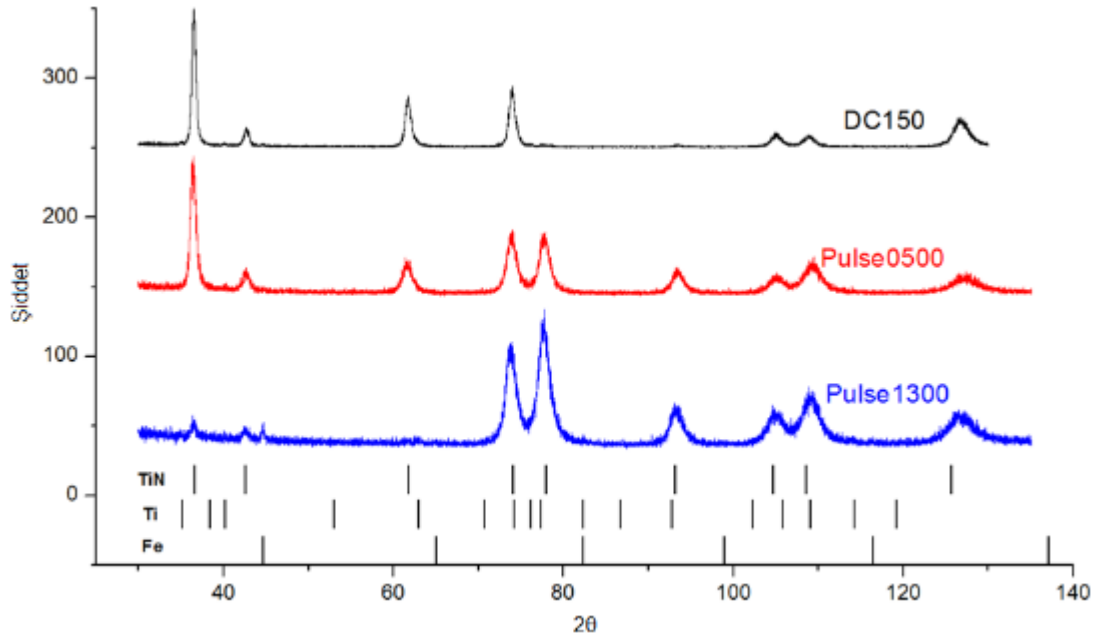
Deneysel analiz çalışmalarının ilk adımında XRD analizleri yapılmıştır. XRD analiz metotlarından gonio modu ile ilk çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Gonio modu ile deneysel çalışmalarda 20-140 dereceler arası incelenmiştir.

Şekil 5.1’de Gonio modu ile yapılan XRD analizleri sonucunda TiN piklerinin şiddetinin oldukça düşük ve uygun (yakınının başka bir pik olmayan) pik bulunmadığından dolayı gonio modu tekniği bırakılmıştır. Gelecek XRD analizlerinde gonio modu tekniği bırakılarak yerine ince film tekniğe geçilmiştir.



Şekil 5.1 : DC150, Pulse0500 ve Pulse1300 numunelerin Gonio mod kullanılarak XRD analiz sonuçları.

Daha sonraki XRD çalışmalarında 5° giriş açılı ince film tekniği ile XRD analizleri 30-140 dereceler arasında yapılmıştır.



Şekil 5.2 : DC150, Pulse0500 ve Pulse1300 numunelerin 5° giriş açılı ince film tekniği ile XRD analiz sonuçları.

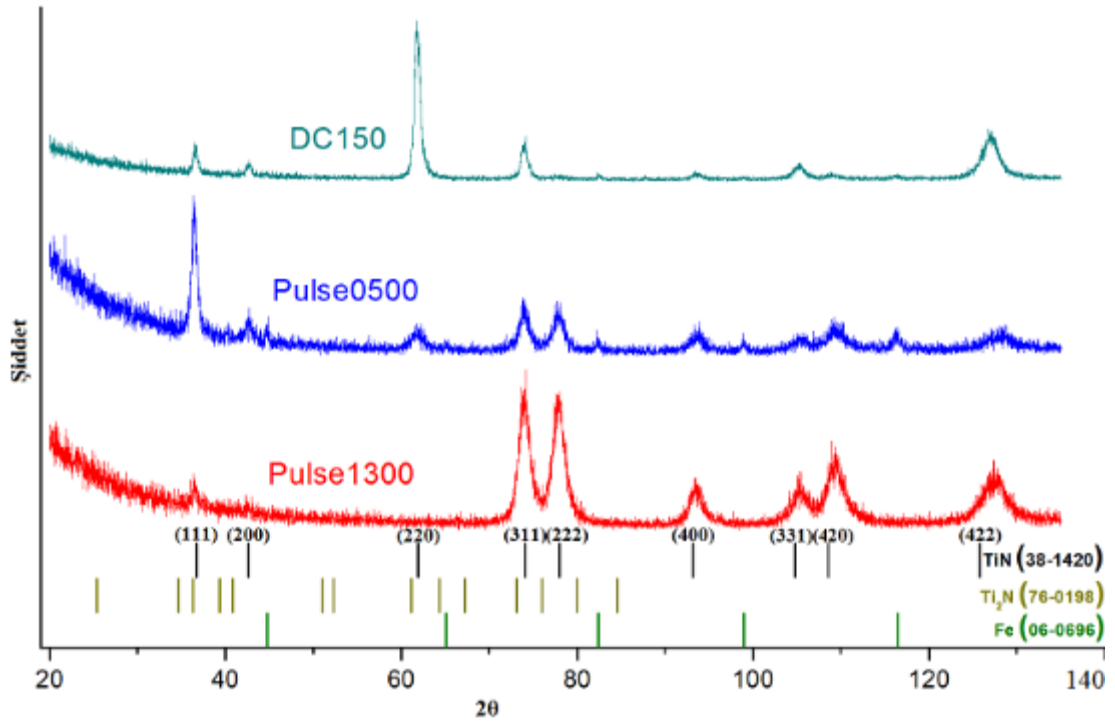
Gonio modu ile yapılan XRD analizleri sonuçlarında da olduğu gibi TiN piklerinin şiddetinin oldukça düşük çıkmıştır. Düşük şiddetli piklerin FWHM (β – pikin yarı yüksekliğindeki genişlik) değerlerini hesaplamalarda hassasiyeti artırdığından dolayı

hata payını artını artıracığından giriş açısını 5 dereceden 1 dereceye indirilmiş ve gelecek XRD analizleri 1 derece ile yapılmıştır.

5.1.1 Williamson-Hall tekniği kullanarak kalıntı gerilmesi analizi

Bu tekniği kullanarak numunelerin hem tane boyutu hem de kalıntı gerilmeleri hakkında bilgi sahibi olunabilmektedir.

Uygun şartlarda kaplanan 3 farklı numunenin ilk olarak XRD analizleri yapılmıştır. Analiz işlemi 1° giriş açısıyla ince film tekniği ile gerçekleştirilmiştir. 3 farklı numunenin XRD analiz sonuçları Şekil 5.3’de gösterilmiştir.



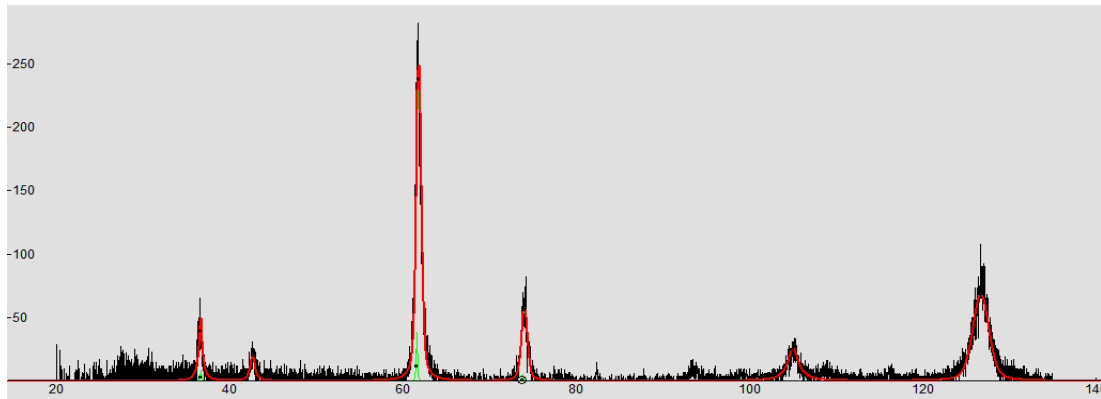
Şekil 5.3 : DC150, Pulse0500 ve Pulse1300 numunelerin 1° giriş açılı ince film tekniği ile XRD analiz sonuçları.

XRD filmlerinin çekimi sonucunda yapının çok büyük bir bölümünün TiN olduğu gözlemlenmiştir. Yapısı içerisinde az miktarda Ti_2N oluşmaya başladığı ve altlık malzemesinde de demir geldiği tespit edilmiştir. XRD analiz sonuçlarına bakarak artan bias voltajına bağlı olarak kaplamanın ortalama tane boyutunun azaldığını söylenebilir. Bunun nedeni; DC150 kaplamasının XRD analiz sonuçlarının “background”u (arka zemin) nispeten düzgünken, Pulse0500 ve Pulse1300 kaplamalarının “background”ları oldukça gürültülü ve başlangıç noktası yüksek dereceden başlamaktadır.

XRD analiz sonuçlarından çıkan bir diğer sonuç da yapıda yönlenmelerin olduğudur. Ivan Petrov ve arkadaşların yapmış olduğu ((Petrov, Hultman, Sundgren, & Greene, 1992), (Gall, Kodambaka, Wall, Petrov, & Greene, 2003)) çalışmalardan da tespit ettiği sonuçlar gibi artan bias voltajına bağlı olarak TiN’de yönlenmelerin gerçekleştiği gözlemlenmiştir. DC150 kaplamasında gözüken (220) düzlemi artan bias voltajına bağlı olarak Pulse0500 kaplamasında şiddeti azalmış, Pulse1300 kaplamasında da tamamen kaybolmaktadır. Bir diğer yönlenme de DC150 kaplamasında gözükmeyen (222) düzlemi artan bias voltajına bağlı olarak Pulse0500 kaplamasında oluşmaya başlamakta, Pulse1300 kaplamasında da giderek şiddeti artmaktadır. Ivan Petrov ve arkadaşların yaptığı çalışmalarda da (Petrov, Hultman, Sundgren, & Greene, 1992), (Gall, Kodambaka, Wall, Petrov, & Greene, 2003) gözlemlediği sonuç artan bias voltajına bağlı yönlenme yapılan çalışmalarla örtüşmektedir.

