
GAZİ ÜNİVERSİTESİ
Gazi
1926

POLİMER MALZEMELERİN FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME YÖNTEMİYLE ALÜMİNYUM KAPLANMASI VE PARAMETRELERİN ARAŞTIRILMASI

Emir SENİRGET

YÜKSEK LİSANS TEZİ
İMALAT MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ARALIK 2021

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmasında yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Emir SENİRGET
01/12/2021

POLİMER MAL0ZEMELERİN FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME YÖNTEMİYLE ALÜMİNYUM KAPLANMASI VE PARAMETRELERİN ARAŞTIRILMASI

(Yüksek Lisans Tezi)

Emir SENİRGET

GAZİ ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Aralık 2021

ÖZET

Hafif olması, karmaşık geometrilerde üretilebilmesi ve ucuz olması nedeniyle plastikler endüstriyel uygulamalarda oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır. Buna karşın polimer malzemeler ışığı soğurduğu için dekoratif amaçlı uygulamalar için uygun değildir. Bu eksikliği kaplamalar kullanılarak önlenmeye çalışılmaktadır. Polimer malzemeler yüksek sıcaklıkta sıvı faza geçtiğinden dolayı yüksek sıcaklıkta yapılan kaplamalara uygun değildir. Bu nedenle düşük sıcaklıkta kaplama yapmaya imkan veren fiziksel buhar biriktirme yöntemi polimerlerin kaplanmasında en sık kullanılan yöntemlerden birisidir. Bu çalışmada kaplamanın polimere bağlanmasını sağlayan iyonik deşarj prosesi, kaplamanın gerçekleştiği buharlaşma prosesi ve kaplama kalınlığının etkileri araştırılmıştır.

Bilim Kodu : 91438

Anahtar Kelimeler : Dekoratif kaplamalar, fiziksel buhar biriktirme, FBB, polimerler, alüminyum kaplama

Sayfa Adedi : 83

Danışman : Prof. Dr. Abdulmecit GÜLDAŞ

VACUUM METALLIZATION OF POLYMER MATERIALS WITH PHYSICAL VAPOR DEPOSITION METHOD AND INVESTIGATION OF PARAMETERS

(Master Thesis)

Emir SENİRGET

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

December 2021

ABSTRACT

Polymeric materials are widely used in industrial applications due to their light weight, complex geometries and cheapness. However, polymer materials are not suitable for decorative applications as they absorb light. This deficiency is tried to be prevented by using coatings. Polymer materials are not suitable for coatings made at high temperatures because they pass into the liquid phase at high temperatures. For this reason, the physical vapor deposition method, which allows coating at low temperatures, is one of the most frequently used methods for coating polymers. In this study, the effects of the ionic discharge process that ensures the bonding of the coating to the polymer, the evaporation process in which the coating takes place and the polymer coating made for the coating to last longer have been investigated.

Science Code : 91438
Key Words : Decorative coatings, vacuum metallization, PVD, polymers, aluminum coating
Page Number : 83
Supervisor : Prof. Dr. Abdulmecit GÜLDAŞ

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmamın hazırlanmasında destek ve yardımlarını esirgemeyen başta danışman hocam sayın Prof. Dr. Abdulmecit GÜLDAŞ'a, bölümdeki diğer kıymetli hocalarıma ve manevi desteğini esirgemeyen değerli eşim ve aileme teşekkürü bir borç bilirim. Numuneleri hazırlamamda bana destek olan Aygersan A.Ş.'ye ve ölçümler için laboratuvarlarını kullanmama izin veren Gazi Üniversitesi İmalat Mühendisliği bölümüne desteklerinden dolayı teşekkür ederim. Bu yüksek lisans tezinin hazırlanması sırasında yapılmış olan tüm numune ve deneyler Aygersan A.Ş. tesislerinde gerçekleştirildiğinden, elde edilen teknik bilgiler Aygersan A.Ş.'nin izni olmadan kullanılamaz.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET iv

ABSTRACT v

TEŞEKKÜR vi

İÇİNDEKİLER vii

ÇİZELGELERİN LİSTESİ ix

ŞEKİLLERİN LİSTESİ x

RESİMLERİN LİSTESİ xiii

SİMGELER VE KISALTMALAR xiv

1. GİRİŞ 1

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI 3

3. TEMEL BİLGİLER 15

3.1. Giriş 15

3.2. Kaplamalar 16

3.3. Kaplamaların Kullanım Alanları 17

3.4. Dekoratif Kaplamalar 18

3.5. Kaplama Yöntemleri 19

3.6. Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemlerinin Sınıflandırılması 19

3.7. Fiziksel Buhar Biriktirme 20

3.7.1. Buharlaştırma teknikleri 20

3.7.2. Sıçratma 30

3.7.3. Yöntemlerin karşılaştırılması 35

3.7.4. Film büyümesi 38

Sayfa

4. MALZEME VE METOT 53

4.1. Malzeme 53

4.2. Kaplama Düzeneği 54

4.3. Kaplama İşleminin Yapışması 55

4.4. Kaplanmış Plastiklerin Karakterizasyonu 56

4.4.1. Yüzey pürüzlülük testi 56

4.4.2. Yapışma testi 57

4.4.3. Kaplama kalınlık testi 58

5. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA 61

5.1. Amaç ve Çalışma Planı 61

5.2. İyonik Deşarj ve Yüzey Pürüzlülüğünün Kaplama Yapışmasına Etkisi 61

5.3. Farklı Plastik Malzemelerin Kaplama Yapışmasına Etkisi 70

5.4. Kaplama Kalınlığının Yapışma Performansına Etkisi 72

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 75

6.1. İyonik Deşarj ve Yüzey Pürüzlülüğünün Kaplama Yapışmasına Etkisi 75

6.2. Farklı Plastik Malzemelerin Kaplama Yapışmasına Etkisi 76

6.3. Kaplama Kalınlığının Yapışma Performansına Etkisi 76

KAYNAKLAR 79

ÖZGEÇMİŞ 83

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge **Sayfa**

Çizelge 3.1. Metallerin buharlaşma parametreleri 23

Çizelge 3.2. Farklı FBB prosesleri için tipik hedef / katot ve iyon / atom parametreler ve sayıları..... 35

Çizelge 3.3. Biriktirme proses kriteri 36

Çizelge 3.4. Buharlaşma proses kontrolü..... 37

Çizelge 4.1. Kaplamada kullanılan flaman tel kimyasal bileşeni 53

Çizelge 4.2. Kaplamada kullanılan alüminyum tel kimyasal bileşeni..... 54

Çizelge 4.3. Numunelere uygulanan test tablosu..... 56

Çizelge 4.4. Yapışma testi ölçek tablosu..... 58

Çizelge 5.1. İyonik deşarj prosesinde parametreler ve seviyeleri..... 63

Çizelge 5.2. Kaplama yapılacak plastiklerin yüzey pürüzlülük değerleri tablosu a) PMMA b) PC..... 63

Çizelge 5.3. Kaplama yapılacak plastiklerin yüzey pürüzlülük değerleri tablosu a) PMMA b) PC..... 68

Çizelge 5.4. Tekrar deneyi yapışma test sonuçları a) PMMA b) PC..... 69

Çizelge 5.5. İyonik deşarj prosesinde parametreler ve seviyeleri..... 70

Çizelge 5.6. Plastiklerin kaplama öncesi yüzey pürüzlülük değerleri..... 71

Çizelge 5.7. Numunelerin yapışma test sonuçları a) Teflon b) Kestamid c) PMMA d) PC..... 71

Çizelge 5.8. Numunelerin kaplama kalınlık sonuçları a) İyonik deşarj ve buharlaşma b) Sadece Buharlaşma 73

Çizelge 5.9. Numunelerin kaplama kalınlık sonuçları a) İyonik deşarj ve buharlaşma b) sadece buharlaşma..... 73

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil **Sayfa**

Şekil 3.1. Kaplama yöntemlerinin sınıflandırılması 19

Şekil 3.2. Fiziksel buhar biriktirme yöntemlerinin sınıflandırılması 19

Şekil 3.3. Fbb metot diyagramı 20

Şekil 3.4. Rezistans veya endüktif buharlaştırma tekniği kullanan FBB 21

Şekil 3.5. Dirençle ısıtılan buharlaştırma kaynak düzenekleri 22

Şekil 3.6. Rezistanslı buharlaştırma ile kaplamanın uygulanışı 22

Şekil 3.7. ARE kaplama ünitesinin şema görünümü 26

Şekil 3.8. İyon kaplama tekniği şematik görünümü 27

Şekil 3.9. Termiyonik ark kaplama ünitesinin şema görünümü 28

Şekil 3.10. Sıcak namlu katot arkı kaplama ünitesi 29

Şekil 3.11. Katodik ark buhar biriktirme sistemi 30

Şekil 3.12. Katodik noktadaki oluşumun aşamaları 30

Şekil 3.13. Sıçratma yöntemi ve sıçratma mekanizmasının şematik gösterimi 31

Şekil 3.14. Diyot sıçratma sistemi a) DC b) RF 33

Şekil 3.15. Triyot sıçratma sistemi 33

Şekil 3.16. Manyetik sıçratma kaynağının kesit alanı görünüşü 34

Şekil 3.17. İyon demeti ile sıçratma 35

Şekil 3.18. Elektron mikroskop tarama (SEM) fraktografında vakum biriktirme kalınlıkları a) Alüminyum b) Paslanmaz çelik 39

Şekil 3.19. Yüzey kaplama ve iğne deliği oluşumunda yüzey morfoloji etkisi 39

Şekil 3.20. Vakum buharlaştırılmış kondensatların yapı bölgesi modeli (SZM) 40

Şekil 3.21. Sıçratmayla biriktirilen malzemelerin yapı bölgesi modeli (SZM) 41

Şekil **Sayfa**

Şekil 3.22. Vakumla biriktirilmiş berilyumda sütunlu morfolojiyi gösteren Fraktograf 42

Şekil 3.23. % 96 ergimiş döküm alümina yüzeyinin SEM resmi 43

Şekil 3.24. Sıçratmayla biriktirilmiş krom nodüllerinin SEM resmi 46

Şekil 3.25. Yüzey (üst) ve püskürtmeyle biriken krom filmlerin kırılma kesiti (alt) eşzamanlı bombardıman var (B) ve eşzamanlı bombardıman yok (A) 47

Şekil 3.26. Enerjik atomik boyutlu parçacıklarla bombardımana tutulan bir yüzeyde meydana gelen olaylar 49

Şekil 5.1. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 700 V farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği 64

Şekil 5.2. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 1400 V farklı sürelerde yüzey .pürüzlülüğü değişim grafiği 64

Şekil 5.3. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 2250 V farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği 64

Şekil 5.4. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 100 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği 65

Şekil 5.5. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 300 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği 65

Şekil 5.6. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 600 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği 65

Şekil 5.7. PC kaplama yapılacak plastiklerin 700 volt farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği 66

Şekil 5.8. PC kaplama yapılacak plastiklerin 1400 volt farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği 66

Şekil 5.9. PC kaplama yapılacak plastiklerin 2250 volt farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği 66

Şekil 5.10. PC kaplama yapılacak plastiklerin 100 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülük değişim grafiği 67

Şekil 5.11. PC kaplama yapılacak plastiklerin 300 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülük değişim grafiği 67

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.12. PC kaplama yapılacak plastiklerin 600 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülük değişim grafiği 68

Şekil 5.13. Yansıtıcılık ve kalınlık grafiği 72

Şekil 5.14. İyonik deşarj ve buharlaşma yapılan numunelerin yapışma test performansı 73

Şekil 5.15. Sadece buharlaşma yapılan numunelerin yapışma test performansı 74

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim **Sayfa**

Resim 4.1. Kaplanmış ürün numune ve ölçüleri 53

Resim 4.2. Kaplama makinesi görseli 54

Resim 4.3. Kaplama makinesi kontrol pano resmi 55

Resim 4.4. Yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı 57

Resim 4.5. Yapışma testinde kullanılan ekipmanlar 58

Resim 4.6. Kaplama kalınlık ölçüm cihazı 59

Resim 5.1. Kaplama yapılacak malzemeler 62

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	**Açıklamalar**
°C	Santigrat Derece
K	Kelvin
mbar	Milibar
mm	Milimetre
Pa	Pascal
V	Voltaj

Kısaltmalar	**Açıklamalar**
CVD	Chemical Vapor Deposition
FBB	Fiziksel Buhar Biriktirme
KBB	Kimyasal Buhar Biriktirme
PC	Polikarbonat
PMMA	Polimetil Metakrilat
PVD	Physical Vapor Deposition
s	Saniye

1. GİRİŞ

Plastikler; diğer yöntemlere göre ucuz, hafif ve kalıplamaya müsait olduğu için yaşamımızın pek çok yerinde kullanılmaktadır. Buna karşın plastiklerin aşınma dirençleri zayıf, dekoratif amaçlı ürünler için ışığı yansıtma özelliği düşüktür. Polimerlerin bu dezavantajları yüzey kaplama prosesleri ile azaltılmaya çalışılmaktadır. Üzerlerine koruyucu kaplama tabakası eklenerek plastiklerin çizilme direnci gibi özellikleri artırılmaktadır [1]. Buna ek olarak iletkenlik, dekoratif amaçlı, korozyona dayanıklılık, elektriksel olarak yalıtkan gibi farklı amaçlarla da yapılan kaplamalar mevcuttur. Buradaki amaç, kaplama yaparak hem ana malzemenin, hem de kaplama malzemesinin istenen özelliklerine sahip bir ürün elde etmektir.

Yapılan son çalışmalara göre, plastiklerin üzerine yapılan koruma amaçlı kaplamalar, Kimyasal Buhar Biriktirme (KBB) yöntemi ile farklı sıcaklıklarda ve vakum altında biriktirilmektedir. KBB prosesinde zehirli, kimyasal olarak aktif, uçucu ve patlayıcı kimyasal maddeler kullanılmaktadır. Bundan dolayı çevreye zarar veren bir prosestir. Ayrıca KBB kompleks ve yüksek maliyetli bir yöntemdir [1]. Plastik ürünlerde fiziksel buhar biriktirme yönteminin daha çok tercih edilmesinin nedeni daha düşük sıcaklıklarda çalışma gerekliliğidir. Sıcağa maruz kalan plastikler deformasyona uğrayarak ölçüsel bozulmalar meydana gelmektedir. Bu nedenle kaplama yapılan sıcaklığın ortam sıcaklığına yakın değerlerde olması gerekmektedir. Fiziksel buhar biriktirme yöntemi düşük sıcaklıkta kaplama yapmaya daha elverişli bir kaplama türüdür.

Fiziksel buhar biriktirme, katı bir kaynağı vakum ortamında buharlaştırarak hedef yüzey üzerine biriktirilmesi yöntemidir [1]. Bu yöntemde malzeme buharının oda sıcaklığına yakın bir sıcaklıkta kaplanacak malzeme üzerine biriktirilmesi gerçekleştirilebilir. Burada katı haldeki kaynak malzemesinin yüzeyinden gaz fazına geçecek atomların yüzeyden kopması için ihtiyaç duyduğu enerjiyi buharlaştırma yönteminde ısı enerjisi, sıçratma tekniğinde ise bombardıman iyonlarının çarpışma enerjisi transferi ile gerçekleşmektedir.

Bu tez çalışmasında; basit, maliyeti etkin ve zehirli gaz emisyonu yapmadığından dolayı çevreci bir proses olan fiziksel buhar biriktirme yöntemi ile plastik ürünlere yapılan alüminyum kaplamalar araştırılmıştır. Farklı plastik ürünlere farklı proses parametrelerinde

kaplama yapılarak ortaya çıkan üründe yapışma testi ve kaplama kalınlık sonuçları karşılaştırılmıştır. Bu sayede plastik ürünlere fiziksel buhar biriktirme yöntemi ile yapılan alüminyum kaplamalar hakkında bilgi edinilmesi amaçlanmıştır.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Plastikler çeşitli geometrilerde üretilebildiklerinden dolayı pek çok kullanım alanı vardır. Ancak, plastikler kullanımlarına göre ek özelliklere ihtiyaç duymakta ve bu noktada kaplamalardan yararlanılmaktadır. Bu nedenle, yapılan literatür araştırmasında birçok araştırmacının plastiklerin kaplanması, kaplanmış plastiklerin mekanik özelliklerinin incelenmesi, kaplama malzemesinin yapışma ve yansıtıcılık gibi parametrelerin etkileri ile ilgili çok sayıda çalışma yaptığı görülmüştür.