5.1.1.1 DC150 numunesi

FitYK programı kullanılarak numunenin XRD analiz sonucu için ayrı ayrı pikler yerleştirilmiştir. Pik yerleştirmede PseudoVoigt fonksiyonu kullanılmıştır. Deneysel çalışmalar boyunca Lorentzian, Gaussian, Pearson7, SplitVoigt ve PseudoVoigt fonksiyonları denenmiştir. Bu denenen fonksiyonlar içinde XRD analiz sonuçlarına en yakın olan PseudoVoigt fonksiyonu ile pik yerleştirme çalışmaları yapılmıştır.



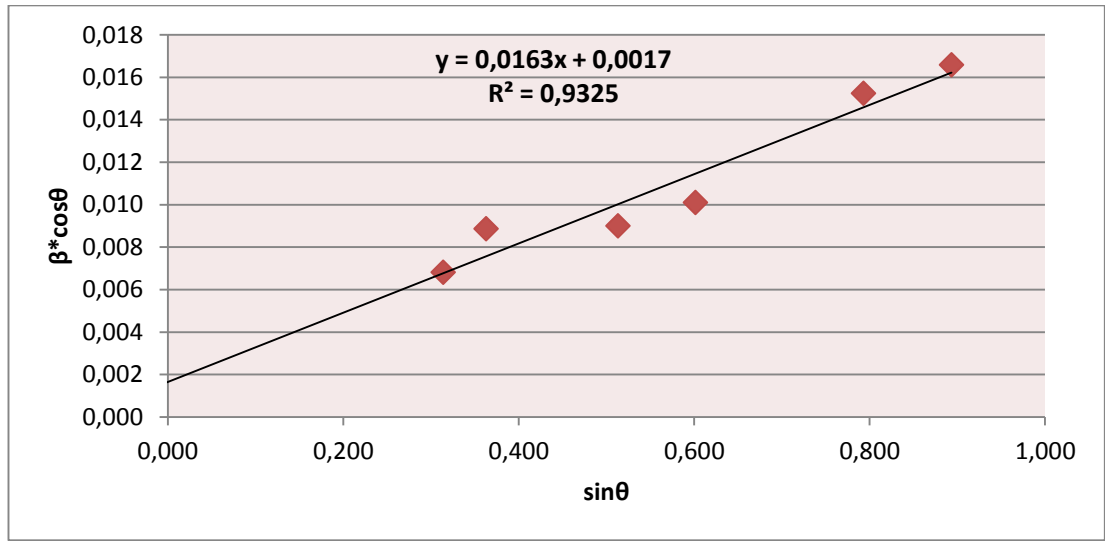
Şekil 5.4 : DC150 numunesine ait XRD analiz sonucuna uygun pikin yerleştirilmesi.

Fityk programı kullanılarak numunelerin FWHM (β) değerleri hesaplanmıştır. Bu değerler aşağıdaki tabloda gösterilmiştir.

Çizelge 5.2 : DC150 numunesinin Fityk değerleri (mavi kutular Fityk programından bulunan sonuçlar, turuncu kutular grafik çizimi için hesaplanan değerler).

2θ (Ölçülen)	sinθ	d (Å)	β (derece)	β total (derece)	β (radyan)	β*cosθ
36.581	0.314	2.456	0.512	0.412	0.007	0.007
42.552	0.363	2.125	0.645	0.545	0.010	0.009
61.731	0.513	1.503	0.701	0.601	0.010	0.009
73.949	0.601	1.282	0.825	0.725	0.013	0.010
104.948	0.793	0.972	1.534	1.434	0.025	0.015
126.601	0.893	0.863	2.214	2.114	0.037	0.017

Çizelge 5.2’de hesaplanan noktaları kullanarak sinθ - β*cosθ grafiği çizilmektedir;



Şekil 5.5 : DC150 numunesinin sinθ - β*cosθ çizimi.

Not: R^2 (eğilim - regresyon) değeri 1 değerine ne kadar yakınsa, noktalardan geçen doğru o derece düzgün ve salınım o derece az olduğunu belirtmektedir. Yapılan çalışmalarda R^2 değerinin 1 değerine yakın olmasına özen gösterilmektedir.

Grafiğin eğimi malzemenin kalıntı gerilmesini hesaplanmada kullanılmaktadır. Bu eğim değeri “4*ε” değerine eşittir. Aynı şekilde y-eksenini kestiği nokta da numunenin tane boyutunu hesaplamada kullanılmaktadır. Y-eksenini kestiği değer numuneye ait “(K*λ)/D” değerini vermektedir (λ-dalga boyu, K-sabit=1, D-tane boyutu). Bu veriler ışığında kalıntı gerilmesi ve tane boyutu hesaplanmıştır.

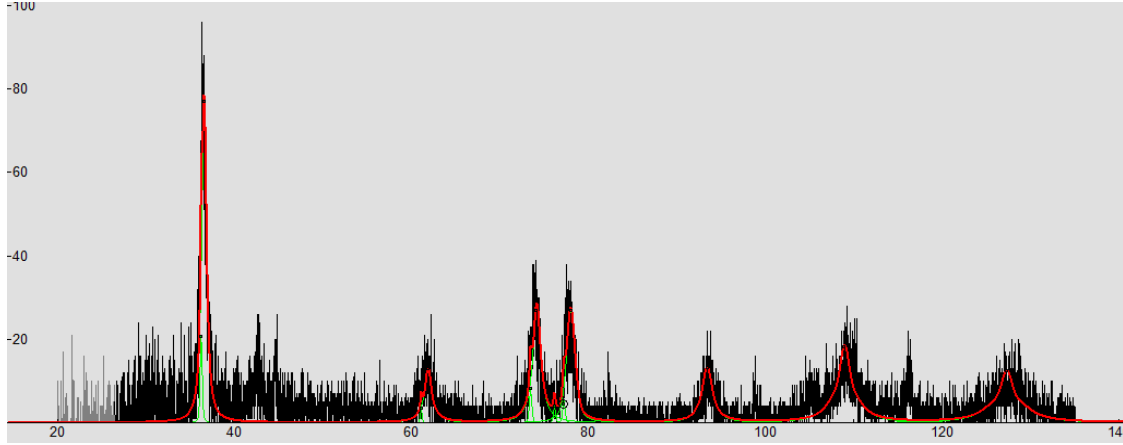
Çizelge 5.3 : DC150 numunesinin kalıntı gerilmesi ve tane boyutu hesabı.

4*ε	Kalıntı Gerilmesi (GPa)	(K*λ)/D	Tane Boyutu (nm)
0.0163	2.445	0.0017	90.7

Kaplamadaki kalıntı gerilmesi basma yönünde 2,445 GPa ve ortalama tane boyutu 90,7 nm olarak hesaplanmıştır.

5.1.1.2 Pulse0500 numunesi

Fityk programı kullanılarak numunenin XRD analiz sonucu için PseudoVoigt fonksiyonu kullanılarak pik yerleştirilmiştir.



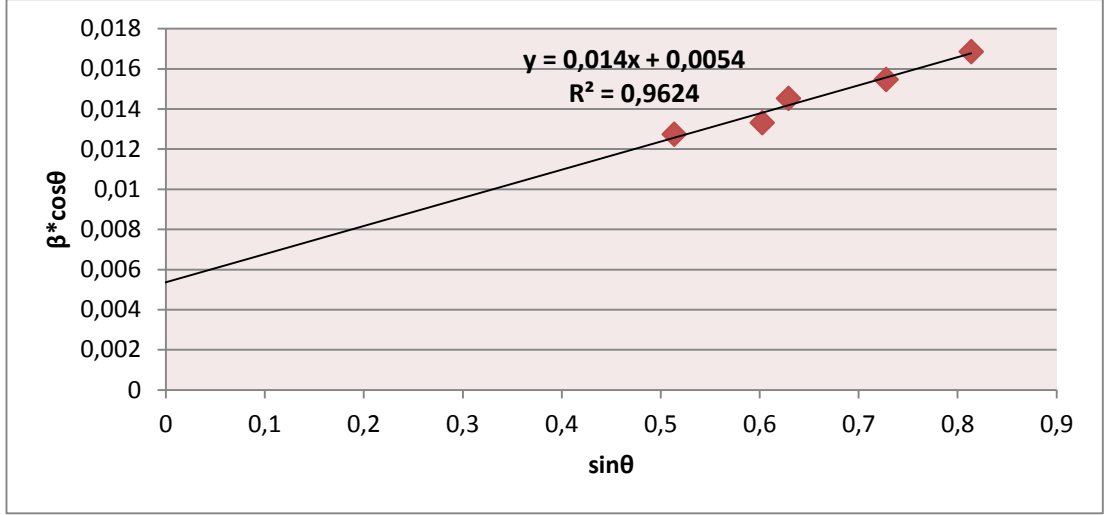
Şekil 5.6 : Pulse0500 numunesine ait XRD analiz sonucuna uygun pikin yerleştirilmesi.

Fityk programı kullanılarak numunelerin FWHM (β) değerleri bulunmuştur. Bu değerler aşağıdaki tabloda gösterilmiştir.

Çizelge 5.4 : Pulse0500 numunesinin Fityk değerleri (mavi kutular Fityk programından bulunan sonuçlar, turuncu kutular grafik çizimi için hesaplanan değerler).

2 θ (Ölçülen)	$\sin\theta$	d (Å)	β (derece)	β total (derece)	β (radyan)	$\beta*\cos\theta$
36.500	0.313	2.462	0.711	0.611	0.011	0.010
61.815	0.514	1.501	0.951	0.851	0.015	0.013
74.094	0.602	1.280	1.056	0.956	0.017	0.013
77.941	0.629	1.226	1.171	1.071	0.019	0.015
93.369	0.728	1.060	1.392	1.292	0.023	0.015
108.906	0.814	0.947	1.762	1.662	0.029	0.017

Çizelge 5.4’de hesaplanan noktalar kullanılarak $\sin\theta$ - $\beta*\cos\theta$ grafiği çizilmektedir;



Şekil 5.7 : Pulse0500 numunesinin $\sin\theta$ - $\beta \cdot \cos\theta$ çizimi.

Grafiğin eğimi malzemenin kalıntı gerilmesini hesaplamada kullanılmaktadır. Bu eğim değeri “ $4 \cdot \epsilon$ ” değerine eşittir. Aynı şekilde y-eksenini kestiği nokta da numunenin tane boyutunu hesaplamada kullanılmaktadır. Y-eksenini kestiği değer numuneye ait “ $(K \cdot \lambda)/D$ ” değerini vermektedir (λ -dalga boyu, K-sabit=1, D-tane boyutu). Bu veriler ışığında kalıntı gerilmesi ve tane boyutu hesaplanmıştır.

Çizelge 5.5 : Pulse0500 numunesinin kalıntı gerilmesi ve tane boyutu hesabı.

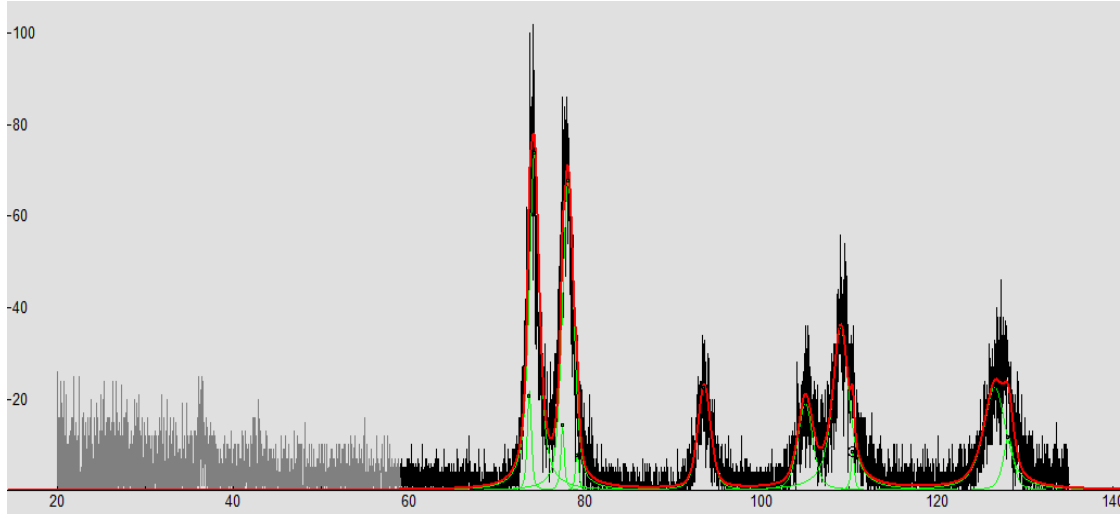
$4 \cdot \epsilon$	Kalıntı Gerilmesi (GPa)	$(K \cdot \lambda)/D$	Tane Boyutu (nm)
0.014	2.100	0.0054	28.5

Kaplamadaki kalıntı gerilmesi basma yönünde 2,100 GPa ve ortalama tane boyutu 28,5 nm olarak hesaplanmıştır.

5.1.1.3 Pulse1300 numunesi

Fityk programı kullanılarak numunenin XRD analiz sonucu için PseudoVoigt fonksiyonu kullanılarak pik yerleştirilmiştir.

Şekil 5.8’de Fityk programı kullanılarak numunelerin FWHM (β) değerleri bulunmaktadır. Bu değerler aşağıdaki tabloda gösterilmiştir.

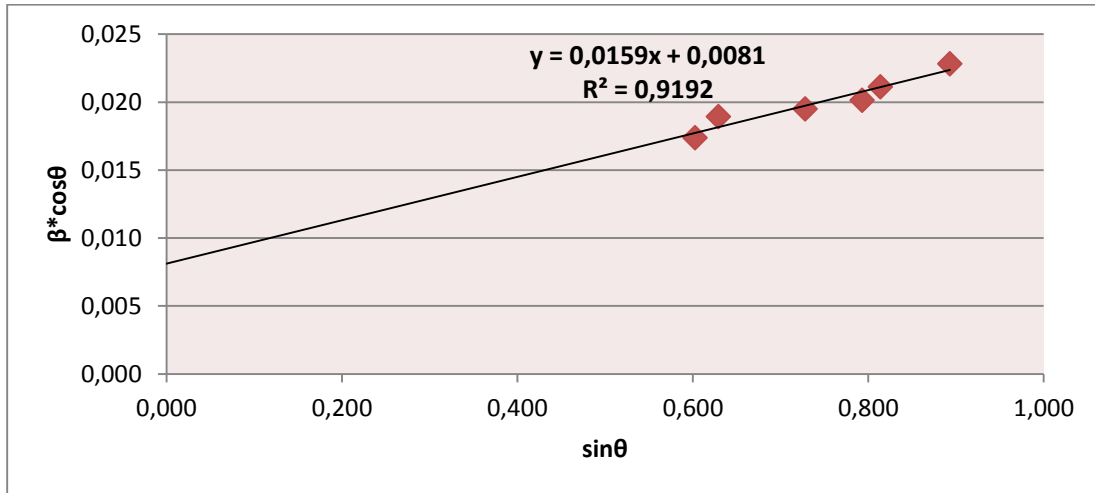


Şekil 5.8 : Pulse1300 numunesine ait XRD analiz sonucuna uygun pikin yerleştirilmesi.

Çizelge 5.6 : Pulse1300 numunesinin Fityk değerleri (mavi kutular Fityk programından bulunan sonuçlar, turuncu kutular grafik çizimi için hesaplanan değerler).

2θ (Ölçülen)	sinθ	d (Å)	β (derece)	β total (derece)	β (radyan)	β*cosθ
73.824	0.601	1.284	1.491	1.391	0.024	0.019
74.120	0.603	1.279	1.348	1.248	0.022	0.017
77.966	0.629	1.225	1.496	1.396	0.024	0.019
93.450	0.728	1.059	1.729	1.629	0.028	0.019
104.942	0.793	0.972	1.993	1.893	0.033	0.020
108.969	0.814	0.947	2.184	2.084	0.036	0.021
126.468	0.893	0.863	3.001	2.901	0.051	0.023

Çizelge 5.6’de hesaplanan noktalar kullanılarak $\sin\theta - \beta*\cos\theta$ grafiği çizilmektedir;



Şekil 5.9 : Pulse1300 numunesinin $\sin\theta - \beta*\cos\theta$ çizimi.

Grafiğin eğimi malzemenin kalıntı gerilmesini hesaplanmada kullanılmaktadır. Bu eğim değeri “ $4*\epsilon$ ” değerine eşittir. Aynı şekilde y-eksenini kestiği nokta da numunenin tane boyutunu hesaplamada kullanılmaktadır. Y-eksenini kestiği değer numuneye ait “ $(K*\lambda)/D$ ” değerini vermektedir (λ -dalga boyu, K-sabit=1, D-tane boyutu). Bu veriler ışığında kalıntı gerilmesi ve tane boyutu hesaplanmıştır.

Çizelge 5.7 : Pulse1300 numunesinin kalıntı gerilmesi ve tane boyutu hesabı.

$4*\epsilon$	Kalıntı Gerilmesi (GPa)	$(K*\lambda)/D$	Tane Boyutu (nm)
0.0159	2.385	0.0081	19.0

Kaplamadaki kalıntı gerilmesi basma yönünde 2,385 GPa ve ortalama tane boyutu ~19 nm olarak hesaplanmıştır.

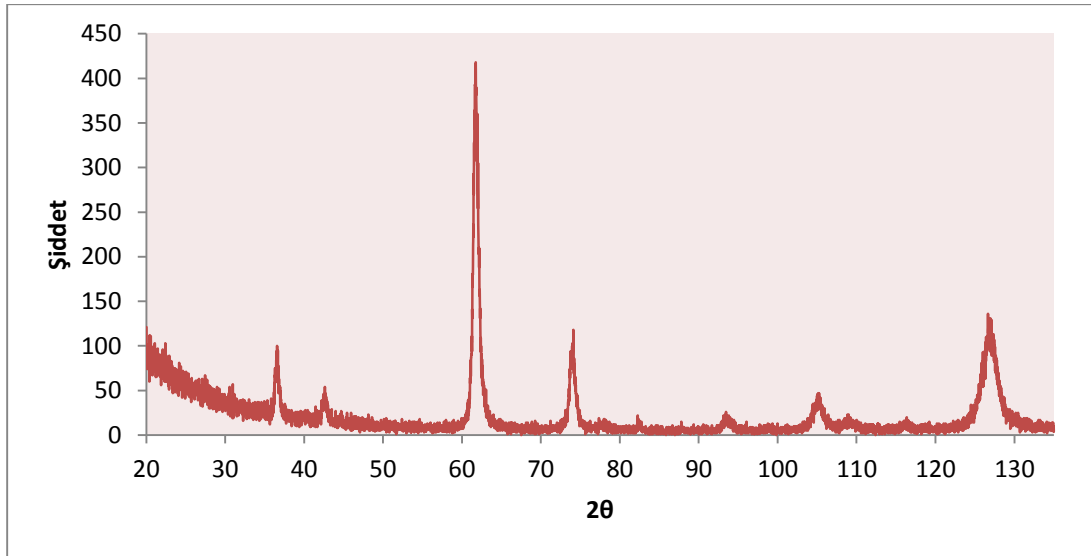
Williamson-Hall tekniği kullanılarak çıkan sonuçlardan artan bias voltajına bağlı olarak kalıntı gerilmesinin önce azaldığı daha sonra artan bias voltajına bağlı olarak tekrar arttığı belirlenmiştir. Tane boyutun da ise artan bias voltajıyla beraber ortalama tane boyutunun da azaldığı tespit edilmiştir.