Bayraktaroğlu (2007), fiziksel buhar biriktirme yöntemiyle stiren akrilonitril (SAN) ve polistiren (GPPS) şeffaf polimer malzemelere SiC kaplama yaparak polimer malzemelerin çizilmeye karşı direncini artırmak, cam malzeme yerine kullanılabilirliğini araştırmıştır. Fiziksel Buhar Biriktirme teknolojisi kullanarak, SAN ve GPPS üzerine yapılan SiC kaplamalara farklı testler uygulayarak özelliklerini belirlemiş ve performanslarını çalışmıştır. SiC kaplama, sıcaklık değişimlerinden, tuzlu su ve rutubet gibi faktörlerden etkilenmezken, kaplama tabakası bazik ve asidik karakterdeki çözeltilerden olumsuz etkilendiğini tespit etmiştir [1].

Öncel (2002), interferans renklenme prensibini kullanarak Katodik Ark Fiziksel Buhar Biriktirme metodu ile dekoratif amaçlı Cr-O-N kaplamalar üretmiştir. İlk başta homojen renk dağılımı temin etmek için takip edilmesi gereken kaplama parametrelerini saptamış, ardından kaplama süresine bağlı olarak kaplama kalınlıklarının değiştirilmesi ile görünür spektrumun pek çok farklı tonunu elde etmiştir. Kaplama kalınlıklarını X-ışınları reflektometre tekniği ile ölçmüş, kaplamaların renk özelliklerini tespit etmiştir. Ayrıca yapılan kaplamaların görünür dalga boylarındaki yüzde yansıtma özelliklerini tespit etmiştir. Son olarak XRD yöntemiyle kaplamaların faz yapılarını belirlemiştir [2].

Çalışkan (2005), Deneysel çalışmalarda katodik ark fiziksel buhar biriktirme yöntemi kullanarak ZrN ve Zr/ZrN kaplamaları yüksek hız çeliği ve düşük karbonlu çelik alt malzemeleri üzerine biriktirmiştir. Yapılan kaplamaların X-ışını difraksiyon analizleri gerçekleştirerek yapıdaki fazları ve tercihli yönlenmeleri belirlemiştir. Yine ince film kaplamalarda üstün özelliklerin sağlanmasında kritik noktalardan biri olan filmin alt malzemeye yapışma kabiliyetinin tayini için Rockwell-C indentasyon testi yaparak

filmlerin yapışma özelliklerini belirlemiş ve ilgili diğer çalışmalarla karşılaştırmalar yapmıştır. Son olarak kaplama kalınlıklarını tespit ederek kaplama kesit görüntülerini tarama elektron mikroskobunda incelemiştir [3].

Öztop (2006), çeşitli polimer malzemelere PVD yöntemi ile metalik kaplama yaparak malzemelerin özelliklerine çalışmıştır. Fiziksel buhar biriktirme yöntemini kullanarak, PS, PBT, PP ve ABS üzerine yapılan kombine kaplamalara, SAN, GPPS ve PC üzerine ise yapılan arka yüz kaplamalara çeşitli testler yaparak sonuçlarını araştırmıştır. Çalışmalarında PS, PBT ve ABS malzemelere yapılan kombine kaplama çalışmalarından istenen sonuçları almıştır. Organik boya korumalı SAN, GPPS ve PC malzemelerle, CrNi korumalı SAN ve GPPS malzemelerin arka yüz kaplama çalışmalarında olumlu sonuç almıştır [4].

İnçal (2007), endüstride yaygın olarak kullanılan yüksek hız çeliği matkap uçları ile C45 çelikleri üzerine delik genişletme işlemi uygulayarak matkap kesme ağızlarında deformasyon oluşturmuştur. Kaplamasız ve TiN kaplamalı matkaplarda aşınma davranışlarını karşılaştırarak incelemiştir. Çalışma sonucunda incelediği matkap uçlarının TiN kaplı olanlarında aşınmanın, kaplama olmayan matkaplara göre daha az olduğunu görmüştür. Ayrıca TiN kaplamalı takımların; parça başına maliyetlerde, tezgah ayar sürelerinde ve takım bileme sürelerinden daha iyi sonuç verdiğini görmüştür [5].

Dinç (2010), HSS (Yüksek Hız Çeliği) çeliklerinin PVD (Fiziksel Buhar Biriktirme) yöntemi ile AlTiN kaplanmasının sonuçlarını araştırmıştır. HSS çelik parçaları talaşlı şekil verme yoluyla işleyip PVD makinesinde AlTiN kaplamıştır. AlTiN kaplanmış HSS çeliği ve kaplama yapılmayan HSS çeliği numunelerinin sertlik ölçümlerinin yanı sıra SEM vasıtasıyla mikro yapılarını incelemiş ve EDS analizlerini yapmıştır. Yapılan bu incelemeler sonucunda AlTiN takım çalışma sıcaklığını 800 °C değere çıkardığını görmüştür. AlTiN kaplamanın havada ısınması sonucunda, yüzeyde amorf bir alüminyum oksit tabaka oluşur. Bu tabaka daha fazla oksitlenmeyi önler. Bu da yüksek sıcaklıkta, sertliğin muhafazası için önemli bir avantajdır. Bu koruyucu tabaka AlTiN kaplamalı yüksek hız çeliklerini kaplamasız yüksek hız çeliklerine göre daha yüksek performanslı hale getirmektedir. AlTiN kaplamaları, çok yüksek sertliği sayesinde aşınma mukavemetini arttırır ve kesme sıvısı kullanmadan yapılacak kesmelerde kesin sonuç sağlar [6].

Akbal (2014), AlCrN kaplamaların, kullanılan azot gazı basıncına bağlı optimizasyonunu yapmıştır. 5, 10, 15, 20 ve 25 mtorr azot basınçlarında üretilen AlCrN filmlerin çeşitli deney yöntemleriyle yüzey pürüzlülüğü, kaplama kalınlığı, kaplama sertliği, kaplama yapışma karakteristiği ve kaplama kompozisyonu gibi özellikleri çalışmıştır. Azot basıncının artmasıyla birlikte yüzey pürüzlülük değerlerinde azalma, kaplamaların azot içeriğinde bir miktar artış, kaplama kalınlıklarında azalma, tane boyutunda genel olarak artış, sertlik üzerinde doğrudan bir etkisinin olmadığı , kaplamaların yapışma özelliklerine bakıldığında HF2 (uygun) yapışma değerine uygun olduğu sonuçlarına ulaşmıştır. Karakterizasyon sonuçlarını bir araya getirdiğinde en uygun azot basıncının 25 mtorr olduğunu tespit etmiştir [7].

Mkaddem, Ben, El Mansori (2013), çok katmanlı kaplamaların kuru kesim fiber takviyeli polimerlerdeki performansını araştırmıştır. Kesme testleri, Kimyasal Buhar Biriktirme (KBB) ve Fiziksel Buharla Biriktirilmiş (FBB) çok katmanlı kaplamaları kullanarak, 45 ° fiber oryantasyonlu tek yönlü karbon / epoksi ve cam / epoksi numunelerinde, , birbirinden farklı bileşim, tane boyutu ve alt tabakalı numuneler için yapmıştır. Deneysel testler için düşük yapışma performansına sahip CVD TiCN / Al2O3 / TiN (CVD-L), orta yapışma performansına sahip PVD TiAlN / AlCrO (PVD-M) ve yüksek yapışma performansına sahip PVD TiN / TiAlN (PVD-H) uçlar kullanmışlardır. Numunelerin yüzey aşınma performanslarını karakterize etmek için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Malzeme kaldırma işlemi ile ilgili görünen sürtünme katsayısı, Kistler piezoelektrik dinamometre kullanılarak ölçülen kesme kuvvetlerinden çıkarılmıştır. Yapışmanın sürtünme izi, Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılarak hem yeni hem de aşınmış uçlarda incelendi. Aşındırma mekanizmaları, tüm uçlarda serbest yüzey aşınmasına hakim olurken, aşınma modu kaplama tabakası özelliklerine bağlı olarak hafiften şiddetliye dönüşmüştür. Aşınmış yüzey üzerindeki düzenli incelemeler, ilk kaplanan kaplama tabakasının başarısızlığının, kesici uç davranışının büyük ölçüde değiştiği bir eşik noktasını karakterize ettiğini göstermiştir. Kuvvetlerdeki ve sürtünme eğilimlerindeki eşiğin ötesindeki eğimlerdeki değişim, elyaf fazı aşındırıcılığının kaplama tipine bakılmaksızın aşınma mekanizmalarına hakim olduğunu kanıtlamaktadır [8].

Milde, Goedicke, Fahland (1996), çalışmalarında fiziksel buhar biriktirme işlemlerinden önceki ön işlem / hazırlık için, plazma ve iyon ışını tekniklerini tercih etmişlerdir. Ön işlemin başarısı sadece ilgili polimer tipine bağlı değil, aynı zamanda oldukça hassas bir

şekilde işlemin yoğunluğu ve tipine de bağlıdır. Polyester film olarak akrilat kaplı polyester filmler ve yönlendirilmiş polipropilenden yapılmış filmler, plazma veya iyon ışını dozu ön işleminin sıçratılma ve buharlaştırma yöntemlerinde bakır tabakaların yapışma mukavemeti üzerindeki etkilerini tartışmışlardır. Plazmanın ve iyon ışınının iyon akım doz sonuçlarını inceleyebilmek için sırasıyla Langmuir probu ve yavaşlatıcı alan analizörü ölçümleri yapıldı. Katman yapışması genellikle son derece düşük ön işlem dozlarında maksimuma ulaştığından, mevcut plazma ve iyon kaynaklarının uygulanması, saniyede birkaç metre aralığında bağlantı plakası hızlarının uygulanmasına izin vermişlerdir [9].

Çelikel (2020), Katodik ark metal iyon prosesi (KA-EMIT) yöntemini kullanarak Fe-Al fazların taban malzeme üzerinde difüzyon yoluyla oluşturmayı amaçlamıştır. Çalışmanın bu konuda yapılan diğer çalışmalardan farkı, bu yöntemin düşük karbonlu çelik (Fe)-Al sistemine ilk defa uygulanacak olmasının yanında geniş bir sıcaklık aralığında Fe ve Al arasındaki difüzyon süreçlerinin kontrollü olarak gerçekleştirme olanağını sağlamasıdır. Bu tez çalışmasında düşük sıcaklıklardan başlayarak yüksek sıcaklıklara kadar farklı sürelerde difüzyon işlemleri yaparak katodik ark FBB yöntemi ile elde edilen fazların şemasını çıkartmıştır. Seçilen sıcaklıklar oluşturduğu fazlara bağlı olarak, düşük sıcaklıklarda uygulanan alüminyum kaplama işlemleri (600, 700, 800, 900ºC) ve yüksek sıcaklıkta uygulanan alüminyum kaplama işlemleri (1000, 1100, 1200ºC) olarak iki başlıkta incelemiştir. Elde edilen kaplamaların özellikleri XRD, SEM, EDS ve sertlik ölçümü ile karakterize etmiştir. Kaplamada oluşan ikili faz bölgelerindeki fazları ayrıştırmak amacıyla FIB analizini kullanmıştır. Bu tez çalışmasında yapılan deneylerde, düşük sıcaklık numunelerinde difüzyon sınırlandığı için oluşan kaplamanın kalınlığı artırılamamıştır. Ancak ara yüzey varlığında oluşması beklenen FeAl3 fazları bu tez çalışmasında 800ºC ve 900ºC sıcaklıklarında noktacıklar halinde yapının içerisine dağıldığı görülmüştür. Elde edilen katmanların sertlik değerleri düşük sıcaklık numuneleri için karşılaştırıldığında Fe_2Al_5 fazı üzerinden ortalama 1280 HV sertlik değeri ölçülürken, yapıya dağılmış halde $FeAl_3$ fazı içeren Fe_2Al_5 fazının sertliği ortalama 1050 HV olduğunu görmüştür. Dağılmış halde bulunan FeAl3 fazının, daha sert olan Fe_2Al_5 fazının sertliğini düşürdüğünü görmüştür [10].

Dağlama yaparak incelediği numunelerde kimyasal kompozisyon olarak baktığında tek fazlı olması gereken bölgelerde yapıda çift fazlı bölgeler oluştuğunu görmüştür. Faz

diyagramına göre, soğuma sırasında FeAl fazından dönüşerek oluşan Fe_3Al fazına dönüşüm yavaş olduğu için yapıda FeAl kalmaktadır. Yapıda oluşan Fe3Al fazı ise düzenli olarak elde edememiştir. Bu sebeplerle Fe_3Al fazını hem ayrıştırarak kararlı hale getirmek hem de düzenli yapıya dönüştürmek amacıyla ısıl işlem uygulamıştır. Isıl işlemi, Fe_3Al dönüşümüne uygun olarak 500 ºC sıcaklık ve 15 saat sürede yapmıştır. Isıl işlem sonrası yapının düzenli hale geldiği ve homojen olarak elde edildiği XRD deseni ve dağlama sonrası SEM görüntüleri ile belirlemiştir. Elde ettiği fazlar neticesinde oluşum mekanizmasını değerlendirdiğinde, alüminyumun fiziksel halinin difüzyon ve oluşan fazlar üzerinde önemli etkisi olduğunu görmüştür. Demir katı haldeyken alüminyum katı veya sıvı halde olduğunda demirin alüminyuma doğru difüzyonu yüksek olmakta bu sebeple alüminyumca zengin fazlar oluşmaktadır [10].

Alüminyum gaz olduğunda ise demire difüzyonu kolaylaştığından difüzyon yönü değişerek demire doğru difüzyon gerçekleşir. Bu sayede demirce zengin fazların oluşumu mümkün olabilmektedir. Vakum ortamda yüzeye gelen alüminyum 600ºC sıcaklıkta katı olmuş 700,800 ve 900ºC sıcaklıklarında sıvı olmuştur. Deney koşullarında 10^{-4} Torr basınç ile 1000 ºC seviyelerinde alüminyum gaz haldedir. Bu sebeple 1000, 1100 ve 1200ºC sıcaklıklarda katı-gaz difüzyonu gerçekleştirmiştir [10].

Boynueyri (2019), günlük yaşamımızda ve sanayide çok kullanılan kesici takımların aşınma mukavemetlerinin ve faydalı ömürlerinin arttırılmasını amaçlamıştır. Numunelerin kaplamalarını fiziksel buhar biriktirme metodu ile gerçekleştirmiştir. Aşınma testi olarak mikro abrasyon testi uygulamıştır [11].

Sabit bilyalı mikro aşınma test yöntemi ile aşınma testleri yapmıştır. Bilya olarak, 12,7 milimetre yarıçapında AISI 52100 (100Cr6) rulman çeliği kullanmıştır. Bu sabit bilya mikro-abrasyon testinde, belli yükler altındaki numunenin üstünde hareket etmektedir. Aşınma testinde aşındırıcı malzeme 800 mesh, 1000 mesh, 1200 mesh boyutlarında Al2O3 solüsyon kullanmıştır. Bu solüsyon, % 40 Al2O3 ve % 60 saf su olarak hazırlamıştır. Aşındırıcı olarak kullanılan solüsyonu, 20 saniyede bir bilyanın üzerine damlatmış ve numunenin aşınmasını sağlamıştır. Aşınma yükü olarak 1N, 2N ve 3N yükler kullanmış olup, 420 çevrim ve 700 çevrim mesafede bu aşınma testlerini uygulamıştır. Bu sayede tekrarlanabilir bir deney gerçekleştirmiştir. Deneyler sonucunda numuneleri ilk önce optik mikroskop altında incelemiş ve oluşan aşınma kraterlerinin çaplarını ölçmüştür. Sonra

numuneleri uygun boyutlara indirerek SEM analizlerine tabi tutmuştur. Optik mikroskopta boyutlarını mikrometre cinsinden ölçtüğü kraterlerin hacim hesaplarını yapmıştır. Çalışmanın çıktısı olarak, aşınma dayanımının parçacık boyutuna, aşınma yüküne, çevrim sayısı artışına ve sertlik artışına bağlı olarak aşınma direncinin arttığını gözlemlemiştir [11].

Zarka, Dikici, Niinomi, Ezirmik, Nakai ve Yılmazer (2021), Toksik ve alerjik olmayan β tipi Ti – 29Nb – 13Ta-4.6Zr (bundan sonra TNTZ olarak kısaltılacaktır) hedef materyal vakumlu ark eritme işlemiyle hazırlanıp daha sonra sıcak dövme yaptılar. TNTZ hedefi üzerine, fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemiyle saf magnezyum (Mg) ve AZ31 Mg alaşımları biriktirdiler. Kaplamaların karakterizasyonu SEM, EDS, AFM ve XRD tekniklerini kullanarak yaptılar. Kaplama yapışması ve sertliği sırasıyla çizik ve Vickers testleri ile belirlediler. Kaplamaların korozyon direncini, laboratuvar koşulları altında vücut sıvısı simülasyonuyla (SBF) analiz ettiler. Ayrıca kaplamanın ıslanabilirliğini temas açısı ölçümleri ile karşılaştırdılar. Sonuçlar, kaplamaların çok yoğun damarlı ve kompakt bir mikro yapıya sahip olduğunu göstermiştir. Tane boyutları 20 ile 40 nm arasında ve kaplamanın gözenekliliği yaklaşık % 8.5 (± 1.5) olarak hesaplandı. Ti bazlı PVD kaplamanın hidrofilikliği, kaplamasız Mg'den daha iyiydi. Çizilme testi sırasında kaplamanın kırılma mekanizması, uyumlu çatlaklar olarak oluşturulmuştur. Korozyon testlerinde, TNTZ kaplı saf Mg ve AZ31 alaşımlarında, kaplanmamış Mg numunelerinden 400 mV daha yüksek Ecorr değeri görülmüştür. Korozyonun ileri aşamasında, TNTZ bazlı kaplama katmanlarında korozyon kaynaklı büyük çukurlar ve derin çatlaklar gözlemlemişlerdir [12].