5.1.2 FIM metodu kullanarak kalıntı gerilmesi analizi

Bu metotta da Williamson-Hall tekniği ile benzer şekilde numunenin XRD verileri baştan sona çekilmektedir;

5.1.2.1 DC150 numunesi

Uygun şartlarda kaplanan numunenin ilk olarak XRD analizi yapılmıştır. Analiz işlemi 1° giriş açısıyla ince film tekniği ile gerçekleştirilmiştir. Numunenin XRD analiz sonucu Şekil 5.10’da verilmektedir.

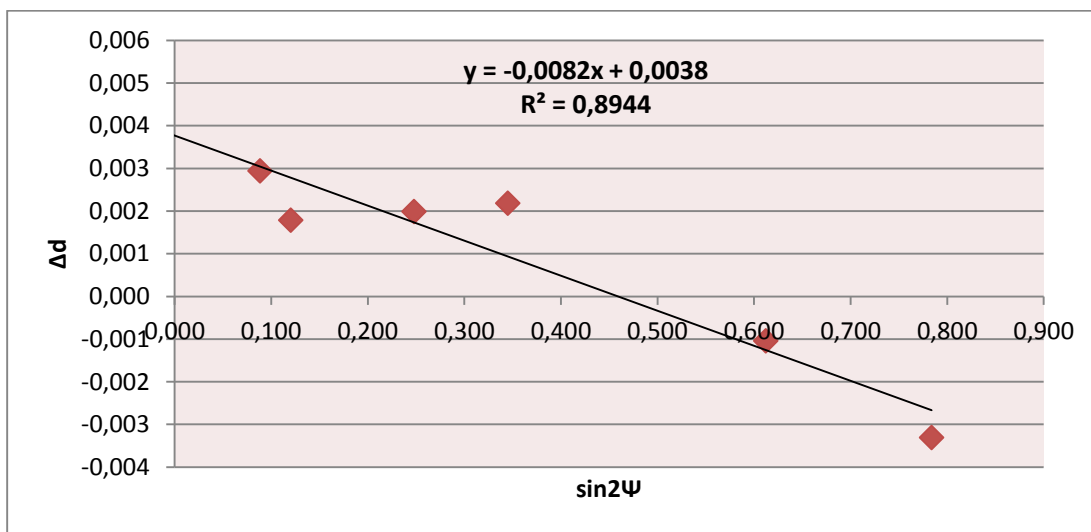


Şekil 5.10 : DC150'nin 1° giriş açılı ince film XRD çekimi.

Çizelge 5.8 : DC150 numunesinin XRD değerleri.

No.	h	k	l	d [Å]	2θ [derece]	2θ (Ölçülen)	sin ² Ψ	d (Å)	Δd
1	1	1	1	2.449	36.663	36.581	0.088	2.456	0.003
2	2	0	0	2.121	42.597	42.552	0.120	2.125	0.002
3	2	2	0	1.500	61.814	61.731	0.248	1.503	0.002
4	3	1	1	1.279	74.07	73.949	0.345	1.282	0.002
7	3	3	1	0.973	104.677	104.948	0.612	0.972	-0.001
9	4	2	2	0.866	125.678	126.601	0.784	0.863	-0.003
Kart No: 00-038-1420 (TiN) (Kübik)									

Çizelge 5.8'de hesaplanan noktalar kullanılarak sin²Ψ - Δd grafiği çizilmektedir;



Şekil 5.11 : DC150 numunesinin sin²Ψ - Δd çizimi.

Grafiğin eğimi bize malzemenin kalıntı gerilmesini hesaplanmada kullanılır. Bu eğim değeri “ $[(1+\nu)/E] * \sigma_\phi$ ” değerine eşittir. Bu veriler ışığında kalıntı gerilmesi hesaplanmıştır.

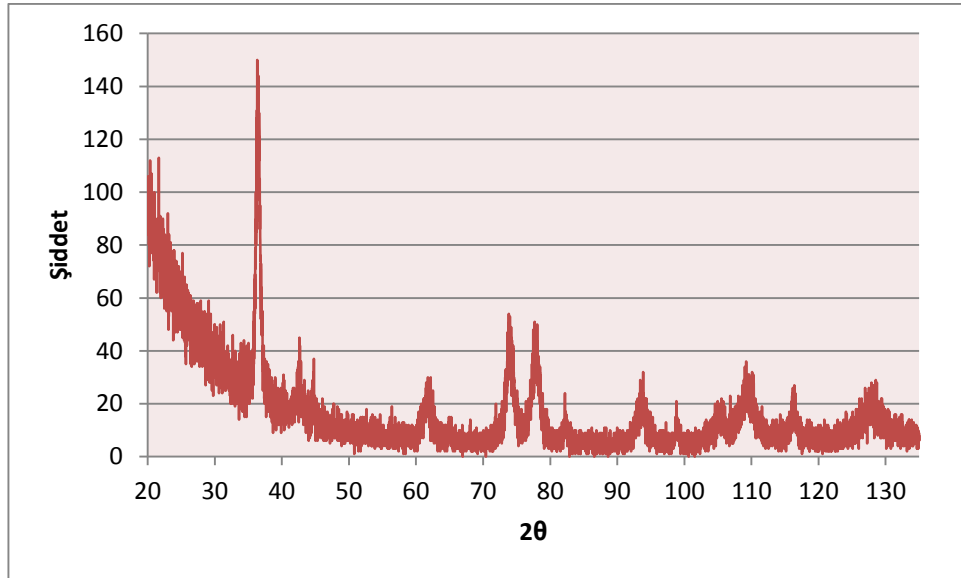
Çizelge 5.9 : DC150 numunesinin kalıntı gerilmesi.

$[(1+\nu)/E] * \sigma_\phi$	Kalıntı Gerilmesi (GPa)
-0.0082	-3.936

Kaplamadaki kalıntı gerilmesi basma yönünde 3,936 olarak hesaplanmıştır.

5.1.2.2 Pulse0500 numunesi

Uygun şartlarda kaplanan numunenin ilk olarak XRD analizi yapılmıştır. Analiz işlemi 1° giriş açısıyla ince film tekniği ile gerçekleştirilmiştir. Numunenin XRD analiz sonucu Şekil 5.12’de verilmektedir.

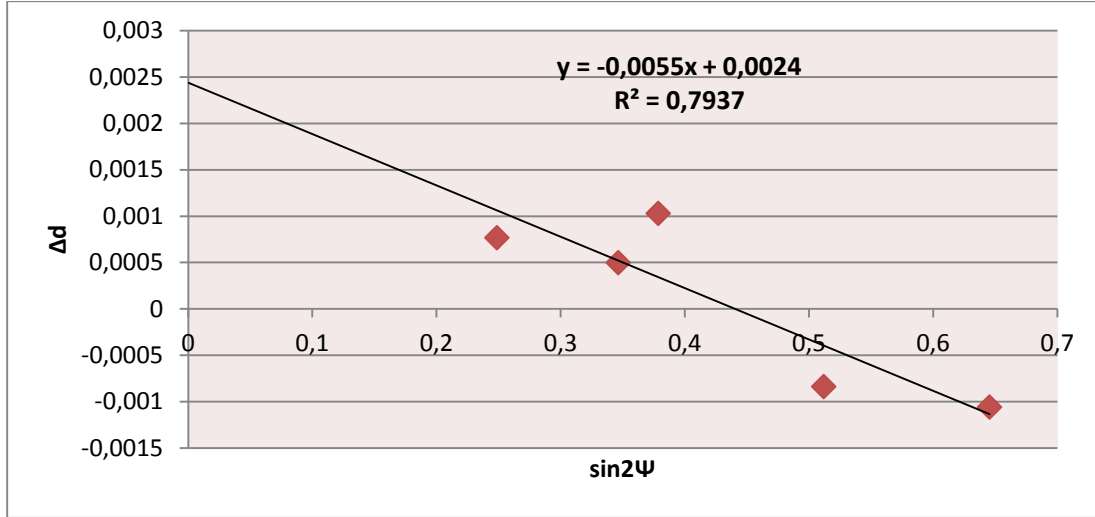


Şekil 5.12 : Pulse0500’nin 1° giriş açılı ince film XRD çekimi.

Çizelge 5.10 : Pulse0500 numunesinin XRD değerleri.

No.	h	k	l	d [Å]	2θ [derece]	2θ (Ölçülen)	$\sin^2\Psi$	d (Å)	Δd
3	2	2	0	1.500	61.814	61.815	0.249	1.501	0.001
4	3	1	1	1.279	74.07	74.094	0.346	1.280	0.000
5	2	2	2	1.224	77.964	77.941	0.379	1.226	0.001
6	4	0	0	1.060	93.173	93.369	0.512	1.060	-0.001
8	4	2	0	0.948	108.611	108.906	0.645	0.947	-0.001
Kart No: 00-038-1420 (TiN) (Kübik)									

Çizelge 5.10’de hesaplanan noktalar kullanılarak $\sin^2\Psi$ - Δd grafiği çizilmektedir;



Şekil 5.13 : Pulse0500 numunesinin sin²Ψ - Δd çizimi.

Grafiğin eğimi bize malzemenin kalıntı gerilmesini hesaplanmada kullanılır. Bu eğim değeri “ $[(1+\nu)/E] \cdot \sigma_\phi$ ” değerine eşittir. Bu veriler ışığında kalıntı gerilmesi hesaplanmıştır.

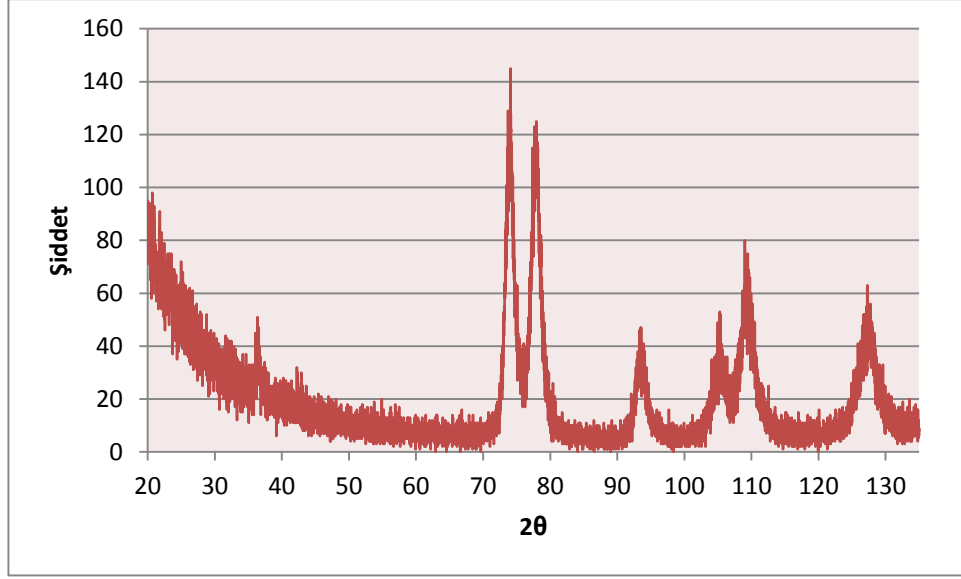
Çizelge 5.11 : Pulse0500 numunesinin kalıntı gerilmesi.

$[(1+\nu)/E] \cdot \sigma_\phi$	Kalıntı Gerilmesi (GPa)
-0.0055	-2.640

Kaplamadaki kalıntı gerilmesi basma yönünde 2,640 olarak hesaplanmıştır.

5.1.2.3 Pulse1300 numunesi

Uygun şartlarda kaplanan numunenin ilk olarak XRD analizi yapılmıştır. Analiz işlemi 1° giriş açısıyla ince film tekniği ile gerçekleştirilmiştir. Numunenin XRD analiz sonucu Şekil 5.14’de verilmektedir.

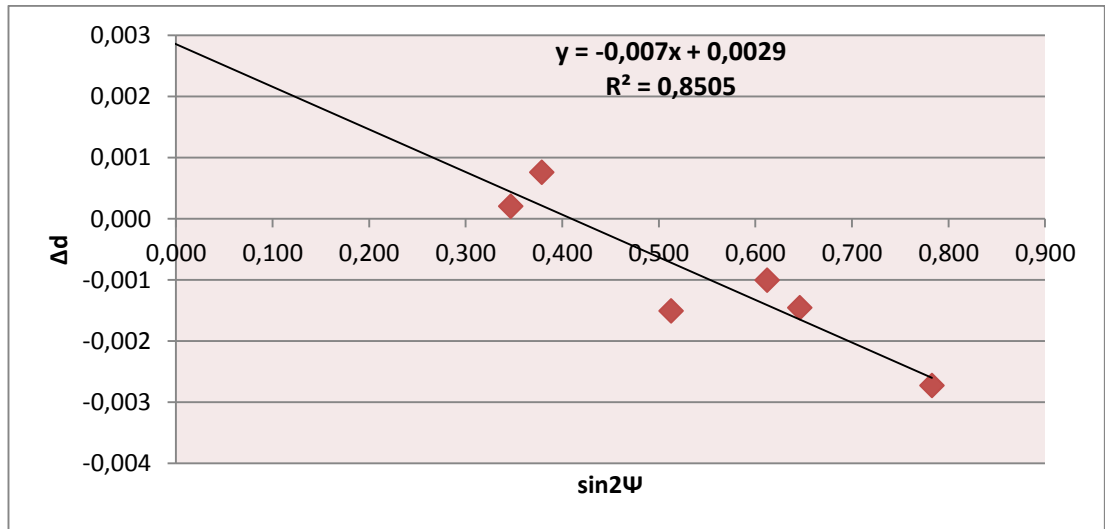


Şekil 5.14 : Pulse1300'nin 1° giriş açılı ince film XRD çekimi.

Çizelge 5.12 : Pulse1300 numunesinin XRD değerleri.

No.	h	k	l	d [Å]	2θ [derece]	2θ (Ölçülen)	sin ² Ψ	d (Å)	Δd
4	3	1	1	1.279	74.07	74.120	0.346	1.279	0.000
5	2	2	2	1.224	77.964	77.966	0.379	1.225	0.001
6	4	0	0	1.060	93.173	93.450	0.513	1.059	-0.002
7	3	3	1	0.973	104.677	104.942	0.612	0.972	-0.001
8	4	2	0	0.949	108.611	108.969	0.646	0.947	-0.001
9	4	2	2	0.866	125.678	126.468	0.783	0.863	-0.003
Kart No: 00-038-1420 (TiN) (Kübik)									

Çizelge 5.12'de hesaplanan noktalar kullanılarak sin²Ψ - Δd grafiği çizilmektedir;



Şekil 5.15 : Pulse1300 numunesinin sin²Ψ - Δd çizimi.

Grafiğin eğimi bize malzemenin kalıntı gerilmesini hesaplanmada kullanılır. Bu eğim değeri “ $[(1+\nu)/E] \cdot \sigma_\phi$ ” değerine eşittir. Bu veriler ışığında kalıntı gerilmesi hesaplanmıştır.

Çizelge 5.13 : Pulse1300 numunesinin kalıntı gerilmesi.

$[(1+\nu)/E] \cdot \sigma_\phi$	Kalıntı Gerilmesi (GPa)
-0.007	-3.360

Kaplamadaki kalıntı gerilmesi basma yönünde 3,360 olarak hesaplanmıştır.

Uygulanan FIM metodu sonucunda da Williamson-Hall tekniğinde olduğu gibi artan bias voltajına bağlı olarak kalıntı gerilmesinde önce azalma daha sonra da artma gözlemlenmiştir.

Literatürdeki çalışmalarla (Çizelge 2.1) kıyaslama yaptığında vakum filtreli ark plazma kaynağı ile kaplanan kaplamalar literatür çalışmalarında düşük kalıntı gerilmesi olarak belirtilen skala değerlerinde içerisinde kaldığı tespit edilmektedir. Buradan da anlaşılabileceği gibi vakum filtreli ark plazma kaynağı ile kaplanan kaplamalarda droplet oluşmaması neticesinde mekanik özellikler yükselmiş ve kalıntı gerilmesi değerlerinde düşme gözlemlenmektedir.

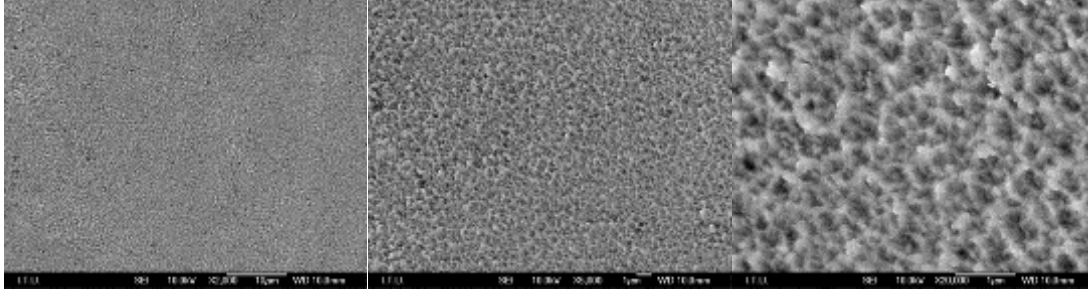
5.2 Sertlik Sonuçları

Kaplama yüzeylerinin 25 noktasından 20 mN yükler uygulanarak mikro sertlik sonuçları alınmış ve ortalama değerleri tabloya yazılmıştır.

Çizelge 5.14 : Numunelerin sertlik sonuçları.

Numune	Sertlik Değeri (GPa)
DC150	26.88 ± 1.08
Pulse0500	23.19 ± 0.48
Pulse1300	24.03 ± 0.52

Sertlik sonucunda artan bias voltajına bağlı olarak sertlikte önce azalma daha sonra da artma tespit edilmiştir. Bu davranış kalıntı gerilmesinde hesaplanan davranışa benzemektedir. Literatür çalışmalarında da çıkan sonuçlarda kalıntı gerilmesinin davranışıyla sertlik davranışının paralel davranış sergilediği ve artan kalıntı

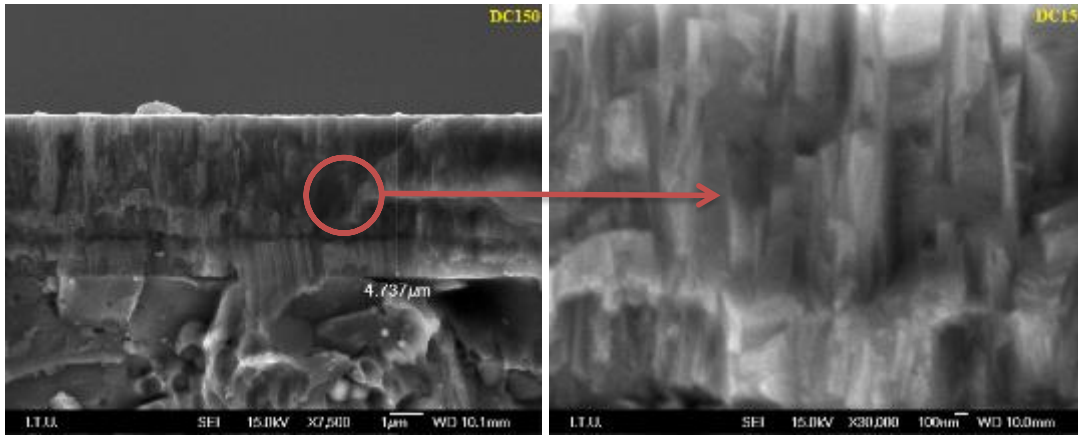


Şekil 5.18 : Pulse1300 numunesinin 2000x, 5000x ve 20000x büyütmeli yüzey SEM görüntüleri.

Diğer kaplamalar gibi Pulse1300 kaplaması da dropletsiz olduğu ve yüzeyinin poröz olduğu gözlemlenmiştir. Ortalama tane boyutunun diğer kaplamalara oranla en düşük olduğu çıkarılmış ve bu çıkarım ve Williamson-Hall tekniğinde hesaplanan ortalama tane boyutunun birbiriyle örtüştüğü belirlenmiştir.