Çiçek, Efeoğlu, Totik, Ezirmik ve Arslan (2015), Manyetik sıçratma ile biriktirilen TiNi filmleri genellikle amorf bir yapıya sahiptir ve kristalleşme elde etmek için yüksek sıcaklıkta tavlanmalıdır. DC Manyetik sıçratma ile düşük sıcaklıkta bir tamamen kristal ince film TiNi sentezlediler. Alt tabakaya titreşimli doğru akım uygulaması, kristalin bir TiNi film eldesi için önemlidir. Silikon devre levhası ve ince bakır plaka yüzeylerinde biriktirme için dokuz farklı koşul kullanılmıştır. TiNi filmlerinin yapısal özellikleri ve faz dönüşüm sıcaklıkları araştırılmıştır. Filmlerin yapısal özelliklerini incelemek için XRD, SEM ve EDS teknikleri kullanılmıştır. DSC (diferansiyel tarama kalorimetresi) testleri ile östenitik ve martensitik faz dönüşüm sıcaklıkları gözlendi. Run 7 filminde Tini B2 östenit

zirveleri gözlendi. Kristalin Run7 TiNi filmi tek aşamalı faz dönüşümü gösterdi (B19'dan B2'ye ısıtıldı ve B2'den B19'a soğutuldu) [13].

Bolot, Aussavy ve Montavon (2017), Boşluklar, lameller arası gözenekler veya çatlaklar gibi kusurların varlığı, plazmalı püskürtme kaplamaların etkili termal iletkenliğinde bir azalmaya ve young modülü gibi mekanik özelliklerde bir azalmaya neden olur. Genel olarak termal püskürtme kaplamaların etkili özellikleri, döküm malzemelerinkinden çok farklıdır ve bu nedenle hizmet performanslarını doğrulamak için sayısallaştırılmalıdır. Bir kaplamanın mikro yapısı ile makro özellikleri arasındaki ilişkileri anlamamızı sağlayan tamamlayıcı bir yaklaşım, sonlu elemanlar (FEM) modellemesidir. Kompozit kaplamaların durumu, farklı malzemelerin varlığı nedeniyle daha karmaşıktır. Bu çalışmada, plazma püskürtme kompozit kaplamaların termo-mekanik özellikleri, FEM bazlı sayısal modelleme ile tahmin edilmiştir. Uygulanan yöntem, piksel başına bir hücre yaklaşımı kullanarak doğrudan kesit mikrografları kullanır. Isı iletkenliği, Young modülü, Poisson oranı ve dilatasyon katsayısı gibi özellikler göz önünde bulunduruldu. Seçilen örnek, havacılık endüstrisinde aşınabilir bir conta olarak kullanılan AISI / polyester kaplamadır. Mikroyapı içindeki kaplama fazlarının tercih edilen yönelimi nedeniyle, düzlem içi iletkenliğin 2.3 faktörü ile kalınlık iletkenliğinden daha yüksek olduğu bulunmuştur. aksine, iki ana yönde hesaplanan Young modülünün oranı o kadar yüksek değildi. daha sonra, fazların göreceli oranını değiştirmek için aynı fazın görüntü işleme dilatasyonu uygulandı. Bu yöntem, faz içeriğindeki bir değişikliğin kaplamanın etkili özellikleri üzerindeki etkisini tahmin etmek için özellikle uygundur, bu da termal sprey parametrelerini değiştirerek gerçekleşebilir [14].

Ganesan, Yamada ve Fukumoto (2013), Soğuk püskürtme, birçok mühendislik uygulaması için, yüksek oran ve yüksek yoğunluğu nedeniyle başarılı ve gelecek vaat eden bir kaplama tekniğidir. Yine de polimer malzemelerdeki pratik uygulamaları henüz gelişmemiştir. Polimerlere soğuk sprey kaplamalar hakkında çok az makale mevcut olduğundan, metal moleküllerinin polimer malzemeler ile etkileşimi çok az anlaşılmış ve bu nedenle polimer malzemeler üzerinde kalın bir kaplama başarılı bir şekilde geliştirilememiştir. Polimer malzemeler ile yüksek hızlı partikülün tüm davranışını mümkün olduğunca tam olarak rasyonelleştirmek için kaplanmamış plastik ürün olarak termoplastik ve termoset polimerleri kullanıldı. Üründeki parçacık davranışlarını gözlemlemek için farklı gaz basıncı ve sıcaklık altında, değişik parça besleme oranı

kullanılmıştır. Sonuç, parçacık davranışlarının plastik ürüne göre benzersiz olduğunu gösterdi. Ayrıca açıkça görüldü ki, metal parçacıklar, polimer ürünlerin yumuşak yapısı nedeniyle herhangi bir plastik deformasyona uğramamıştır. Parçacıklar termoplastik ürüne mekanik bağla veya yapışma bağıyla bağlanmıştır. Plastik üründe sadece bölgesel çatlaklar gözlemlenmiştir ve nitekim alt tabakaya sıkıca tutturulmuştur [15].

Öztürk, Ezirmik, Kazmanlı, Ürgen, Eryılmaz ve Erdemir (2007), Bu çalışmanın amacı, Cu katkılı TiN, CrN ve MoN kaplamaların karşılaştırmalı tribolojik davranışlarını değişken koşullarda geniş bir yelpazede incelemektir. TiN ve CrN kaplamalar, endüstri tarafından işleme, imalat ve nakliye dahil çok sayıda tribolojik uygulamada geliştirilmiş ve kullanılmıştır. Buna karşılık MoN, tribolojik kaplama olarak hem TiN hem de CrN'den çok daha zor olmasına rağmen çok az ilgi görmüştür. Bu yazıda, esas olarak tribolojik özellikleri henüz tam olarak araştırılmamış Cu katkılı kaplama versiyonlarına odaklanılmıştır. Bu çalışmanın sonuçlarında, TiN, CrN ve MoN kaplamalarına Cu katkısı, tane boyutunu ve morfolojisini değiştirdi, ancak yalnızca MoN kaplamasının sürtünme ve aşınma daveanışı üzerinde yararlı bir etkiye sahipti. CrN'nin tribolojik davranışı, Cu ilavesiyle pek değişmedi, ancak TiN'ninki Cu ilavesinden sonra kötüleşti. Oluşan oksit filmlerin Cu katkılı TiN, CrN ve MoN filmlerindeki yapısal ve kimyasal davranışını izah etmek için Raman spektroskopi tekniği kullanılmıştır. Cu katkılı TiN, CrN ve MoN'nin sürtünme ve aşınma davranışındaki farklılıklar tam olarak dikkate alınmış ve karmaşık oksitlerin kayganlığını iyonik potansiyelleriyle ilişkilendirebilen bir kristal kimyasal modelin ilkeleri kullanılarak mekanik bir açıklama sağlanmıştır [16].

Śliva, Kwaśny, Sitek ve Bonek (2016), Ti + TiN, Ti + Ti (Cx N1-x) ' de meydana gelen iç gerilmeleri hesaplamak ve PM HS6-5-3-8 tipi sinterlenmiş yüksek hız çeliği üzerinde manyetik PVD işleminde elde edilen Ti kaplamalar için Sonlu Eleman Metodunu uygulamak mümkündür. MES kullanımıyla kaplamalardaki iç gerilmelerin bilgisayar simülasyonu MES'in kullanılmasının amacı, analiz edilen numunelerinin doğru modelinin hazırlanması ve bilgisayar simülasyonunda hesaplanan sonuçların, deney sonuçlarıyla kıyaslanmasıdır. Kaplamanın temel fonksiyonel kalitesi olarak bilgisayar simülasyonu sonucunda elde edilen iç gerilmeler ile aşınma direnci arasındaki bağı kurmak için korelasyonların doğru analizi, özellikle iç gerilimler ile mikro sertlik arasında ve mikro sertlik ile aşınma direnci arasında güçlü bir bağ olduğunu gösterdi. Kaplama imalatı sürecinde kullanılan parametreler için yalnızca bilgisayar simülasyonunun sonuçlarına

dayanarak kaplamanın öngörülebilir aşınma direncinin tahmin edilmesine izin verdiği için önemlidir [17].

Formüle edilmiş model mümkün olduğu için, sözde teknolojik testi başarıyla yerine getirebildiği özellikle vurgulanmalıdır. Bu teknolojik test, kaplama üretiminde ihtiyaç duyulan proses parametrelerinden birisinin seçimi ve kaplamanın diğer deney doğrulaması için kullanılacak özelliğinin seçiminden ibarettir. Böyle bir test sonucunda, kaplama gereken özellikleri gösterdiğinde, araştırma prosesi ve analiz tamamlandığında, gerekli parametrelere, set parametrelerinin kaplanmasıyla ulaşılamaz. Teknolojik testler için; karmaşık testler, proses parametrelerinin analizi ve kaplama özellikleri, zaman alıcı ve pahalı araştırmaları önlemek için tercih edilmektedir. Düzenli aralıklarla, yeni ürünlerin kısa süreli üretilmesi amacıyla üretim cihazlarının yeniden silahlandırılması, çağdaş üretim sürecinin gereksinimleri tarafından, rekabet için ne üretilmeli olduğu belirlenir. Bu eğilim dikkate alınarak, modeldeki gerilim simülasyonu ve formülasyon temel alınarak, kaplamaların erozyon direncini tahmin etmek, açıklanan teknoloji testi için bir alternatif oluşturur [17].

Hoche, Groß ve Oechsner (2014), Magnezyum alaşımlarının kullanımı ağırlık tasarrufu, kaynak kullanılabilirliği ve sürdürülebilirlik açısından muazzam bir potansiyele sahiptir. Gelecek vadeden uygulamalarda uygulama derinliğinin artması gerekliliği, yüzeyin aşınma ve korozyondan korunma ihtiyacıyla zıtlık oluşturmaktadır. Yüzey koruma ve yüzey işlevselleştirme için genel gereklilikler, özellikle PVD kaplamalar ile karşılanabilir. Buna rağmen, magnezyum numunelerde korozyon koruması sağlayan genel bir PVD kaplaması yoktur. Genel PVD kaplamalar alt tabaka ve kaplama arasında şiddetli galvanik korozyon riski nedeniyle magnezyuma uygulanamaz. Geçmiş çalışmalar, TiMgN'nin, aşınma direnci ve dekorasyon kadar, tabaka şeklinde korozyon koruması sağladığını da göstermiştir. Mevcut çalışmada, endüstriyel 4 katotlu Cemecon CC800/9 tipi manyetik sıçratma ünitesinde TiMgN kaplaması gerçekleştirildi. Ürün malzemesi olarak magnezyum AZ31hp kullanıldı. Saf TiMgN'e ek olarak, kıt elementlerden Y ve Gd TiMgN kaplamasına korozyon özelliklerini artırmak için alaşımlandı. Kaplama bileşiminin etkisi, nişan (hedef) tasarımı ve sıçratma modu (direk akım, DC ve yüksek güç etkilimanyetik sıçratma – HİPIMS)'nin kimyasal, mekanik ve yapısal özelliklerinin, korozyon özellikleri kadar etkisi incelendi [18].

TiMgN kaplı magnezyum bileşenlerinin korozyon özellikleri önemli ölçüde kaplama koşullarına ve kaplama mikro yapısına bağlıyken, hata yoğunluğunun küçük bir etkisi olduğu görülmüştür. Kaplamaya Gd'nin alaşımlanması, tuz püskürtme korozyon test sonucunu 300 saatten fazla artırırken, Y olumlu bir etki göstermemiştir [18].

Mubarak, Akhter, Hamzah, Toff, Qazi (2008), Titanyum Nitrür (TiN) sert kaplamalarda geniş kullanımı olan, HSS olarak bilinen yüksek hız çelikleri gibi kesici takımlara ve D2 takım çeliklerine PVD yöntemiyle kaplanır. Çalışma katodik ark fiziksel buhar biriktirmenin (CAPVD) sert kaplamada takımlara uygulanması üzerine yoğunlaşmıştır. Bununla birlikte, bu tekniğin dezavantajı, biriktirme sırasında makro damlacıkların (MD'ler) oluşturmasıdır, sonuç olarak da pürüzlü morfolojiye sahip filmler oluşur. Çeşitli standart karakterizasyon teknikleri ve elektron mikroskobu, atomik kuvvet mikroskobu, sertlik ölçüm aleti, çizik testi, pin on disk test cihazı gibi ekipmanlar; yüzey morfolojisi, kalınlık, sertlik, yapışma, sürtünme katsayısı ölçmek için kullanıldı. Yüzey morfolojisi TiN film boyunca çıkıntı yapan ve kötüleşen film ile sonuçlanan yüzey özelliklerine, aşındırma aşaması sırasında MD'lerin neden olduğunu gösterdi. Hem kaplama kalınlığı hem de çentik yükleri, kaplama sertliğini etkilemiştir. HSS üzerine biriken kaplamalar, D2 takım çeliğine kıyasla daha iyi yapışma sergilemiştir. Standart sapma, 6,7 μm civarında kalınlıkla kaplanan kaplamanın kayma mesafesine karşı en kararlı COF eğilimini gösterdiğini gösterir [19].

Skordaris, Bouzakis, Kotsanis, Charalampous, Bouzakis, Breidenstein, Bergmann, Denkena (2016), Sementit karbür uçlar, farklı ürün öngerilimleri uygulanarak üretildiği için çeşitli kalıntı gerilmeleri içermektedir. Dahası, kaplanmış numunelerin bir kısmı artık gerilmeleri ortadan kaldırmak için tavlanmıştır. İç stres ölçümleri, nano indentasyonlar, nano ve eğimli darbe testleri, FEM destekli ölçümler, kaplamanın mekanik özelliklerini, kohezyonu, gevreklik ve yapışma sonuçlarını değerlendirmek için yapıldı. Ayrıca, kaplamalı kesici uçların kesme performansı AISI tornalama işleminde incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, kaplama film özelliklerini ve aşınma davranışını önemli ölçüde etkilemektedir [20].

Kaplamanın artık gerilmeleri arasında, akma gerilimi, yürütülen nano ve eğimli etkideki derinlikler testler, kullanılan kaplamalı aletlerin takım ömrü kadar bir korelasyon vardır. Bir yanda B01'in mekanik özellikleri ve darbe testine dayanımı kaplamalı kesici uçların

üstün kesme performansını açıklamaktadır. Öte yandan, C01 geçme parçasının kaplamaları en iyi mekanik özelliklere sahip olmasına rağmen, kaplanmış takım ömrü, arayüz bölgesindeki filmin aşırı gerilmesi nedeniyle kaplama yapışması bozulmuştur [20].

Silva, Martinho, Andrade, Baptista, Alexandre (2017), Cam elyaf takviyeli plastiklerin, (GFRP) enjeksiyon kalıbının boşluklarında ve yolluklarda aşınmaya neden olduğu iyi bilinmektedir. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) kaplamaları farklı aletlerin aşınma direncini iyileştirmek için yoğun olarak kullanılır ve cam elyaflarla güçlü bir şekilde güçlendirilmiş plastiklerle kullanıldığında kalıpların ömrünü uzatan en umut verici yöntemdir. Bu çalışmada, PVD manyetik sıçratma yöntemi kullanılarak elde edilen dört farklı ince ve sert kaplama: TiAlN, TiAlSiN, CrN/TiAlCrSiN ve CrN/CrCN/DLC kaplamaları karşılaştırılmaktadır. İlk ikisi tek tabakalı, son ikisi ise çok katmanlı ve nano yapılı kaplamalardır. Tribolojik karakterizasyon için iki farklı yaklaşım seçilmiştir : Laboratuvar yöntemi, bilyeli kraterleme konfigürasyonuna dayalı mikro aşınma testleri; endüstriyel yöntemi, plastik enjeksiyon kalıbına yerleştirildiğinde kaplanmış numunelerin aşınma direncinin analiz edilmesi. Beklenildiği gibi, aşınma olguları eşit değildir ve mikro aşınma endüstriyel test sonuçları, aşınmayı düzenlemek için kullanılan orantı aynı olmamasına rağmen farklı çıkmıştır. En iyi aşınma direnç performansı, laboratuvar aşınma testlerinde TiAlN tek tabakalı kaplamalarında elde edilmişken, endüstriyel aşınma testlerinde en iyi performansı nano yapılı çok katmanlı CrN / TiAlCrSiN kaplaması ile elde edilmiştir [21].

Nagy, Rohbeck, Roussely, Sortais, Labar, Gubicza, Michler, Petho (2020), Fiziksel buhar biriktirme (PVD), sert kaplamaların üretimi için iyi bilinen bir yoldur. Son yıllarda PVD, yüksek entropili alaşımdan (HEA) ince filmler oluşturmak için de uygulanmaktadır. HEA'lar çok bileşenli, eş atom parçalı alaşımlardır. Biriktirme prosesinde istenen bileşimi elde etmek için genellikle alaşım hedefleri kullanılır. Mevcut çalışma, HEA ince filmlerinin çoklu sıçratma demetleri kullanılarak, ticari olan saf metal hedefler tercih edildiğinde HEA hedeflerinin ön imalatını gerektirmeden de işlenebileceğini göstermektedir. Bu tekniğin etkinliği yaklaşık 1 μm kalınlığa sahip CoCrNiFe HEA film nanokristalin üzerinde kanıtlanmıştır. Kompozit bileşenlerden oluşan numune, eşit elementsel bölümlerden oluşmaktadır. PVD film kaplı numunenin mikroyapısı ve sertliği ayrıntılı olarak incelendi ve sonuçlar, aynı kimyasal bileşene sahip ancak yüksek basınçlı burulma (HPT) tekniği ile hazırlanan bir nanokristal numuneden elde edilen sonuçlarla karşılaştırılmıştır. Kristalitin boyutu ve doku X ışını kırınımı ile karakterize edilirken,

sertlik nano indentasyon ile ölçülmüştür. HPT numunesi 7.3 ± 0.3 GPa sertlik gösterirken PVD film kaplı numune bu değerden çok daha yüksek bir değerde 9.8 ± 0.3 GPa sertlik göstermiştir. Bu çalışma aynı zamanda yeni çok ışın demetli sıçratma tekniğinin geniş bir bileşen yelpazesi ile kompozit bileşenli gradyan numunelerinin üretim kapasitesi ile çok bileşenli yüksek entropili alaşımların üretim kapasitesi arasındaki ilişkiyi göstermektedir [22].

Literatür araştırmasından anlaşılacağı gibi, yapılan çalışmalarda farklı kaplama yöntemleriyle farklı malzemeler kaplanmıştır. Bu deneylerin sonucunda numunelerin mukavemet, kaplama kalınlığı, sertlik, renk dağılımı, optik özellikler (yansıtıcılık vb.) gibi pek çok özelliği araştırılmıştır. Ancak polimerlerin alüminyum kaplanmasındaki davranışları hakkında yeterince çalışma yapılmamıştır. Yüksek lisans çalışması kapsamında gerçekleştirilen bu çalışmada, iyonik deşarj ön işleminin yapışmaya ve kaplama kalınlığına etkisi, hammaddenin yapışma testine etkisi ve kaplama kalınlığındaki değişim araştırılmıştır. Yapılan deneylerin sonuçları incelenerek sonuçlar kısmında paylaşılmıştır.

3. TEMEL BİLGİLER

3.1. Giriş

Yüzey, bir maddenin dış ortamla temasta olan sınırı olarak tanımlanabilir. Aynı zamanda yüzey, maddeyi çevreleyen ve onun geometrisini oluşturan bir zarf tabakadır. Maddenin çevresiyle olan etkileşimi yüzey hattından gerçekleşmektedir. Bu etkileşimlerde yerine göre malzemenin tümüne mal olan özellikleri büyük ölçüde yüzey tarafından belirlenmektedir [23].

Malzemelerin yüzeyi tarafından belirlenen bazı özellikler aşağıdaki gibi özetlenebilir [23]:

- Sürtünme ve tribolojik özellikleri
- Kimyasal aşınma özellikleri
- Yüzeye bağlı mekanik özellikleri
- Dış görünüm ve renkleri
- Optik özellikleri
- Fotoelektrik özellikleri
- Difüzyon özellikleri
- Yapışma özellikleri
- Elektrik kontak özellikleri
- Isıl elektron yayınım özellikleri

Bu özellikler açısından malzemenin davranışı, malzeme yüzey davranışı tarafından belirlenir. Bu tür özelliklerin arandığı malzemelerde, malzemenin tamamını iyileştirmek yerine sadece sınır tabaka olan yüzeyini iyileştirmek istenen sonucu verebilmektedir. Buna örnek olarak dış görünüm ve kimyasal reaksiyondan korunma amacıyla metal malzemelerin vernikle kaplanması söylenebilir [23].

Malzeme yüzeyinden beklenen özellikler zaman zaman yetersiz kalabilir ve nitelikleri daha yüksek olan başka bir malzemeye gereksinim duyulabilir, bu gibi durumlarda tüm kütleyi iyileştirmek veya değiştirmek yerine sadece malzeme yüzeyini iyileştirmek maliyet odaklı bir çözüm sunmaktadır. Buna örnek olarak altın kaplamalı takıları verebiliriz. Bu tür

uygulamalarda tüm malzemenin altın olması yerine sadece malzeme yüzeyine altın kaplanması yeterli olmaktadır [23].

Bazı durumlarda yüzeyde istenen özellikler malzemenin kütlesinden beklenen özelliklerden tamamen zıt olabilir. Örneğin aşınma mukavemeti beklenen malzemelerin sert olması zorunludur ancak sert malzemelerin kırılganlıkları oldukça yüksektir. Güç iletim organı olan dişlilerde bu durum kendini göstermektedir. Aşınma, yüzeyle ilgili bir olgu olduğundan malzemenin sadece yüzeyinin sertliğinin artırılması yani sadece yüzeyinin aşınma mukavemetinin artırılması malzemenin bütününe bu özelliği kazandırmaktadır. İç kısım ise yumuşak bırakılarak kırılma tokluğu yüksek tutulur [23].

Bazı durumlarda ise yüksek özellikli malzemeyi kütlesel olarak üretmek teknolojik veya ekonomik açıdan mümkün olmadığından aynı malzemeyle yüzeyi kaplamak mümkün olabilmektedir. Buna tipik örnek kütle olarak sadece toz metalürjisi ile küçük parçalar halinde üretilebilen sert karbürlerin geniş yüzeyli metallerin üzerine kaplanması gösterilebilir [23].

Yukarıda bahsedilen örneklerde görülebileceği gibi, yüzeyde yapılan iyileştirmeler malzemenin tüm kesitinin sadece çok düşük bir oranını tutmaktadır. Oysa elde edilen iyileştirmeler malzeme ömrünü 10–100 kat artırabilmektedir. Tüm bu örnekler malzemelerin yüzeylerinin iyileştirilmesinin teknolojik ve ekonomik olarak ne kadar önemli olduğunu gözler önüne sermektedir [23].

3.2. Kaplamalar

Mevcut yüzey işlem yöntemleri içerisinde yüzey üzerine farklı bir malzemenin yerleştirilmesiyle elde edilen kaplamalar önemli bir yer tutmaktadır. Verilen örneklerden yüzeye vernik atılması, malzeme yüzeyinin organik maddelerle kaplanmasına bir örnektir. Karşı malzemelere yapışma eğilimini zayıflatmak amacıyla metal yüzeylerinin teflon kaplanması da buna örnek olarak verilebilir [23].

Yüzey kaplama konusunda kimyasal ve elektrokimyasal yöntemlerle kaplama başta olmak üzere farklı yöntemler bulunmaktadır. Bu yöntemlerle malzemelerin kaplanması kimyasal

aşınmadan korunma ve dekoratif görünüm kazandırma amaçlarıyla yapılmıştır. Aşınmaya dayanıklı kaplama üretimi için yüzeye sert malzemelerin kaplanması gerekmektedir [23].

Sert malzemelerin, başka malzemelerin yüzeyleri üzerine kaplanması fiziksel buhar biriktirme veya kimyasal buhar biriktirme teknikleri ile yapılabilmektedir. Fiziksel buhar biriktirme işleminde, elde edilen yüksek sıcaklıklı buhar fazı soğuk altlık yüzeyine çarptığında sıvı hale geçer. Burada yoğuşmayı güçlendiren durum, buharın, soğuk altlık yüzeyinde hızla katı sıcaklığına düşürülmesidir. Bu sayede yoğuşma gerçekleşmektedir [23].

Kaplama malzemesinin altık malzeme yüzeyine yoğuşturulması özellikle vakum teknolojisindeki gelişmelerle ortaya çıkarak kullanımı artmıştır. Sert malzemeler veya bunların bileşikleri çoğu zaman yüksek erime sıcaklığına sahiptir ve bunları ortam basıncında eritmek zorlu bir prosestir. Ancak düşük basınçlarda maddelerin erime sıcaklıkları düşmekte ve buharlaşma sıcaklığı düşmektedir. Buharlaştırmanın kolay yapılabilmesinin yanında elde edilen buharın kaplanmak istenen altlık yüzeyine transferi için de düşük yoğunluklu ortama ihtiyaç duyulur. Aksi taktirde buharlaşan parçacıklar atmosfer içindeki gaz parçacıklarıyla çarpışarak ortam içinde yoğunlaşacaklardır. Bu nedenle düşük basınç bu tür teknikler için bir zorunluluktur [23].

3.3. Kaplamaların Kullanım Alanları

Kaplama yapmanın amacı, üründen istenilen özelliklere göre farklılık gösterebilmektedir. Bu amaçlar aşağıdaki gibidir [24];

- Tek ve çok katmanlı filmler ve kaplamalar
- Nano tabakalı malzemeler
- İletim ve yansıma sağlayan optik filmler
- Dekoratif filmler
- Dekoratif ve aşınmaya dayanıklı (dekoratif / fonksiyonel) filmler
- Nem ve gaz için geçirgen bariyerler
- Korozyona dayanıklı filmler
- Mikroelektronikler için elektriksel olarak yalıtkan katmanlar

- Motor türbin kanatlarının kaplamaları
- Hidrojen gevrekliğini önlemek için yüksek dayanım çeliklerinin kaplamaları
- Yarıiletken metalizasyonu için difüzyon bariyer katmanları
- Kayıt cihazları için manyetik filmler
- Şeffaf elektrik iletkenleri ve antistatik kaplamalar
- Aşınmaya ve erozyona dayanıklı (sert) kaplamalar (alet kaplamaları)
- Kuru film yağlayıcılar
- Kompozit ve dağınık fazlı filmler ve kaplamalar
- Nanokompozit malzemeler
- İnce duvarlı bağımsız yapılar ve folyolar

3.4. Dekoratif Kaplamalar

Dekoratif kaplamalar vakum kaplama pazarının büyük bölümünü oluşturmaktadır. Izgaralar gibi plastik otomotiv parçalarındaki krom kaplamalara ek olarak, yeni renk geçişli otomotiv boyaları, gözlemcinin geliş açısına göre renk değiştiren Fabrey-Perot filtreli pullara sahiptir. Renk kayması boyaları ayrıca yüksek kaliteli spor ayakkabılarda, gözlük çerçevelerinde ve takılarda da kullanılır. Cam ve plastik üzerine alüminyum ve gümüş filmler kullanılarak çok çeşitli aynalar üretilir. Elektronik kaplamalar artık otomobil güneşliklerinde, dikiz aynalarında (iç ve dış) ve camlarda kullanılmaktadır. Çevresel kaygılar nedeniyle, kromun uygun ince film malzemeleriyle değiştirilmesi için büyük çabaların devam ettiği unutulmamalıdır [25].

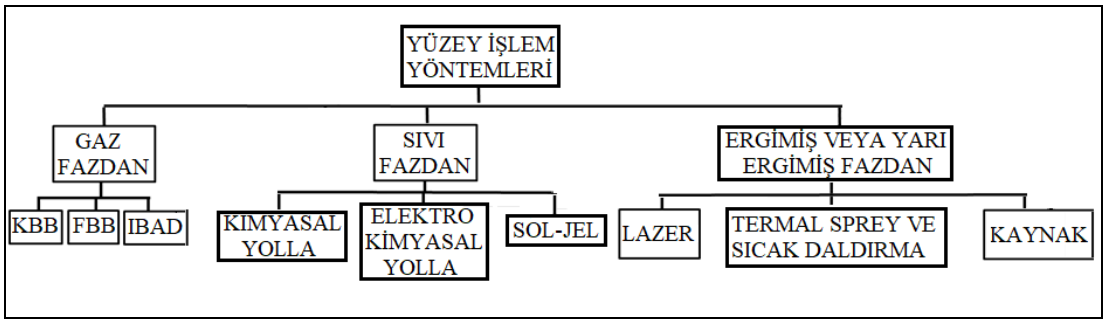
Dayanıklı metal nitrürler (TiN, ZrN, TaN, HfN) çok çeşitli dekoratif ve tribolojik uygulamalara sahiptir. Titanyum nitrür (TiN), altının yansıtıcı özelliklerine sahiptir ve dekoratif, tribolojik ve optik uygulamalara sahiptir. TiN kaplamalar mücevherlere altın rengi vermenin yanı sıra onu korozyondan ve aşınmadan korumak için kullanılır. Tantal nitrür (TiN) ve zirkonyum nitrür (ZrN) gümüş ve pirincin yansıtıcı özelliklerine sahiptir. Dikroik çok katmanlı filtreler, yansıma ve aktarımda bir dizi renk sağlamak için pencerelere ve aynalara uygulanır [25].

Polietilen tereftalat (PET) gibi esnek polimerler, ısı yalıtımı, gıda paketleme ve dekoratif uygulamalar için vakumlu işlemlerle metalize edilir [25].

Krom karbon nitrür (CrCN), titanyum karbon nitrür (TiCN) ve titanyum alüminyum nitrür (TiAlN) gibi siyah kaplamalar, özellikle cep telefonları, kişisel dijital asistanlar (PDA) gibi küçük elektronik cihazlarda ve kameralarda çok moda hale gelmektedir. Siyah kaplamalar, reaktif ark biriktirme veya reaktif püskürtme biriktirme yöntemi ile biriktirilir [25].

3.5. Kaplama Yöntemleri

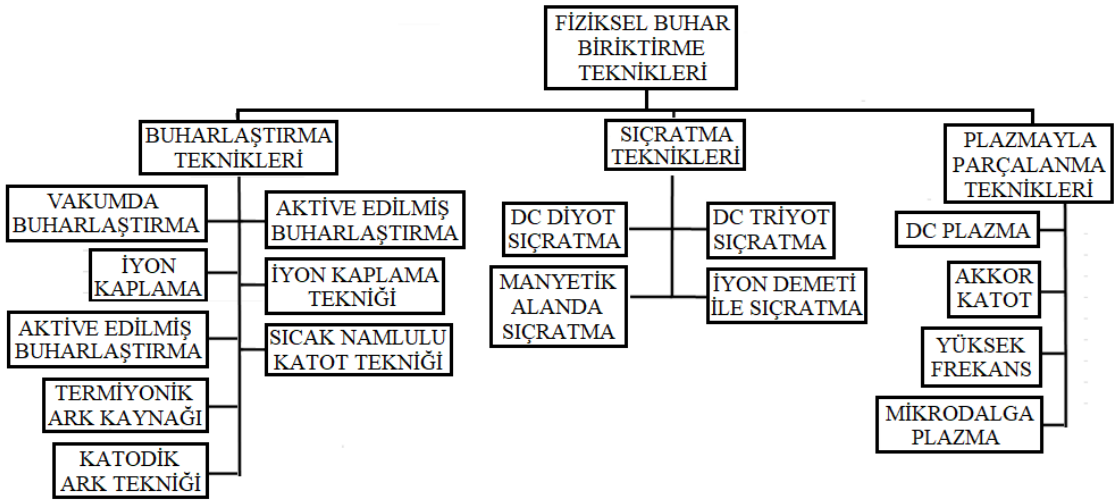
Yüzey işlem yöntemleri gaz, sıvı ve ergimiş faz olmak üzere üçe ayrılmaktadır. Bu yöntemler Şekil 3.1.'de sınıflandırılmıştır.



Şekil 3.1. Kaplama yöntemlerinin sınıflandırılması [23]

3.6. Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemlerinin Sınıflandırılması

Fiziksel buhar biriktirme yöntemleri buharlaştırma, sıçratma ve plazmayla parçalanma olmak üzere üçe ayrılmaktadır. Bu yöntemler Şekil 3.2.'de sınıflandırılmıştır.



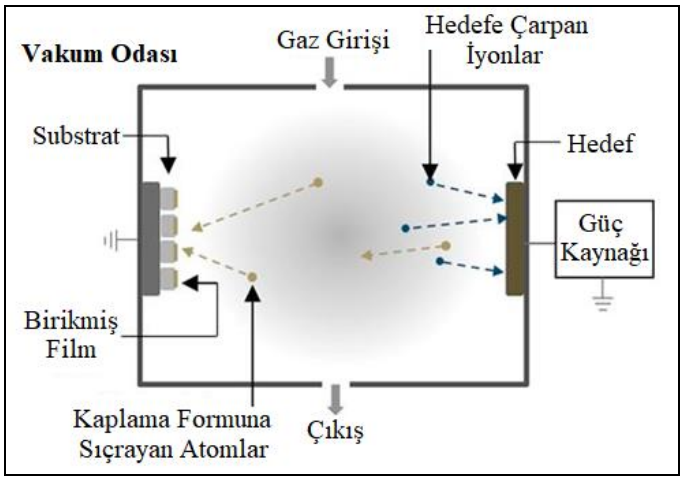
Şekil 3.2. Fiziksel buhar biriktirme yöntemlerinin sınıflandırılması [23]

3.7. Fiziksel Buhar Biriktirme

Malzemenin farklı hedef malzemeler üzerine ince film halinde biriktirilmesi ve bu malzeme buharının oda sıcaklığına yakın bir sıcaklıktaki altlık malzeme üzerinde sıvı hale geçmesiyle gerçekleştirilebilir. Altlık malzemesi bir kaynağa sabitlenerek yeterince yüksek enerjili iyonlarla bombardıman edilir (sıçratma) veya yüksek sıcaklıklara kadar ısıtılarak (buharlaştırma) gaz haline geçirilir. Katı kaynak malzemesinden yüzeyinden gaz haline geçecek parçacıkların yüzeyden ayrılması için gerekli olan enerji buharlaştırma tekniğinde ısı enerjisiyle, sıçratma tekniğinde ise bombardıman iyonlarının çarpma enerjisi transferiyle sağlanmaktadır [23].

Kaplama prosesi temelde üç basamakta gerçekleşmektedir [23]:

1. Kaplanacak malzemenin gaz fazına geçmesi
2. Kaplanacak malzemenin kaynağından kaplanacak yüzeye taşınması
3. Kaplanacak yüzey üzerinde film büyümesi



Şekil 3.3. FBB metot diyagramı [26]

3.7.1. Buharlaştırma teknikleri

Vakumda buharlaştırma

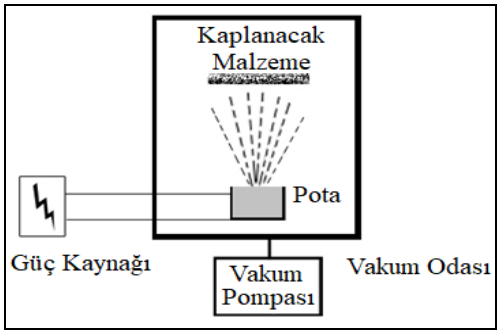
Vakum altında buharlaştırma, termal direnç kaynağındaki kaplama malzemesinin kaynak ve kaplanacak yüzey arasındaki alanda, gaz parçacıkları ile çarpışmadan hedefteki

kaplanacak olan plastik ürüne ulaştığı bir fiziksel buhar biriktirme yöntemidir. Buharlaşan malzeme, kaynak ile kaplanacak yüzey arasında doğrusal bir yol takip eder. Genellikle termal buharlaşma 10^{-3} - 10^{-7} Pa arasındaki vakum ortamında gerçekleşir. Buharlaştırma kaynağı, elektrik akımı ile ısıtılan tel, tekne veya eritme haznesi, ya da kaynak malzemesi üzerine odaklanmış yüksek enerjili elektron ışınları olabilmektedir [23].

Buharlaştırma vakum ortamında yapıldığında, buharlaştırma sıcaklığı önemli ölçüde düşmektedir. Ayrıca, kaplanan filmde oksijen reaksiyonları ve safsızlıkların filme olan etkisi azalmaktadır. Buharlaştırmada çalışma basıncı genellikle $1.3x10^{-3}$ Pa aralığındadır. Bu şartlar, kaplanacak yüzey ile kaynak arasındaki mesafede buharlaşan atomların doğrusal bir yol izlemesini sağlamaktadır. Kaplanacak yüzey ile kaynak arasındaki mesafe yaklaşık 100-500 mm arasında olmaktadır [23].

Buharlaştırma, kullanılan buharlaştırma kaynağına göre 5 değişik şekilde yapılmaktadır [3]

- Dirençle
- Endüktif
- Elektron demedi tabancası
- Ark
- Lazer

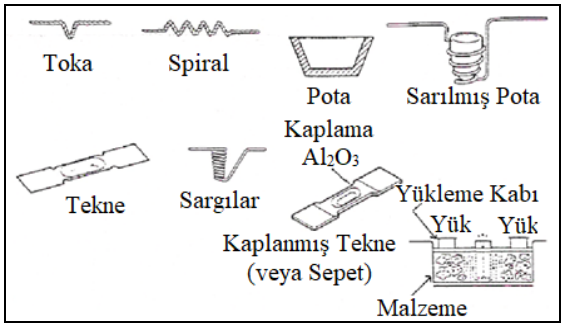


Şekil 3.4. Rezistans veya endüktif buharlaştırma tekniği kullanan FBB [23]

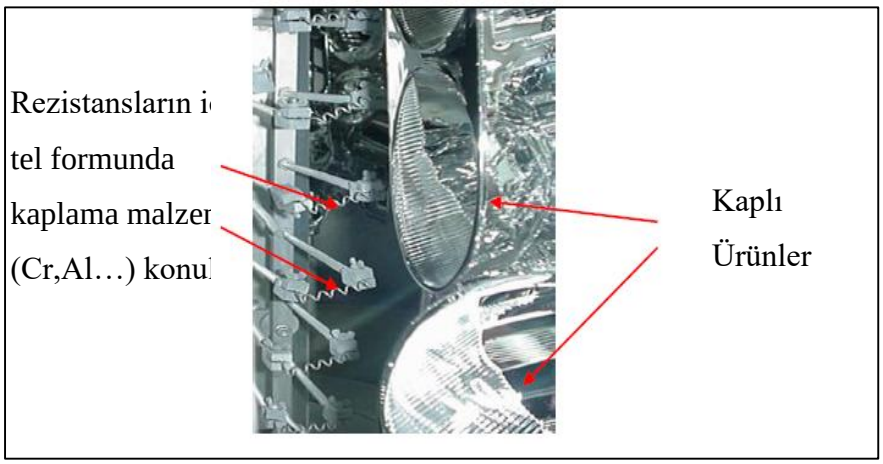
Dirençle buharlaştırma kaplama

Malzemenin yüksek sıcaklıklara dayanıklı potalara sarılmış direnç telleri yardımıyla sarılarak buharlaştırılması ile gerçekleşen bir yöntemdir. Direnç ile buharlaştırma kurşun,

gümüş, alüminyum, bakır gibi düşük ergime sıcaklıklarındaki malzemeler için uygun bir yöntemdir [3]



Şekil 3.5. Dirençle ısıtılan buharlaştırma kaynak düzenekleri [27]



Şekil 3.6. Rezistanslı buharlaştırma ile kaplamanın uygulanışı [4]

Dirençle buharlaştırmanın avantajları;

- Buharlaşma sıcaklığı düşük olan metaller istenilen saflıkta kaplanabilir [2].
- 10^{-5} - 10^{-9} Torr basınç değerleri aralığında homojen birikme yapılabilir [2].
- Çoğu altlık malzemeye kaplama uygulaması yapılabilir. Kaplama sırasında malzeme ısınmaz [2].
- Düşük buharlaşma hızı nedeniyle kaplama birikimi zaman alır. Bu nedenle kaplama kalınlığını kontrol etmek kolaydır. Bu özellik optik uygulamalarda fayda sağlamaktadır [2].
- Buharlaştırılacak malzeme toz, granül, folyo gibi farklı formlarda olabilir [2].
- Yatırım ve işletim maliyeti en düşük fiziksel buhar biriktirme yöntemidir [2].

Dirençle buharlaştırmanın dezavantajları;

- Sadece buharlaşma sıcaklığı düşük olan metal ve alaşımlar biriktirilebilmektedir [2].
- Büyük çaplı üretimler geometrik faktörler nedeniyle yapılamamaktadır [2].
- Buharlaştırılacak malzemenin yerleştirildiği pota buharlaşarak film saflığına etki edebilir [2].
- Kaplama kalınlığının yüksek olması istenen durumlarda buharlaşma seviyesi yetersiz kalmaktadır [2].
- Kaynaktan taban malzemeye ulaşmadan yoğunlaşma gerçekleşebildiği için çok büyük vakum sistemlerine uygulanması zordur [2].

Çizelge 3.1. Metallerin buharlaşma parametreleri [4]

Element	Atom Numarası	Atom Ağırlığı	Yoğunluk (g/cm^3)	Erime Noktası (K)	Buharlaşma Sıcaklık Bölgesi*	Buharlaşma Kaynağı**
Ag	47	107,88	10,5	1234	3	Mo, W, Ta, Al
Al	12	26,98	2,7	933	3	W, Ta
Au	79	197,20	19,3	1336	4	W, Mo
Be	4	9,02	1,9	1556	4	Ta, W, Mo
Bi	83	209,00	9,8	544	2	Ta, W, Mo, Al
C	6	12,01	1,2	1643	7	C (ark)
Cd	48	112,41	8,6	594	1	Ta, W, Al
Co	27	8,93	8,9	1765	5	W, E
Cr	24	52,01	7,0	2173	4	W
Cu	29	63,57	8,9	1357	4	W, Ta
Fe	26	55,84	7,9	1808	4	W, Al
Ga	31	69,72	5,9	303	3-4	W, Al
In	49	114,76	7,3	429	3	W, Mo
Mn	25	54,94	7,3	1517	3	W, E
Ni	28	58,69	8,9	1726	4	W, E
Pb	82	207,21	11,3	601	4	Fe, Ni, W, Mo, Al
Ni	28	58.69	8.9	1726	4	W, E

Çizelge 3.1. (devam) Metallerin buharlaşma parametreleri [4]

Pd	46	106,40	12,0	1828	5	W, C, E
Pt	78	195,10	21,5	2046	5-6	W, C, E
Rh	45	102,90	12,4	2239	6	C, E
Sb	51	121,75	6,8	903	2	Ta, W, Al
Sn	50	118,70	7,3	505	3-4	Mo, Al
Ti	22	47,90	4,5	2000	5	W, C, E
Zn	30	65,38	7,1	693	2	Ta, C, W, Mo, Al
Zr	40	91,22	6,5	2133	5-6	C, E
Ni-Cr	-	-	8,2	-	4-5	Ta, W

İndüksiyon ile buharlaştırma

İndüksiyon ile yapılan ısıtmalarda buharlaştırma pota etrafına su soğutmalı olarak sarılı bakır tellere uygulanan indüksiyon akımı sayesinde üretilen ısı sonucunda oluşur. Ergime sıcaklığı 2100 ^{o}C'ye kadar olan bütün malzemelere uygulanabilir. Yüksek maliyet önemli bir dezavantajdır [3].

Elektron demedi tabancası ile buharlaştırma

Malzemenin bir elektron kaynağı tarafından oluşturulan elektronlarla bombardıman edilerek buharlaştırılması esasına dayanır. Yüksek erime sıcaklıklarına sahip bu yöntemle buharlaştırılabilmektedir. Elektronların yönlendirilebilmesinin getirdiği avantajla düzenli buharlaştırma oluşturabilen bir bombardıman söz konusudur. Elektronlar, elektron tabancası veya oyuk katot kullanılarak üretilebilmektedir [3].

Elektron tabancası ile elektronların üretimi, bir flaman telden akım geçirilmesi sonucunda flamanın ısınarak elektron yayması prensibine dayanmaktadır. Elde edilen elektronlar bir manyetik alan yardımı ile hızlandırılıp ve yönlendirilir. Bu sayede buharlaştırma yapılır [3].

Ark ile buharlaştırma

Bu yöntemde katot olarak sisteme bağlanmış olan hedef malzemesine iyonizasyon potansiyeline yakın bir gerilim uygulanır ve yüzeyinde noktasal bir ark deşarjı oluşturarak buharlaşma sağlanır [3].

Buharlaştırma işlemi katodun yakınına yerletirilmiş elektroda yüksek voltaj uygulanmasıyla başlatılır. Katot yüzeyinde yüksek hızlarda rastgele hareket eden ark spotlarının sonucu olarak buharlaşma oluşur. Bir ark spotu 1-3 μm çapındadır ve ortalama 10 $A/\mu m^2$ akım yoğunluğu taşır. Bu yüksek akım yoğunluğu katodun ani buharlamasına neden olur [3].

Lazer ile buharlaştırma

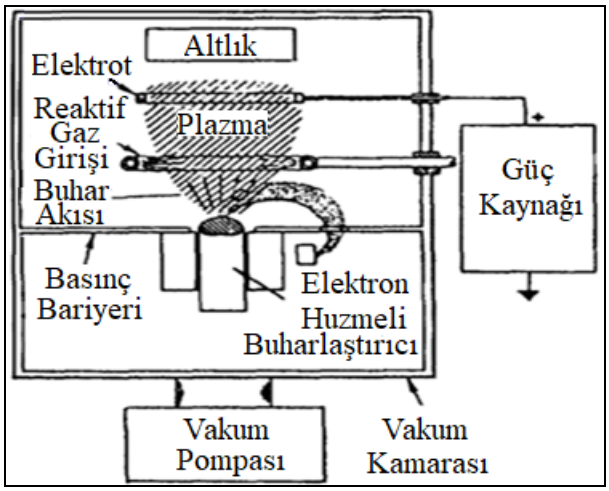
Lazer katmanlama yöntemi, kontrol edilebilen kimyasal karışımlarla bileşik ya da alaşımların katmanlanmasında kullanılır. Bu yöntemde kaplanacak hedef malzeme vakum odasından lazer kaynağı kullanılarak buharlaştırılır ve altlık (taban) malzemesi üzerine biriktirilir [25].

Aktive edilmiş buharlaştırma (ARE)

Yöntem ilk olarak Heitmann'ın, kaplama odası içine nikel bir boru yerleştirerek içine reaktif gaz vermesi ve bu boru içerisinde ışıltılı boşalma tarzı bir plazma elde etmesiyle ortaya çıkmıştır. Boru içerisindeki plazma boru üzerindeki küçük bir delikten kaplama odasına alınarak kaplama oluş reaksiyonları plazmayla aktive edilmiştir. Bu yöntem özellikle SiO_2 ve TiO_2 gibi optik oksit kaplamalarda kullanılmıştır. Şekil 3.7.'de Bunshah tarafından geliştirilen yönteme ait kaplama düzeneği şematik olarak görülmektedir. Bu yöntemde nikel boru kaldırılarak reaktif gaz doğrudan kaplama kamarasına beslenmekte ve burada iyonize edilmektedir [30].

Yöntemde kaynak malzeme elektron huzmesiyle ısıtılıp buharlaştırılırken sisteme reaktif gaz beslenmekte ve yine kaynak ile pozitif yüklü bir elektron arasında ışıltılı boşalma şeklinde bir plazma ateşlenmektedir [23].

Plazma içinde aktive edilen parçacıklar daha hızlı bir şekilde yüzey reaksiyonlarına katılarak elde edilen kaplamanın niteliği değişmektedir. Plazmayla aktivasyon işlemi yoğuşmakta olan kaplamanın bileşiminin yanında yoğuşma kinetiğini, morfolojisini ve yapısını da değiştiren bir işlemdir. Elde edilen kaplamaların özellikleri normal buharlaştırma işlemiyle elde edilen kaplamalarınkine kıyasla oldukça farklı olabilmektedir [23].



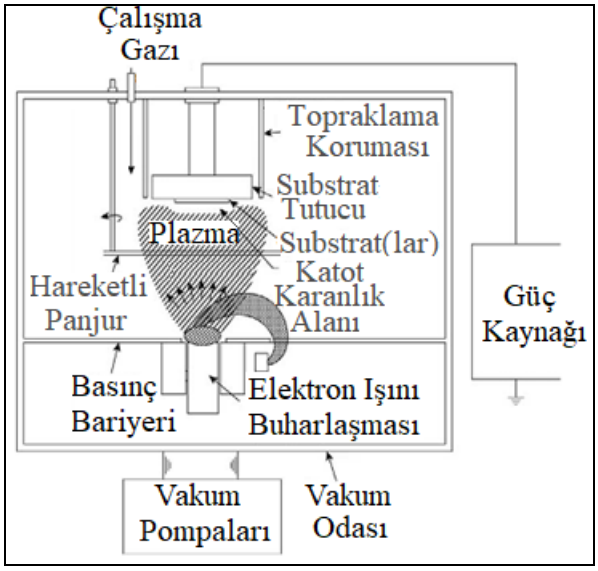
Şekil 3.7. ARE kaplama ünitesinin şema görünümü [30]

İyon kaplama tekniği

Berghaus bu tekniğin öncülğünü yaparak iyi bir yapışma ve kaplama morfolojisi elde etmek için altlık malzemesine düşük dc gerilimi uygulamayı önermiştir. Yönteme ‘iyon kaplama’ adı ise Mattox tarafından önerilmiştir. İyon kaplama terminolojisi yaygın bir kabul görmüştür ve bugün, kaplama işlemi esnasında altık yüzeyinin iyonlarla bombardıman edildiği her uygulama için bu terim kullanılır hale gelmiştir. Çünkü kaynak malzemenin gaza dönüşmesi, yoğuşma esnasında iyon bombardımanından yararlanılması yüksek nitelikli bir kaplama eldesi için vazgeçilmezdir [23].