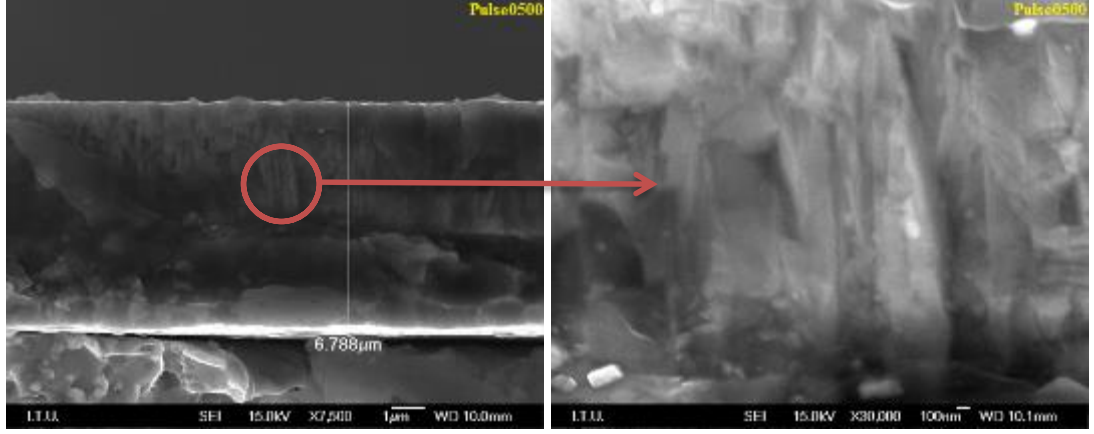
Yüzey SEM görüntüler sonucunda vakum filtreli ark plazma tekniği ile kaplanmış kaplama yüzeylerinde droplet oluşmadığı ve ortalama tane boyutunun küçük olduğu tespit edilmiştir.

5.3.2 Kesit görüntüleri



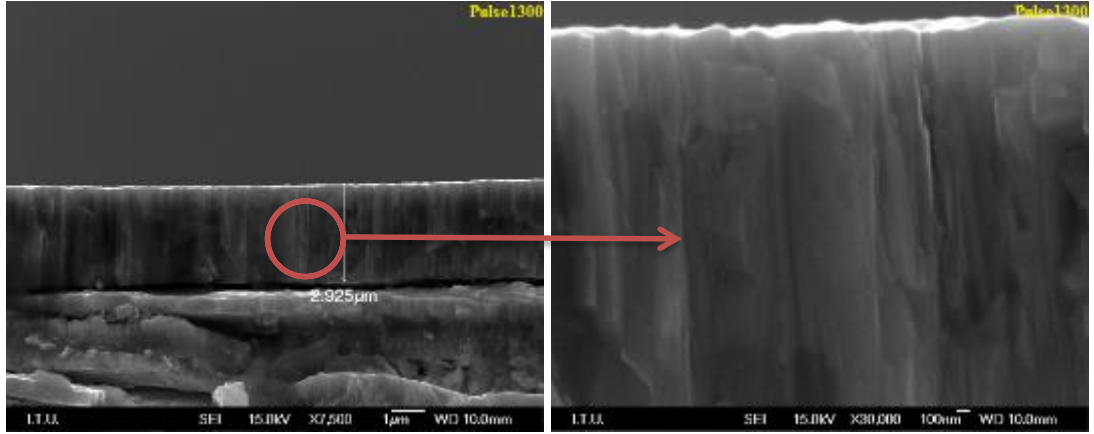
Şekil 5.19 : DC150 numunesinin SEM görüntüsü.

Kaplama yapısı kolonsal yapıdadır ve kaplama kalınlığı 4,7 µm mertebelerindedir.



Şekil 5.20 : Pulse0500 numunesinin SEM görüntüsü.

Kaplama yapısı DC150 olduğu gibi kolonsaldır, ayrıca kolonsal yapı DC150'ye oranla daha belirgindir. Kaplama kalınlığı da 6,8 μm mertebelerindedir.



Şekil 5.21 : Pulse1300 numunesinin SEM görüntüsü.

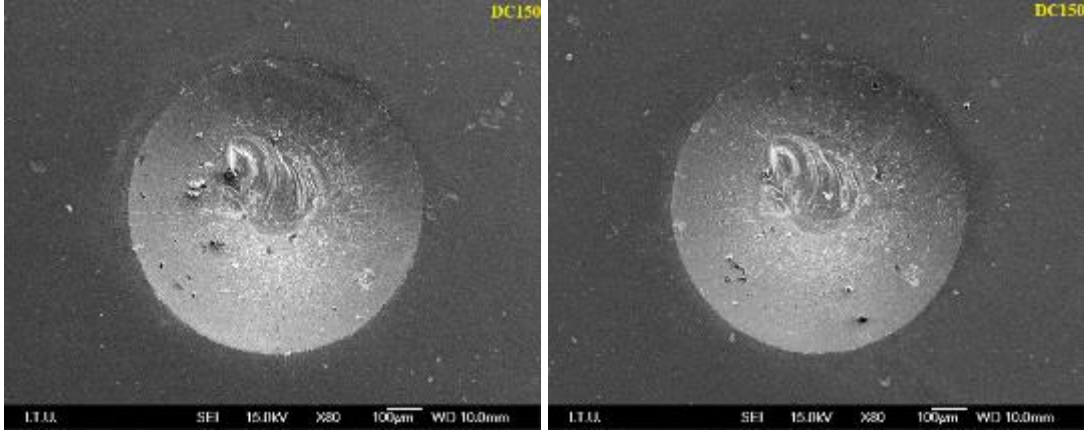
Diğer iki kaplamaya oranla kolonsal yapı daha belirgin ve daha büyüktür. Kaplama kalınlığı da 2,9 μm mertebelerindedir.

Yüzey görüntülerinde yüzey yapısının poröz gözükmemesinin nedeni bu görüntülerle anlaşılmıştır. Kesit yüzeyin SEM görüntüsünden kaplamaların kolonsal bir yapıda olduğu belirlenmiştir ve bu kolonsal yapıların iç kısımları nedeniyle yüzeyden yapısının poröz olduğu anlaşılmıştır. Ayrıca kaplamada ara bir tabaka olduğu da tespit edilmiştir. Bu aradaki tabakanın hangi yapıda olduğunu belirlemek amacıyla kaplamalara EDS analizi yapılmıştır. Bu analiz ve sonucu ileriki bölümlerde açıklanmıştır.

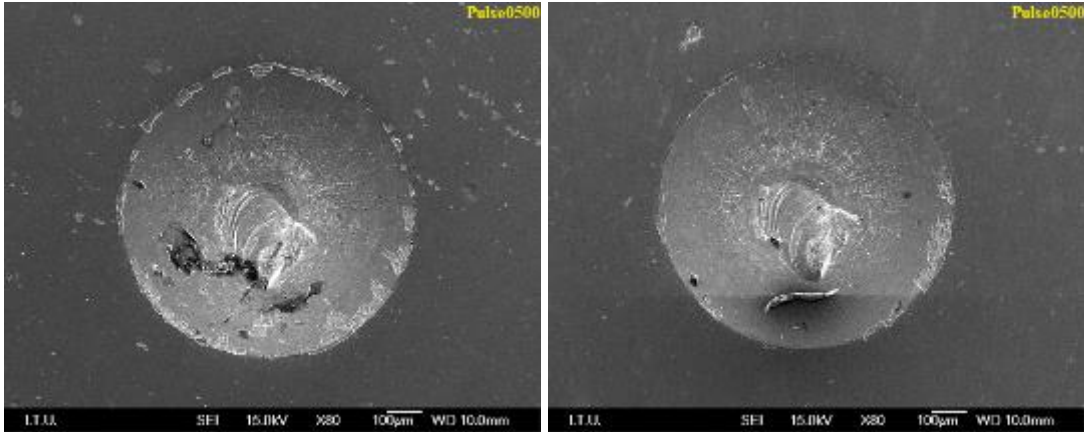
5.3.3 Rockwell C yapışma testi

Kaplamaların altlık malzemesine yapışma özelliği incelenmesi amacıyla, üretilen kaplamalara ikişer kez TS EN ISO 6508-1 standarttı çerçevesinde elmas konik uç

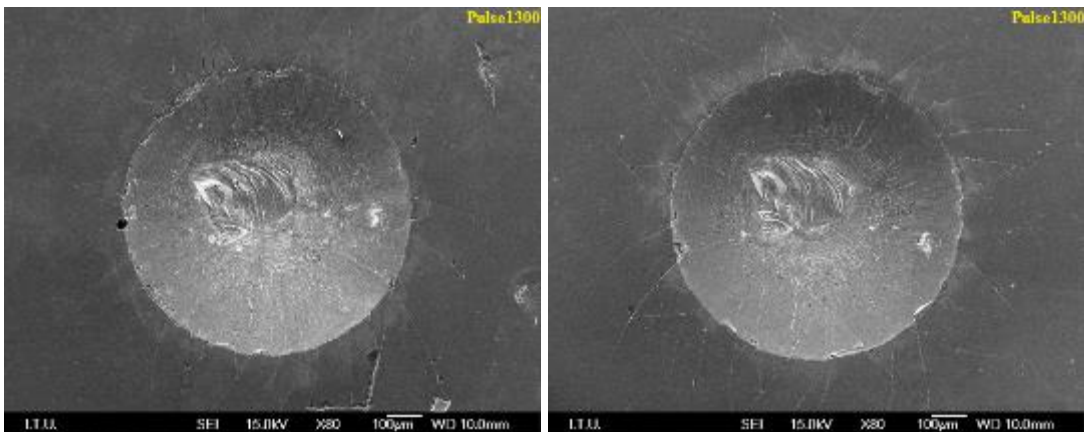
kullanılarak 150 kg (1471 N)'lık normal yük kullanılarak standart Rockwell C sertlik izi testi uygulanmıştır. Rockwell C testi önce sertlik cihazında yapılmıştır ve daha sonra da taramalı elektron mikroskopuyla izlerin incelemesi yapılmıştır. Böylece iz etrafında oluşan çatlakların miktarları ve büyüklükleri, kaplamanın altlık malzemesinden ayrılıp ayrılmadı incelenmiştir. Standart çatlak analiz sonuçları ile karşılaştırılarak yapışmaların kabul edilebilir seviyede olup olmadığı belirlenmiştir.



Şekil 5.22 : DC150 numunesinin Rockwell C sonrası SEM görüntüsü.



Şekil 5.23 : Pulse0500 numunesinin Rockwell C sonrası SEM görüntüsü.



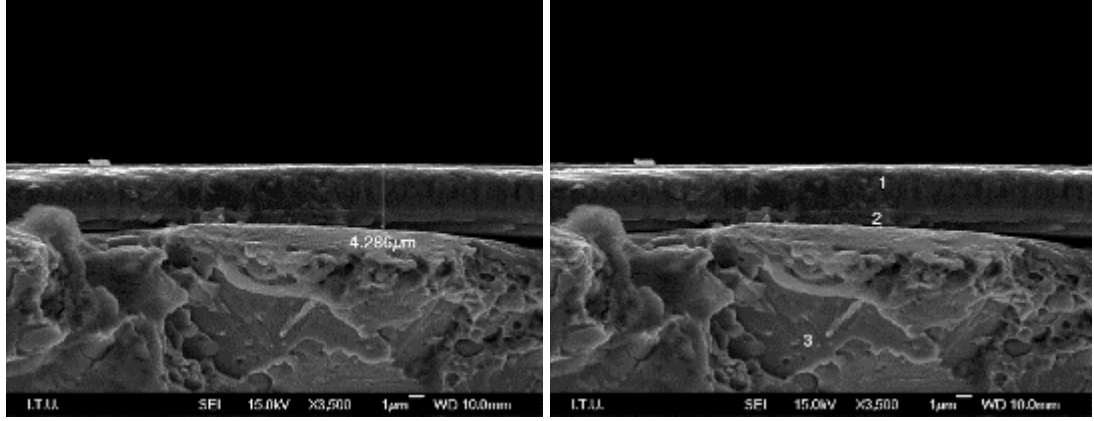
Şekil 5.24 : Pulse1300 numunesinin Rockwell C sonrası SEM görüntüsü.

Çıkan SEM görüntülerden kaplamaların yüzeye çok iyi tutunduğu ve herhangi bir kaplamanın atması gözükmediği tespit edilmiştir.

5.4 Kimyasal Kompozisyon Analiz Sonuçları

Kaplamaların elementel analizlerini yapmak amacıyla her bir numunenin EDS analizi yapılmıştır.

5.4.1 DC150 numunesi



Şekil 5.25 : DC150 numunesinin kesit görüntüsü.

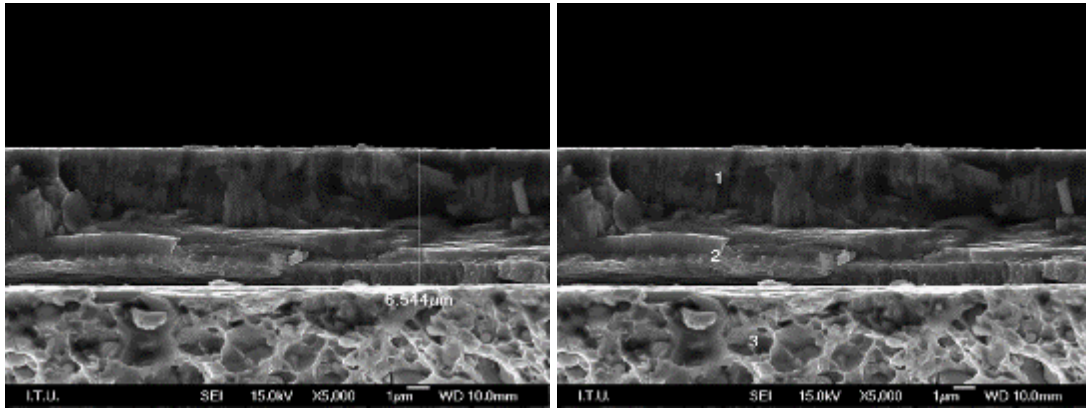
Kaplama iki tabakadan oluştuğu için iki tabakadan ve bir de altlık altlıktan olmak üzere 3 bölgeden EDS analizi alınmıştır.

Çizelge 5.15 : DC150 numunesinin elementel analiz sonucu.

Spektrum		N	Ti	V	Cr	Fe	Mo	W
Ağırlıkça (%)	1. Bölge	21.88	78.12					
	2. Bölge		100.00					
	3. Bölge			1.30	4.54	88.02	2.16	1.78
Atomik (%)	1. Bölge	48.93	51.07					
	2. Bölge		100.00					
	3. Bölge			1.35	4.58	82.85	1.19	0.52

Birinci bölge; TiN, ikinci bölge Ti ve altlığın da çelik olduğu tespit edilmiştir.

5.4.2 Pulse0500 numunesi



Şekil 5.26 : Pulse0500 numunesinin kesit görüntüsü.

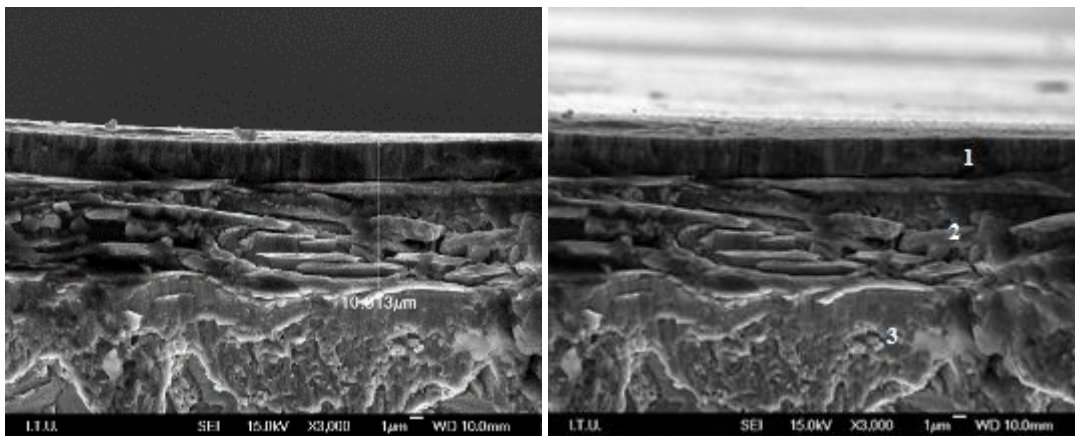
Kaplama iki tabakadan oluştuğu için iki tabakadan ve bir de altlık altlıktan olmak üzere 3 bölgeden EDS analizi alınmıştır.

Çizelge 5.16 : Pulse0500 numunesinin elementel analiz sonucu.

Spektrum		N	Ti	V	Cr	Fe	W
Ağırlıkça (%)	1. Bölge	21.02	78.98				
	2. Bölge	6.95	93.05				
	3. Bölge			2.47	4.88	81.96	6.15
Atomik (%)	1. Bölge	47.64	52.36				
	2. Bölge	20.35	79.65				
	3. Bölge			2.49	4.83	75.37	1.72

Birinci bölge; TiN, ikinci bölge Ti ve altlığın da çelik olduğu tespit edilmiştir.

5.4.3 Pulse1300 numunesi



Şekil 5.27 : Pulse1300 numunesinin kesit görüntüsü.

Kaplama iki tabakadan oluştuğu için iki tabakadan ve bir de altlık altlıktan olmak üzere 3 bölgeden EDS analizi alınmıştır.

Çizelge 5.17 : Pulse1300 numunesinin elementel analiz sonucu.

Spektrum		N	Ti	V	Cr	Fe	W
Ağırlıkça (%)	1. Bölge	15.95	84.07				
	2. Bölge	19.11	80.89				
	3. Bölge			0.90	5.54	85.80	1.65
Atomik (%)	1. Bölge	39.35	60.65				
	2. Bölge	44.68	55.32				
	3. Bölge			0.81	4.94	71.39	0.42

Birinci bölge; TiN, ikinci bölge de TiN ve altlığın da çelik olduğu tespit edilmiştir. Bu kaplama da ara tabaka (Ti) kullanılmamıştır.

Yapılan bütün çalışmaları toplu halde eğer ele alınırsa;

Çizelge 5.18 : Deneyler sonunda elde edilen bütün sonuçlar.

Numune	Williamson Hall Metodu ile Kalıntı Gerilmesi (MPa)	FIM Metot ile Kalıntı Gerilmesi (MPa)	Sertlik (GPa)	Williamson Hall Metodu ile Tane Boyutu (nm)
DC150	- 2445	- 3936	26.88 ± 1.08	90.7
Pulse0500	- 2100	-2640	23.19 ± 0.48	28.6
Pulse1300	- 2385	-3360	24.03 ± 0.52	19.0

Bu tablodan artan bias voltajına bağlı olarak kalıntı gerilmesinin ve sertliğin önce düştüğü daha sonra da artan bias voltajıyla beraber arttığı, tane boyutunun ise artan bias voltajıyla beraber sürekli azaldığı çıkmaktadır. Bu yaptığımız çalışma Yanhui Zhao ve arkadaşların yapmış olduğu çalışmalar benzerlik göstermektedir (Zhao, Wang, Xiao, Yu, & Li, 2011).

Kaplamanın ortalama tane boyutu, yapısı ve mekanik özellikleri bias voltajına bağlıdır. En yüksek kalıntı gerilmesi, sertlik ve ortalama tane boyutu değerleri 150V

bias voltajında elde edilmektedir. 150V bias voltajında kaplanan kaplamada gözükten (220) düzlemi artan bias voltajına bağılı olarak 500V bias voltajında kaplanan kaplamada şiddeti azalmış, 1300V bias voltajında kaplanan kaplamada da tamamen kaybolmaktadır. Bir diğerk yönlenme de 150V bias voltajında kaplanan kaplamada gözlemlenmeyen (222) düzlemi artan bias voltajına bağılı olarak 500V bias voltajında kaplanan kaplamada oluşmaya başlamış, 1300V bias voltajında kaplanan kaplamada da giderek şiddeti artmaktadır.