Şekil 3.8.’de Mattox tarafından geliştirilen iyon kaplama ünitesinin şematik resmi verilmiştir. Bu sistem Aktive edilmiş buharlaştırma yöntemine kıyasla daha yüksek basınçlarda çalışmaktadır. Sisteme reaktif gaz yanında asal bir gaz da beslenerek iyon

bombardımanı bu gazın iyonlarıyla sağlanmaktadır. Çalışma basıncı 10^{-1} Pa kadardır. Bu yöntem altlığa düşük dc gerilimi uygulayarak iyon bombardımanı yapmaktadır [23].



Şekil 3.8. İyon kaplama tekniği şematik görünümü [25]

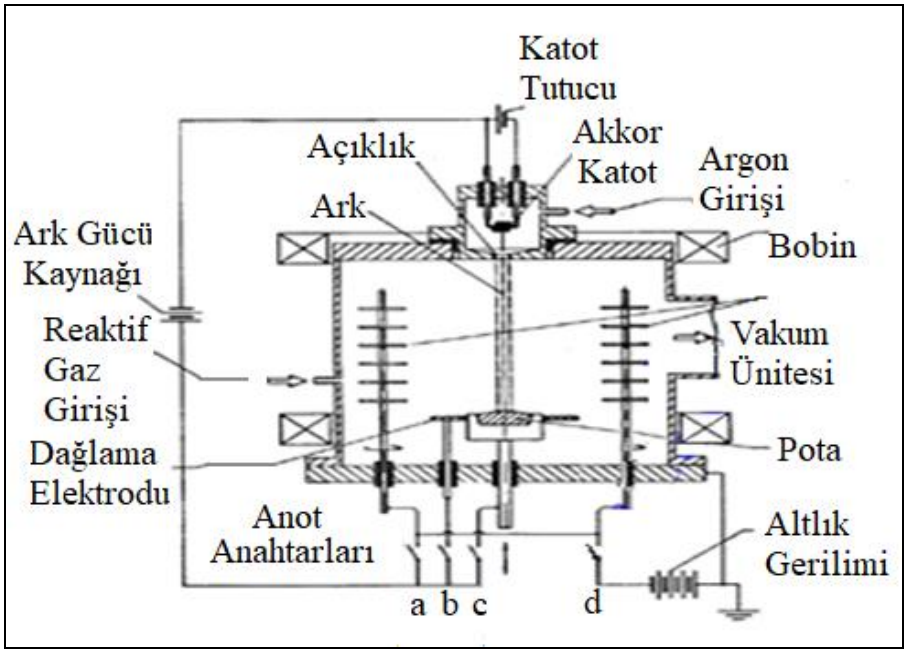
Termiyonik ark tekniği

Termiyonik ark ile kaplama yöntemi bir akkor katot yardımıyla elde edilen plazmanın ince bir delikten geçirilerek ark (düşük empedanslı bağlantıdan kaynaklanan elektrik patlaması) haline dönüştürülmesi yöntemidir. Bu teknik genelde TiN türü kaplamaların üretimi için kullanılmaktadır. Şekil 3.9.'da bir termiyonik ark ünitesinin şematik resmi verilmiştir [23].

Katot olarak farklı bir odaya konulmuş, elektrik akımıyla ısıtılan akkor katot kullanılmaktadır. Katot bölmesine argon gazı verilerek basıncı artırılmaktadır. Akkor katottan yayılan elektronlar yardımıyla bir plazma elde edilmektedir, aslında uygulanan katot gerilimi kamaradaki gazın iyonlaşma geriliminden düşüktür, bu nedenle bu düzeneğe 'düşük gerilim arkı ile kaplama' adı da verilmektedir [23].

Bu yöntemin en önemli avantajlarından birisi buharlaşan malzemenin çok yüksek iyonlaşma derecesine sahip olmasıdır. Başka bir avantajı ise altlık malzemelerin düşük dc gerilim potansiyellerinde fakat yüksek iyon akımlarıyla bombardıman edilmesine imkan verdiğinden plazmanın altlık malzemenin tüm yüzeyini en ufak ayrıntılara kadar sarması,

bu sayede kalıplar gibi karmaşık şekilli parçaların homojen bir şekilde dağılması ve kaplama sırasında homojen bir iyon bombardımanı uygulamanın mümkün olmasıdır[23].



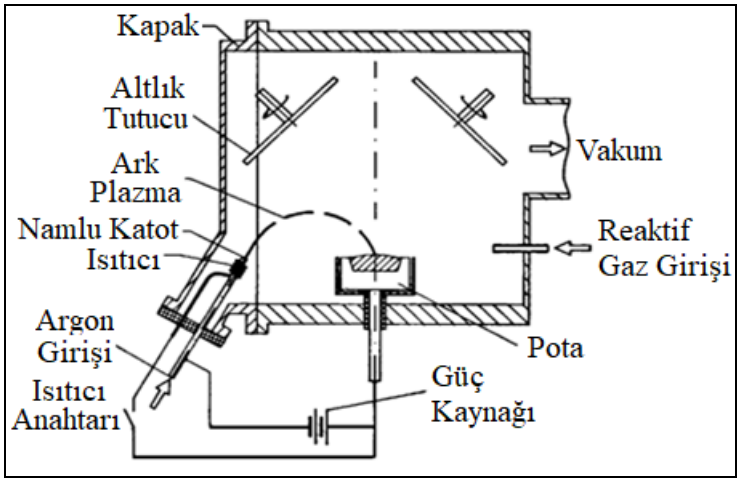
Şekil 3.9. Termiyonik ark kaplama ünitesinin şema görünümü [23]

Sıcak namlu katot arkı tekniği

Bu teknik, ark tarzı plazma oluşumuyla buharlaştırma işleminin gerçekleştirildiği bir buharlaşma yöntemidir. Sistemin çalışması termiyonik ark düzeneğiyle benzerlik göstermektedir. Ancak bu düzenekte ark ısıtılan namlu şeklindeki içi boş bir katottan elde edilmekte ve anoda yönlendirilmektedir. Namlu, tantal veya volfram gibi yüksek ergime sıcaklığına sahip metallerden yapılmış bir borudur. Genellikle namlu olarak volfram telden elde edilen borular kullanılmaktadır [23].

Namlu katot türü ark boşalması ark oluşum şeklidir ve bu isim katodun şeklinin namlu gibi olması nedeniyle verilmiştir. Çalışma esnasında namlu, dışarıdan uygulanan enerjiyle ısıtılarak katodun iç boşluğunda bir termik emisyon oluşumu sağlar. Bu emisyonu namlu içindeki gaz parçacıklarının aktive edilmesini ve iyonlaşmasını sağlamaktadır. Namlu içindeki iyonlaşma sonucu aktive edilen gaz parçacıkları ve fotonlar ısıl olarak oluşan elektron emisyonunu daha da kuvvetlendirmektedir. Her iki mekanizmanın etkisiyle boru içinde oluşan yoğun plazma namlunun ucundan kaplama kamarasının içine doğru genişler.

Namlu içinde elde edilen plazma termiyonik arktan farklı olarak kararlı bir plazmadır [23]. Yukarıdaki namlu boyutları ve namlu malzemeleri için kararlı plazma eldesi ancak boru içindeki basıncın 100 Pa civarında olmasıyla sağlanabilir. Plazmanın namlu içindeki kısmına 'pozitif iç huzme' dış kısmındakine ise 'pozitif dış huzme ' isimleri verilmektedir. Şekil 3.10.'da sıcak namlu katot arkı kaplama ünite şeması görülmektedir [23].



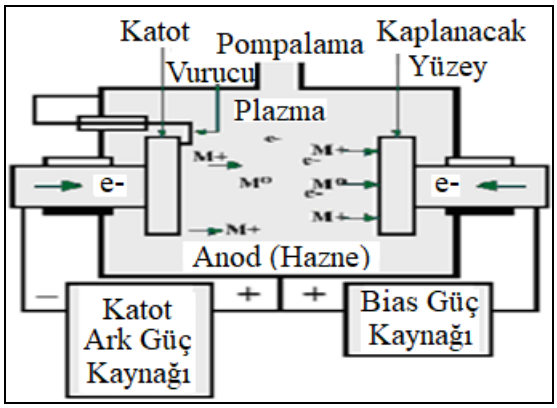
Şekil 3.10. Sıcak namlu katot arkı kaplama ünitesi [23]

Katot ark tekniği

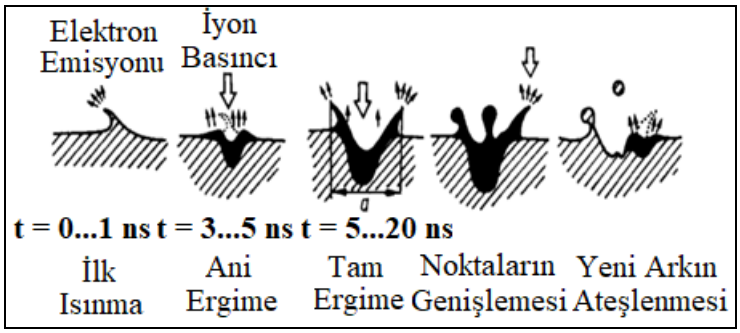
Katodik ark oldukça küçük bir nokta şeklinde olup katottan çıkan bir ağaç görünümündedir. Oluşan ark düşük voltaj yüksek akım arkı olarak nitelendirilmektedir. Şekilde görülen katot yüzeyinde arkın sebep olduğu ergime ve buharlaşması gösterilmiştir. Her bir noktadaki elektrik deşarjı 10 – 20 ns kadar sürmekte ve ardından hemen komşu bölgede yeni bir ark tetiklenmektedir. Bu şekilde noktasal ark katot yüzeyinde 10 – 100 m/s mertebesinde bir hızla gelişi güzel hareket etmektedir. Buharlaşan hedef malzemesi büyük ölçüde iyonize olmaktadır. İyonlaşma derecesi hedef malzemenin türüne göre değişmektedir. Ergime sıcaklığı düşük malzemelerde %20 iyonlaşma elde edilirken yüksek ergime sıcaklıklı metallerde %100 iyonlaşmaya kadar çıkılabilmektedir. Hedef üzerinde ergiyen noktanın çapı 1 – 20 μm kadardır [23].

Ark akımı arttırıldığında ark ikiye ve üçe dallanmaktadır. Bu durumun meydana geldiği akım yoğunluğu değeri büyük olduğu kadar katot malzemesinin türüne bağlı olan karakteristik bir değerdir. Her bir ark dalı bir diğerini püskürterek katot yüzeyinde dengeli

bir dağılım gösterirler. Şekil 3.11.'de katodik ark buhar biriktirme sistemi, şekil 3.12.'de ise katodik noktadaki oluşumun aşamaları gösterilmiştir [23].



Şekil 3.11. Katodik ark buhar biriktirme sistemi [4]

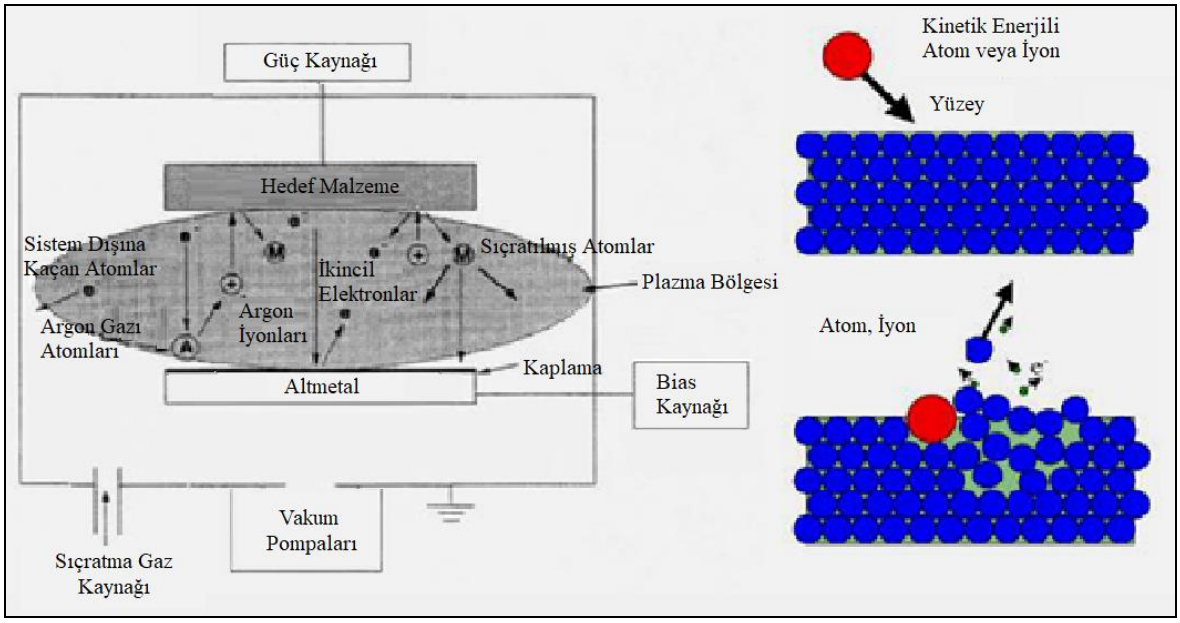


Şekil 3.12. Katodik noktadaki oluşumun aşamaları [23]

3.7.2. Sıçratma

Sıçratma yöntemi, hedef malzeme yüzeyinin, çoğunlukla plazma veya iyon tabancası vasıtasıyla hızlandırılmış atomik boyuttaki yüksek enerjili gaz iyonlarıyla bombardıman edilerek, atomların yüzeyden koparılması ve hedef malzeme yüzeyinden ayrılan atomların buhar fazına geçerek altlık malzemesi üzerine biriktirilmesi esasına dayanır. Sıçratma işleminde, genellikle pozitif yüklü argon gazı iyonları kullanılmaktadır. Şekil 3.13.'te sıçratma yöntemi ve sıçratma mekanizması şematik olarak gösterilmektedir. Sıçratma yöntemi, ısı kullanılmadan momentum transferi aracılığı ile buharlaşmanın gerçekleştiği bir fiziksel buhar biriktirme yöntemidir, yani kaplamayı oluşturacak madde akısının buhar faza geçirilmesinin kimyasal ya da ısıl bir oluşum yerine mekanik bir çarpışma ve moment transferi olmaktadır [7].

Sıçratma tekniğinin en belirgin özelliği malzeme türü açısından çok geniş bir yelpazede kullanılabilmesidir. Bunun yanında kaplama yüzeyini bozan damlacıkların (parça sıçraması) oluşmaması, hedef malzeme ile aynı özellikte kaplamaların elde edilebilmesi, sisteme sıçratma amacıyla verilen soy gazlar dışında reaktif gazlar verilerek bileşik kaplamaların elde edilebilmesi gibi olumlu özellikleri mevcuttur [7].



Şekil 3.13. Sıçratma yöntemi ve sıçratma mekanizmasının şematik gösterimi [26]

Sıçratma yöntemlerinin avantajları;

- Element alaşım veya bileşikler sıçratılarak hedef üzerine kaplanabilir [2].
- Sisteme sıçratma amacıyla verilen asalgazlar haricinde reaktif gazlar verilerek kombine kaplamalar oluşturmak mümkündür [2].
- Yalıtkan malzemeler RF; Darbeli ya da asimetrik darbeli hızlandırma gerilimi uygulanarak sıçratılabilir [2].
- Hedef malzemeyle eş özellikte kaplama filmleri elde edilebilir [2].
- Sıçratma kaynaklarına uygulanan güçler kontrol edilerek kaplamanın hızı, verimi ve film kalınlığı kontrol edilebilir [2].
- Çok düşük sıcaklıklarda kaplama yapılabilir [2].

- Sıçratma kaynaklarının sayısı veya büyüklükleri değiştirilerek, vakum odası içinde manyetik alanlar kontrol edilerek küçük hacimden büyük hacimlere kadar farklı hacimlerde uygulama yapılabilir [2].

Sıçratma yöntemin dezavantajları;

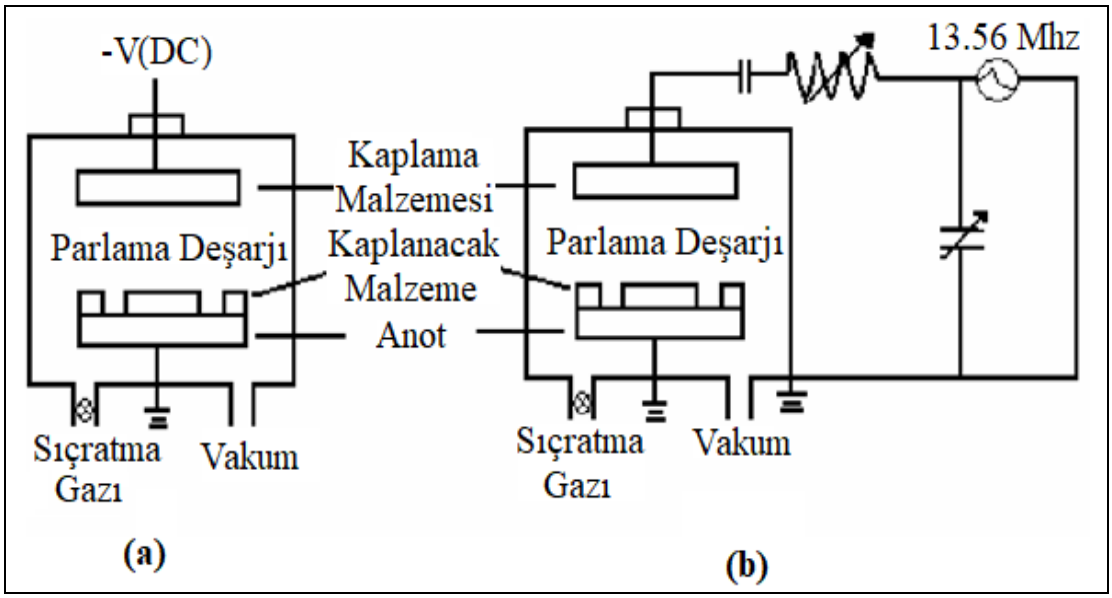
- Sabit taban malzeme uygulamalarında kaplama filmi homojen olarak birikmeyeceği için taban malzemelerin hareket etmesi gerekebilir. Taban malzeme sabit kaldığı takdirde büyük veya çok sayıda sıçratma kaynağı kullanılmalıdır [2].
- Diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında hedef malzemenin kullanım verimliliği düşüktür. Sıçratmayı sağlamak için hedef malzeme üzerinde oluşan manyetik alanlar yüzünden homojen sıçratma yapmak mümkün değildir. Fazla sıçratılan noktalar belirli kalınlığın altına geldikten sonra hedef malzeme kullanılamaz. Metalik özelliktekiler yeniden değerlendirilebilir, seramik özellikte olanlar genelde işe yaramayacaktır [2].
- Malzeme sıçratılması sırasında enerjinin büyük bir kısmı hedef malzeme üzerinde ısı enerjisine dönüşür; bu ısının etkisini azaltmak için soğutma sistemleri iyi tasarlanmalıdır [2].
- Reaktif gaz kontrolü hedef malzeme üzerinde toksik etki yapacağı için zehirlenme oluşumunu önleyecek şekilde ayarlanmalıdır. Sıçratma kaynaklarında kullanılan hızlandırma gerilimini üreten güç kaynakları ark kontrollü olup yatırım maliyetleri yüksektir. Burada kullanılan mıknatıslar da güçlü ve özel mıknatıslardan seçilmelidir. Bu nedenle gerek güç kaynağı gerekse sıçratma kaynakları maliyetlidir [2].

Diyot sıçratma

Diyot sıçratma sistemi, biri anot diğeri katot olmak üzere, iki tane düzlemsel elektrottan oluşmaktadır. Katodun plazma ile temas halinde olan üst yüzeyinde kaplama malzemesi, katodun altında ise su soğutmalı hazne bulunmaktadır. Şekil 3.14.'te diyot sıçratma sistemi şematik olarak gösterilmiştir. Anoda kaplanacak malzeme yerleştirilmektedir [1].

Kaplama malzemesi iletken ise parlama deşarjı oluşturmak için doğru akım uygulanmaktadır. Kaplama malzemesi yalıtkan ise parlama deşarjını oluşturabilmek için

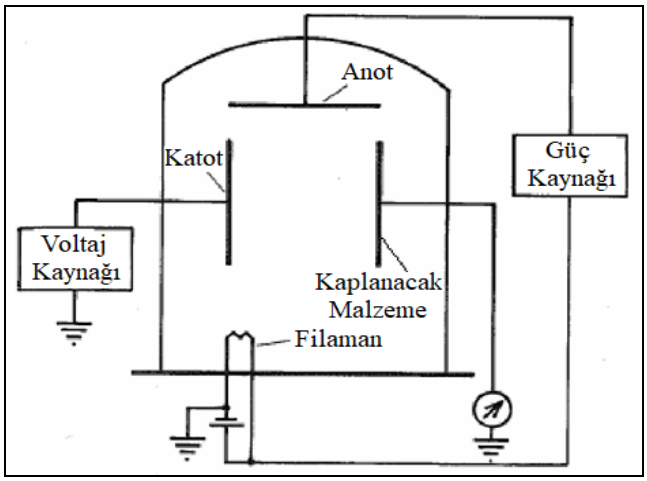
doğru akımdaki voltaj yerine radyo frekans voltaj kullanılmaktadır. Bu sistem RF diyot sıçratma olarak isimlendirilmektedir [1].



Şekil 3.14. Diyot sıçratma sistemi (a) DC (b) RF [1]

Triyot sıçratma

Triyot sıçratma sisteminde, diyot sıçratma sisteminden farklı olarak düşük basınçlarda iyonlaşmayı arttırmak ve parlama deşarjını sürdürmek amacıyla kaynaktan bağımsız, elektrot yani termiyonik katot ilave edilmektedir. Şekil 3.15.'te triyot sıçratma sistemi şematik olarak gösterilmiştir. Termiyonik katot olarak genellikle ısıtılmış tungsten filaman kullanılır [1].



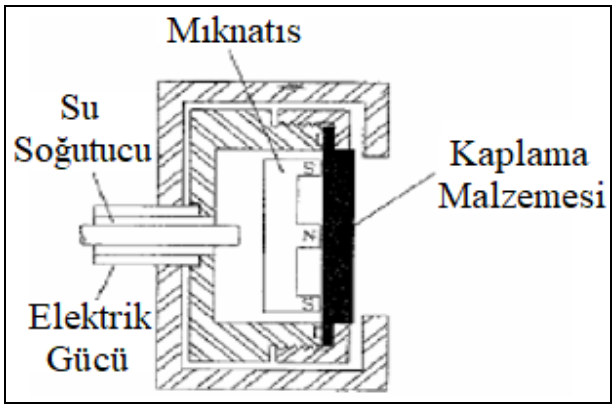
Şekil 3.15. Triyot sıçratma sistemi [1]

Manyetik alanda sıçratma

Manyetik sıçratma yönteminde, kaplama malzemesi, 50-500 gauss elektrik alana sahip su soğutmalı mıknatıs veya elektromıknatıslardan oluşan tutucunun üzerine yerleştirilir [1].

Mıknatısın bir kutbu kaplama malzemesinin merkez eksenine, ikinci kutbu kaplama malzemesinin kenarlarına yerleştirilir. Mıknatısların bu şekilde düzenlenmesi, elektrik ve manyetik alanların birbirine göre dik durmasını sağlar. Plazmadaki elektronlar E x B yönlerine doğru hareket ederler. Başka bir deyişle, elektronların hareketi hem elektrik alana (E) hem de manyetik alana (B) dik yöndedir [1].

Kaplama malzemesinin yüzeyinde manyetik alan çizgileri boyunca aşınma meydana gelmektedir. Manyetik sıçratma yöntemi ile elektronlar yönlendirilerek çarpışmaların daha çok katot yüzeyine yakın yerlerde olması sağlanmaktadır. Kaplama malzemesinin yüzeyinde aşınma manyetik alan çizgileri boyunca meydana gelmektedir. Manyetik sıçratma yöntemi ile elektronlar yönlendirilerek çarpışmaların daha çok katot yüzeyine yakın yerlerde olması sağlanmaktadır. Şekil 3.16.'da manyetik sıçratma kaynağının kesit alan görünüşü şematik olarak verilmiştir [1].

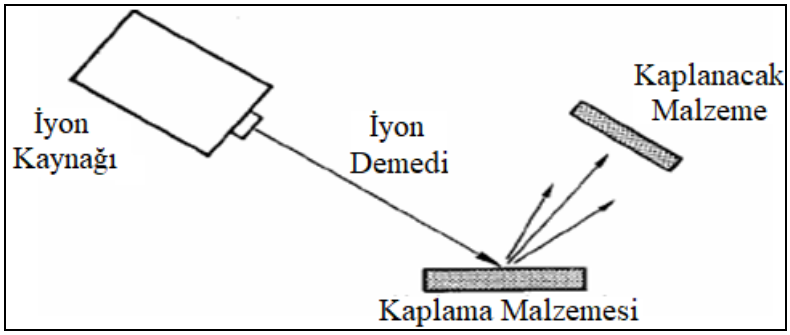


Şekil 3.16. Manyetik sıçratma kaynağının kesit alanı görünüşü [1]

İyon demeti ile sıçratma

İyon demeti ile sıçratma yönteminde, ayrı bir iyon kaynağından elde edilen iyon demetleri kaplama malzemesine bombardıman yapılır ve kaplama malzemesinin atomları yüzeyden sıçratılarak kaplanacak malzeme üzerine biriktirilir. İyonlar ark deşarjı sayesinde

oluşturulmaktadır. Şekil 3.17.'de iyon demeti ile sıçratmanın şematik görünüşü verilmiştir [1].



Şekil 3.17. İyon demeti ile sıçratma [1]

3.7.3. Yöntemlerin karşılaştırılması

Çizelge 3.2. Farklı FBB prosesleri için tipik hedef / katot ve iyon / atom parametreleri ve sayıları [19]

Parametreler	Prosesler			
	Manyetik Sıçratma	Anodik Ark İyon Kaplama	Elektron Demeti İyon kaplama	Katodik Ark İyon Kaplama
Buharlaşma Aracı	Sıçratma Etkisi	Elektron Demeti	Elektron Demeti	Termal Ark
Faz Dönüşümü	Katı - Buhar	Katı – Buhar	Sıvıı - Buhar	Katı - Buhar
Hedef / katot Geometrisi	Esnek	Sınırlı	Sınırlı	Esnek
İyonize Hedef Atomlarının Miktarı (%)	1 - 5	5 – 40	<1	50 - 100
İlave İyonizasyon	İstenir	Nadiren	İstenir	Gerek Yok
Asal Gaz Gerekliliği	Evet	Hayır	Değişken	Hayır
Reaktif Biriktirme İhtimali	Evet	Evet	Evet	Evet

Çizelge 3.3. Biriktirme proses kriteri [25]

Kontrol yöntemi	Elektrik sinyali		Ön koşul	
	Mevcut	İlişkili	Kalınlık kontrolü	Oran kontrolü
Bitene kadar buharlaşma	Hayır	-	Ağırlıklı buharlaşma değişimi	Uygulanamaz
Kaynak sıcaklığı, gücü, iyonizasyon akım kontrolü	Evet	Buharlaşma oranı	Oranlar bütünleşik olmalı	Hata sinyal geri bildirimi
İyonizasyon oranı görüntüleme	Evet	-	Oranlar bütünleşik olmalı	Hata sinyal geri bildirimi
Parçacık çarpma cihazı	Hayır	Biriktirme kalınlığı	Pivot modellerde doğrudan gözlem, manuel durdurma	Burulma teli modellerde doğrudan gözlem, manuel güç ayarı
Hassas terazi	Elektromanyetik veya elektrostatik modellerde evet	Biriktirme kalınlığı	Şerit grafik kaydedici, otomatik sonlandırma için önceden ayarlanmış mikro anahtar	Ağırlık artışına programlanmış veya elektronik devreler ile ikinci sinyal
Kristal osilatör	Evet	Biriktirme kalınlığı	Sayaç, metre veya kaydedici, otomatik sonlandırma için önceden ayarlanmış mikro anahtar	Elektronik devreler servo döngüleri ile ikincil sinyaller
Optik ekranlar direnç ekranları	Fotosel ile mümkün	Biriktirme kalınlığı	Şerit grafik kaydedici, otomatik sonlandırma için oldukça karmaşık devre	Henüz uygulanmadı
Direnç ekranları	Evet	Biriktirme kalınlığı	Şerit grafik kaydedici, otomatik sonlandırma için önceden ayarlanmış mikro anahtar veya dijital teknikler	Elektronik devreler servo döngüleri ile ikincil sinyaller
Kapasitans ekranları	Hayır	Biriktirme kalınlığı veya oranı	Düzlemsel kondansatör substratı; kapasite ve komparatör karşılaştırmalı osilatör devresi	Riddle'ın buhar kapasitöründen doğrudan oran göstergesi

Çizelge 3.4. Buharlaşma proses kontrolü [25]

Kontrol Yöntemi	Elektrik Sinyali		Ön Koşul	
	Mevcut	İlişkili	Kalınlık Kontrolü	Oran Kontrolü
Bitene kadar buharlaşma	Hayır	-	Ağırlıklı buharlaşma değişimi	Uygulanamaz
Kaynak sıcaklığı, gücü, iyonizasyon akım kontrolü	Evet	Buharlaşma oranı	Oranlar bütünleşik olmalı	Hata sinyal geri bildirimi
İyonizasyon oranı görüntüleme	Evet	Buharlaşma oranı	Oranlar bütünleşik olmalı	Hata sinyal geri bildirimi
Parçacık çarpma cihazı	Hayır	-	Pivot modellerde doğrudan gözlem, manuel durdurma	Burulma teli modellerde doğrudan gözlem, manuel güç ayarı
Hassas terazi	Elektromanyetik veya elektrostatik modellerde evet	Biriktirme kalınlığı	Şerit grafik kaydedici, otomatik sonlandırma için önceden ayarlanmış mikro anahtar	Ağırlık artışına programlanmış veya elektronik devreler ile ikinci sinyal
Kristal osilatör	Evet	Biriktirme kalınlığı	Sayaç, metrre veya kaydedici, otomatik sonlandırma için önceden ayarlanmış mikro anahtar	Elektronik devreler servo döngüleri ile ikincil sinyaller
Optik ekranlar Direnç ekranları	Fotosel ile mümkün	Biriktirme kalınlığı	Şerit grafik kaydedici, otomatik sonlandırma için oldukça karmaşık devre	Henüz uygulanmadı
Direnç ekranları	Evet	Biriktirme kalınlığı	Şerit grafik kaydedici ve önceden ayarlanmış mikro anahtar veya dijital teknikler	Elektronik devreler servo döngüleri ile ikincil sinyaller
Kapasitans ekranları	Hayır	Biriktirme kalınlığı veya oranı	Düzlemsel kondansatör substratı; kapasite ve komparatör karşılaştırmalı osilatör devresi	Riddle'ın buhar kapasitöründen doğrudan oran göstergesi

3.7.4. Film büyümesi

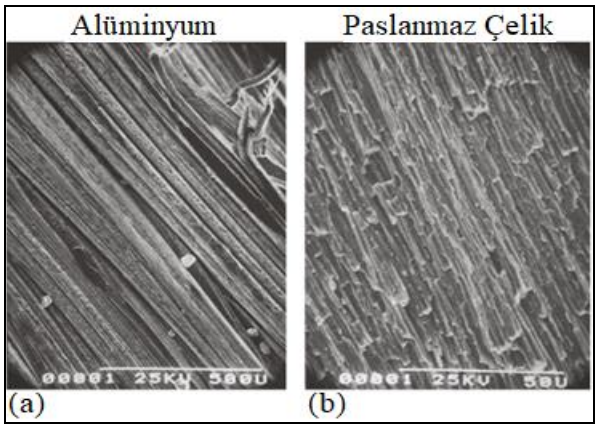
Filmler, atomların daha önce biriktirilmiş malzeme üzerinde sürekli çekirdeklenmesiyle büyür ve yüzey sürekli olarak yeni biriken malzemenin altına gömülür. Film büyümesi ve çekirdeklenme modu, film yoğunluğu, yüzey alanı, yüzey morfolojisi ve tane boyutu gibi birçok film özelliğini belirler. Film büyümesinin önemli yönleri [24]:

- Yüzey pürüzlülüğü - başlangıçta ve film geliştikçe
- Yüzey sıcaklığı - başlangıçta ve film büyüdükçe
- Atom yüzey hareketliliği
- Geometrik gölgeleme efektleri (geliş açısı etkileri)
- Biriktirme boyunca ayrışma etkileri gibi reaksiyon ve kütle transferi

Yüzey morfolojileri, akışkan cam yüzeyler gibi çok pürüzsüzden, pek çok sinterlenmiş malzemede olduğu gibi çok pürüzlü arasında değişebilir. Genel olarak, film büyüdükçe yüzey pürüzlülüğü artar, çünkü bazı özellikler veya kristalografik düzlemler diğerlerinden daha hızlı büyür. Bazı durumlarda, yüzey kaplama malzemesi tarafından düzleştirilebilir, "düzlemselleştirilebilir" veya pürüzlülüğün gelişmesi önlenebilir. Pürüzlülük yüzey üzerinde her yerde aynı olmayabilir veya bu alanlarda film özelliklerinde değişikliklere yol açan çizikler, boşluklar, gömülü parçacıklar, parçacık kirliliği vb. nedeniyle bölgesel pürüzlülük alanları olabilir [24].

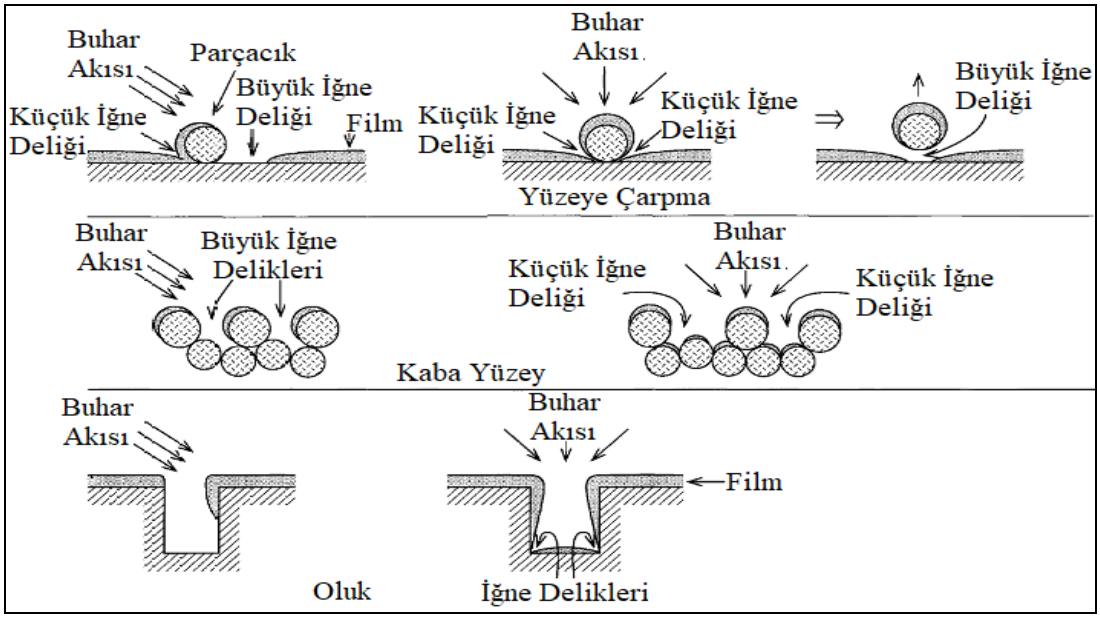
Sütun büyüme morfolojisi

Atomik olarak biriktirilen filmler genellikle, birbirine hizalanmış ve yığılmış kütüklere veya plakalara benzeyen ve sütunlu morfoloji olarak adlandırılan benzersiz bir büyüme morfolojisi sergiler. Şekil 3.18. düşük sıcaklıklarda üretilen alüminyum ve paslanmaz çeliğin kalın vakum birikintilerinin kırılma yüzeylerinin sütun şeklindeki morfolojisini göstermektedir. Bu morfoloji, geometrik etkiler nedeniyle gelişir ve malzemenin kristal veya amorf olup olmadığını açıklar. Sütunlar genellikle tek kristal taneler değildir, amorf veya polikristalindir [24].



Şekil 3.18. Elektron mikroskop tarama (SEM) fraktografında vakum biriktirme kalınlıkları (a) Alüminyum (b) Paslanmaz çelik [24]

Film biriktirme morfolojisi, yüzey pürüzlülüğü ve yüzeyde atom biriktirme hareketliliği, çökeltme malzemesinin morfolojisini belirlemek için geometrik gölgeleme ve yüzey difüzyonu ile çökeltme atomlarının yüzey pürüzlülüğü ve yüzey hareketliliği tarafından belirlenir. Yüzey pürüzlü olduğunda, atom akısı tüm yönlerde zirveye çıkar, yüzey atom hareketliliği düşükse, zirveler geometrik gölgelemeden dolayı vadilerden daha hızlı büyür. Gölgeleme etkisi, atom akısının normal dışı olması nedeniyle şiddetlenir, bu nedenle vadiler, Şekil 3.19. da gösterildiği gibi, akış yüzeye normal olduğunda olduğundan daha derin gölgelerdedir [24].

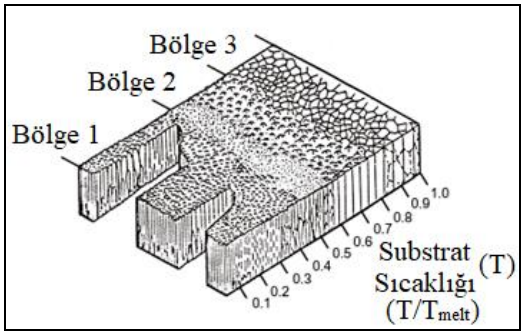


Şekil 3.19. Yüzey kaplama ve iğne deliği oluşumunda yüzey morfoloji etkisi [24]

Absorbe edilen gazlı türler atom yüzey hareketliliğini azaltırken, eşzamanlı enerjik parçacık bombardımanı yüzey hareketliliğini artırabilir veya azaltabilir [24].

Büyüme yapı bölgesi modeli (SZM)

Tipik olarak, ara yüzün yakınındaki film, alt tabaka ve / veya ara yüz malzemesi tarafından etkilenir ve film belirli bir büyüme modu oluşturmadan önce kayda değer bir kalınlık alır. Bir büyüme modu oluşturulduktan sonra, film morfolojisi bir yapı bölgesi modeli (SZM) ile tanımlanabilir. SZM ilk olarak 1969'da Movchan ve Demchishin (MD) tarafından vakumlu kaplamalara uygulanmıştır [28]. MD modeli Şekil 3.20.'de gösterilmektedir. Daha sonra SZM, Şekil 3.21'de gösterildiği gibi Thornton [29] tarafından püskürtmeyle biriktirilmiş filmlere genişletildi ve daha sonra Meissier [30] tarafından nokta kusur birikmesi ve kalınlıkla birlikte boşluğun kabalaşmasını içerecek şekilde modifiye edildi [24].



Şekil 3.20. Vakum buharlaştırılmış kondensatların yapı bölgesi modeli (SZM). Movchan ve Demchishin'den uyarlanmıştır [28]

Atom hareketliliğinin düşük olduğu düşük sıcaklıklarda film morfolojisini belirleyen yoğunlaşma işlemlerinin ayrıntıları iyi anlaşılamamasına rağmen pek çok faktör mevcuttur [24].

'İyi' vakum faktörleri şunlardır:

- Atom geliş açısının akışa etkisi – yani geometrik gölgeleme [24].
- Kaplama sıcaklığının (derece K), film malzemesinin erime sıcaklığına (derece K) oranı (T / T m) [24].

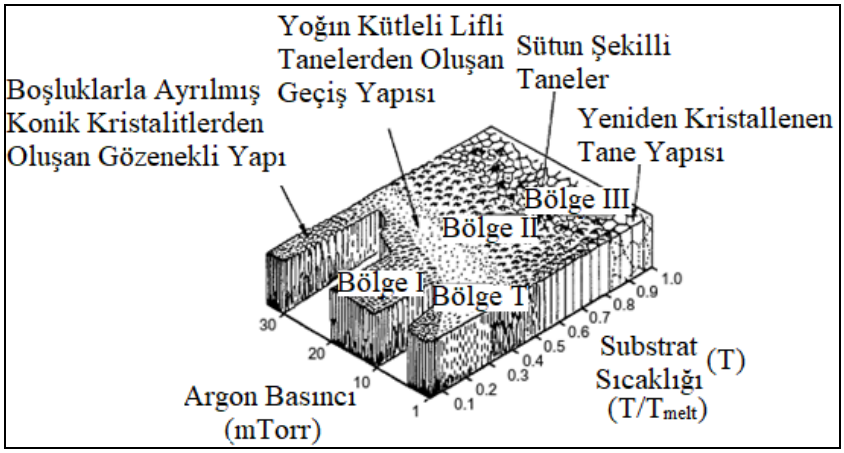
- Yoğunlaşmada açığa çıkan enerji [24].
- Yüzeylerde ve farklı kristalografik düzlemlerde atom yüzey hareketliliği [24].
- Yüzey pürüzlülüğü [24].
- Biriktirme oranı [24].
- Boşluk birleşmesi [24].
- Biriktirme sırasında kütle dönüşümü ve tane büyümesi [24].

"Atmosfer altı basınçlarda", dikkate alınması gereken diğer faktörler şunlardır:

- İnert ve reaktif gaz türlerinin büyüyen yüzeyde adsorpsiyonu [24].
- Buharlaşmış parçacıkların gaz saçması [24].

Büyüyen filmin yüksek enerjili yansıyan nötrler tarafından bombardıman edildiği düşük basınçlı püskürtmeli birikimde ve kasıtlı yüksek enerjili parçacık bombardımanının olduğu iyon kaplamada ek bir faktör [24]:

- Yüksek enerjili parçacıklarla eşzamanlı bombardıman



Şekil 3.21. Sıçratmayla biriktirilen malzemelerin yapı bölgesi modeli (SZM). Thornton'dan uyarlanmıştır [29]

MD modelinin 1. bölgesinde ve Thornton modelinde atom yüzey difüzyonu, yüzey özelliklerinin geometrik gölgelemesinin üstesinden gelmek için yetersizdir. Bu, sütunlar arasında açık sınır formların oluştuğu anlamına gelir. Bu morfoloji, yüksek yüzey alanına ve "yosunlu" yüzey görünümüne sahip bir film yüzeyine sahip bir film üretir [24].

Daha yüksek gaz basınçları, bu bölgeyi gaz saçılması nedeniyle daha yüksek sıcaklıklara yükseltir ve yüzeydeki gaz emişi ve çarpışmalar nedeniyle yüzey hareketliliğini azaltır. Sütunlu yapının gelişmesi bilgisayarla modellenmiştir [24].

Sütunlar farklı şekillere sahip olabilir; örneğin, Şekil 3.22.'de gösterilen alüminyum için yuvarlak sütunlar (bir kübik malzeme) ve berilyum için trombositler (altıgen kapalı paketli [hcp] malzeme). Sütunlar mikron boyutunda olabilir, ancak tane boyutu 1000'den az olabilir hatta sütunların içinde amorf yapıda olabilir. Sütunlu büyüme aynı zamanda atom akısının geliş açısına da bağlıdır. Çökelme ne kadar normal dışı olursa, sütunlu büyüme o kadar belirgindir. Sütunlu büyüme kesinlikle yüzey geometrisinin, geliş açısının ve atom yüzey hareketliliğinin bir fonksiyonu olduğu için, amorf ve kristalin malzemeler sütun şekilli büyüme modunu gösterir.

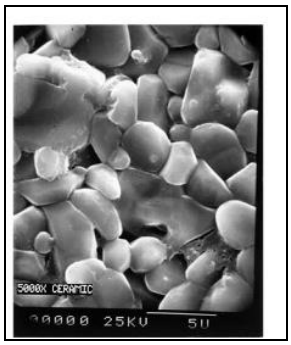


Şekil 3.22. Vakumla biriktirilmiş berilyumda sütunlu morfolojiyi gösteren frakrograf [24]

Sütunlu morfolojinin gelişimi, film büyüme aşamasında çok erken başlar ve genellikle yaklaşık 100 nm kalınlıktan sonra belirgin hale gelir. Örneğin, film büyümesine çok duyarlı bir manyetik kayıt malzemesi olan CoCr, püskürtmeli biriktirme veya vakumla buharlaştırma ile hazırlanabilir. Film, ürün yüzeyine dik, kolay mıknatıslama yönü olan hcp c eksenine sahip sütunlu taneciklerden oluşur [31]. 100 °C'de NaCl üzerinde püskürtmeyle biriken CoCr'nin büyümesinin transmisyon elektron mikroskobu çalışmaları, film kalınlığının bir fonksiyonu olarak aşağıdaki sütunlu morfoloji gelişim aşamalarını göstermektedir: [32]

- <5 nm : zayıf kristal kalitesi – ürün etkisi
- 10 nm : Belirgin tanecik sınırları ile iyi hcp – tanecik boyutu
- 2 – 8 nm : çeşitli kristalografik yönelimler
- 80 nm : iyi gelişmiş sütunlu morfoloji
- 100 nm : c ekseni büyüme yönüne dik : tanecik boyutu 15 – 25 nm

Atom akısının geliş açısı, sütunlu büyüme üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Sütunlu büyüme normal olmayan akı yönelimleriyle daha da şiddetlenir, çünkü artık boşluklara akı olmaz. Normal dışı geliş açısı, pürüzlü bir yüzeyden veya pürüzsüz bir yüzeydeki normal dışı bir birikimden kaynaklanabilir. Normal olmayan bir yük akışı için, sütunlar yüzeye normal olarak büyümez, ancak sütun şeklindeki bir değişiklikle atom kaynağına doğru büyür. Normal olmayan büyüme, normal bir geliş açısından kaynaklanan sütun şeklindeki morfolojiden daha düşük bir yoğunluğa sahip daha da açık bir morfolojiye neden olur. Normal olmayan etkiler, yüzey morfolojisi üzerinde kaba morfoloji, çizikler, yan duvarlar, parçacıklar vb. (Şekil 3.23.) gibi değişiklik gösterebilir [24].



Şekil 3.23. % 96 ergimiş döküm alümina yüzeyinin SEM resmi [24]

Biriktirme sırasında geliş açısını kontrol ederek (veya değiştirerek) (açı bırakmaya bakarak), çok benzersiz morfolojilere sahip "oyulmuş" filmler oluşturulabilir [33]. Biriktirme boyunca ürün döndürülürse, sarmal formlu formlar elde edilebilir [24].

Geliş açısının etkisi, ürün buharlaşma kaynağının önüne hareket ettirildiğinde belirgin olabilir. Bu durumda, geliş açısı çok düşük başlar, normal gelişten geçer, ardından düşük bir geliş açısı ile çıkar. Yüksek açıda ilk sütunlu büyüme, normal etkideki büyümeyi etkileyebilir [24].

Püskürtmeyle biriktirilmiş filmler için bölge modelinde Thornton, T bölgesini tanıttı. T bölgesi, kaplama lifli bir morfolojiye sahiptir ve bölge 1'den bölge 2'ye geçiş olarak kabul edilir. T bölgesi malzemesinin oluşumu, düşük gaz basınçlarında püskürtme hedefinden yansıyan yüksek enerjili nötrlerden gelen enerjik bombardımandan kaynaklanmaktadır. Bu enerjik, yüksek enerjili nötrler zirveleri aşındırır ve vadileri bir dereceye kadar doldurur [24].

2. bölgede, büyüme sürecine atom yüzey difüzyonu hakimdir. Bu bölgede yüzey difüzyonu, sütunlar arası sınırların yoğunlaşmasına izin verir. Bununla birlikte, temel sütunlu morfoloji kalır. Tane boyutu artar ve yüzey özellikleri kesilme eğilimindedir [24].

3. bölgede, difüzyon yükü yeniden kristalleşmeye, tane büyümesine ve yoğunlaştırmaya izin verir. Genellikle, yüksek derecede modifiye edilmiş sütunlu morfoloji, malzemenin tek kristalleri olan sütunlar ile tespit edilebilir [24].

Ürün yüzey morfolojisinin film büyümesine etkisi

Kristal düzlemlerin yönelimli büyümesi nedeniyle film kalınlığıyla pürüzlüyken, pürüzsüz bir alt tabaka yüzeyinde sütunlu bir morfoloji gelişecektir. Yüzey pürüzsüz değilse, geliş açısındaki değişim ve genel pürüzlülük, pürüzsüz bir yüzeye göre daha karmaşık bir morfoloji ve genellikle daha az yoğun bir film üretecektir. Örneğin, 3.23.'te gösterilen yüzeyde büyüyen bir film, kayaların yüzeyinde değişen geliş açıları ve kayaların gölgeleme etkilerinden kaynaklanan bir 'makrokolumnar morfoloji' etkisi gösterir. Her bir 'kayanın' üzerinde filmlerde büyütülen sütunların 'mikro sütun morfolojisinden' oluşacaktır. Sonuç olarak, film kalınlığı ve özelliklerinde büyük bölgedel farklılıklar içeren çok karmaşık bir film morfolojisi olacaktır [24].

Yüzey, pürüzsüz bir