Kaplamaların kalıntı gerilmeleri artan bias voltajına bağılı olarak Williamson-Hall metodunda 2,5 GPa'dan 2,1 GPa değerine düşmüş, ancak artan bias voltajıyla tekrar 2,4 GPa değerine yükselmektedir. Aynı şekilde buna paralel olarak FIM metodu ile hesaplanan kalıntı gerilme değerlerinde de aynı eğilim mevcuttur. 150V bias voltajında 3,9 GPa kalıntı gerilmesi değeri artan biasla 2,6 GPa değerine düşmüş daha sonra da 3,3 GPa değerine yükselmektedir.

6. GENEL SONUÇLAR VE YORUMLAR

Çıkan deney sonuçlarından;

- Artan bias voltajına bağlı olarak kalıntı gerilmesinin önce azaldığı daha sonra da arttığı anlaşılmaktadır. Kalıntı gerilmesindeki önce azalıp daha sonra artışın nedenini Zhao ve arkadaşlarının 2011 yılında yapmış olduğu çalışmalarda da belirttikleri gibi bias voltajına bağlı olarak yapı ve mekanik özelliklerdeki değişimler neticesi oluşmaktadır.
- Kalıntı gerilmesi sonucuna paralel olarak artan bias voltajına bağlı olarak sertliğin önce düştüğü daha sonra da arttığı belirlenmektedir.
- Artan bias voltajına bağlı olarak TiN’de yönlenmelerin gerçekleştiği çıkarılmaktadır. Bu yönlenmeler belli bir bias voltajına kadar kalıntı gerilmesi ve sertliği gibi mekanik özelliklerde azalma etkisi oluştururken belli bir bias voltajından sonra mekanik özellikleri artıran etki gösterdiği çıkarılmıştır.
- Kalıntı gerilmesi ve sertliğin paralel hareket ettiği gözlemlenmektedir.
- Willimson-Hall metodu ve FIM yönteminin birbirlerini destekledikleri belirlenmektedir, ancak Willimson-Hall metodu ile elde edilen kalıntı gerilmesi sonucunun FIM yöntemiyle kalıntı gerilmesi sonuç değerlerinden daha düşük değerler verdiği tespit edilmektedir.

KAYNAKLAR

- Aksenov, I. I., Strel'nitskij, V. E., Vasilyev, V. V., & Zaleskij, D. Y. (2003). Efficiency of magnetic plasma filters. *Surface and Coatings Technology*, 118–127.
- Anderoğlu, O. (2004). Residual Stress Measurement Using X-Ray Diffraction. *Materials Science*, 1-64.
- Andrew L. Gyekenyesi, G. Y. (1999). *Thermoelastic Stress Analysis: The Mean Stress Effect in Metallic Alloys*. Ohio: NASA / TM.
- Askeland, D. R., & Çeviri: Erdoğan, M. (1997, Şubat 24). *Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri*. Ankara: Nobel Yayın Dağıtım.
- C.-H. Ma, J.-H. H. (2006). Nanohardness of nanocrystalline TiN thin films. *Surface & Coatings Technology*, 200, 3868– 3875.
- Carrasco, C., Vergara, V., Benavente G., R., Mingolo, N., & Rios, J. (2002). The relationship between residual stress and process parameters in TiN coatings on copper alloy substrates. *Materials Characterization*(48), 81-88.
- Center for Materials Science and Engineering. (2008, Kasım 2008). Basics of X-Ray Powder Diffraction - MIT. Cambridge, ABD: Massachusetts Institute of Technology.
- Cullity, B. D. (1956). *Elements of X-Ray Diffraction*. United States of America: Addison-Wesley Publishing Company.
- Demirler, U., & Taptık, Y. (2005). FBB TiN kaplamalarda taban malzemenin kalıntı gerilme üzerine. *İTÜ Dergisi*, 4(1), 95-102.
- Dronavalli, S. B. (2004). Residual Stress Measurements and Analysis by Destructive and Non Destructive Techniques, University of Nevada, Las Vegas.
- Ekmekçi, B. (2004). Theoretical and Experimental Investigation of Residual Stresses in Electric Discharge Machining. 1-247. Ankara: Orta Doğu Teknik Üniversitesi Doktora Tezi.
- F.Vaz, L. P. (2002). Residual stress states in sputtered Ti₁yxSixNy films. *Thin Solid Films*, 402, 195–202.
- Fischer Instrumentation (GB) Ltd. (2007, Eylül 2007). *Path-breaking technology in the measuring microhardness and evaluating material properties*. Temmuz 26, 2012 tarihinde http://www.fischer-microhardness.co.uk/uploaded_files/file_14.pdf adresinden alındı
- Fortuna, S. V., Sharkeev, Y. P., Perry, A. J., Matossian, J. N., & Shulepov, I. A. (2000). Microstructural features of wear-resistant titanium nitride coatings deposited by different methods. *Thin Solid Films*, 512 - 517.

- Gall, D., Kodambaka, S., Wall, M. A., Petrov, I., & Greene, J. E.** (2003). Pathways of atomistic processes on TiN (001) and (111) surfaces during film growth: an ab initio study. *Journal of Applied Physics*, 93(11), 9086-9094.
- H&man, L., Sundgren, J.-E., Greene, J. E., Bergstrom, D. B., & Petrov, I.** (1995). High-flux low-energy (-20 eV) Ng ion irradiation during TiN deposition by reactive magnetron sputtering: Effects on microstructure and preferred orientation. *American Institute of Physics*, 78(9), 5395-5403.
- J.-D. Kamminga, T. H.** (2000). On the origin of stress in magnetron sputtered TiN layers. *Journal of Applied Physics*, 88(11), 6332 - 6345.
- JEOL Ltd.** (2012, Mart 28). *Scanning Electron Microscope A to Z*. Temmuz 31, 2012 tarihinde Basic Knowledge For Using The SEM: <http://www.jeol.com> adresinden alındı
- Kampfe, B.** (2000). Investigation of residual stresses in microsystems using X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, II*(288), 119-125.
- Kayalı, E. S., Ensari, C., & Dikeç, F.** (1990). *Metallik malzemelerin mekanik deneyleri*. İstanbul: İstanbul Teknik Üniversitesi Kütüphanesi.
- Keiner, L. E.** (2007). *Solar Matter III - Electromagnetic Spectrum*. Florida: Florida Güneş Enerji Merkezi.
- Martin, P. M.** (2008). Filtered catdodic arc deposition. *Vacuum Technology & Coating*, 1 - 3.
- N.J.M. Carvalho, E. Z.** (2003). Stress analysis and microstructure of PVD monolayer TiN and multilayer TiNy(Ti,Al)N coatings. *Thin Solid Films*, 429, 179-189.
- National Physical Laboratory.** (2007, Ekim 21). *Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction*. Mayıs 2, 2012 tarihinde http://www.npl.co.uk/upload/pdf/Determination_of_Residual_Stresses_by_X-ray_Diffraction_-_Issue_2.pdf adresinden alındı
- Osman, Y., Murat, D., & Selçuk, H.** (2008). Tabaka Kaldırma Yöntemi ile Kalıntı Gerilmelerin Ölçülmesi ve Diğer Yöntemlerle Karşılaştırılması. *Mühendis ve Makina*, 49(579), 20-27.
- Paul H. Mayrhofer, C. M.** (2006). Microstructural design of hard coatings. *Progress in Materials Science*, 51, 1032 - 1114.
- Pecharsky, V. K., & Zavalij, P. Y.** (2009). *Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials*. New York: Springer Science+Business Media.
- Petrov, I., Hultman, L., Sundgren, J.-E., & Greene, J. E.** (1992). Polycrystalline TiN films deposited by reactive bias magnetron sputtering: Effects of ion bombardment on resputtering rates, film composition, and microstructure. *American Vacuum Society*, 265-272.

- S. PalDey, S. D.** (2003). Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review. *Materials Science and Engineering*, A(342), 58 - 79.
- Sarıoğlu, C., Demirler, U., Kazmanlı, M. K., & Ürgen, M.** (2005). Measurement of residual stresses by X-ray diffraction techniques in MoN and Mo₂N coatings deposited by arc PVD on high-speed steel substrate. *Surface and Coatings Technology*, 2-3(190), 238–243.
- Savaloni, H., Gholipour-Shahraki, M., & Player, M. A.** (2006). A comparison of different methods for x-ray diffraction line broadening analysis of Ti and Ag UHV deposited thin films: nanostructural dependence on substrate temperature and film thickness. *Journal of Physics d: Applied Physics*, 2231–2247.
- Schajer, G.** (2001). Residual Stresses: Measurement by Destructive Testing. *Encyclopedia of Materials Science and Technology*, 8152-8158.
- Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi.** (2010, Temmuz 7). *Taramalı Elektron Mikroskobu*. Temmuz 31, 2012 tarihinde <http://www.selcukiltek.com: http://www.selcukiltek.com/equipment-105-sem-taramali-elektron-mikroskobu.aspx> adresinden alındı
- Shigeki Takago, M. G.** (2002). The Residual Stress Measurement of TiCN PVD Films. *International Centre for Diffraction Data 2002, Advances in X-ray Analysis*, 45, 365 - 370.
- Speakman, S. A.** (2008). Estimating Crystallite Size Using XRD. MIT Center for Materials Science and Engineering.
- Wen-Jun Chou, G.-P. Y.-H.** (2002). Mechanical properties of TiN thin film coatings on 304 stainless steel substrates. *Surface and Coatings Technology*, 149, 7–13.
- Withers, P. J., & Bhadeshia, H. D.** (2001). Residual Stress, Part 1- Measurement Techniques. *Materials Science and Technology*, 17, 355-365.
- Zhang Y., P. S.** (2005). Residual Stress Mapping in Welds Using the Contour Method. *Materials Science Forum*, 490-491, 294-299.
- Zhao, Y., Wang, X., Xiao, J., Yu, B., & Li, F.** (2011). Ti–Cu–N hard nanocomposite films prepared by pulse biased arc ion plating. *Applied Surface Science*, 370 – 376.

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Behzat DEGE

Doğum Yeri ve Tarihi: Gebze-Kocaeli / 23.01.1986

Adres: Tatlıkuyu Mah. Tatlıkuyu Cad. No:14 Daire:9 Gebze/Kocaeli

E-Posta: behzattt@hotmail.com

Lisans: İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği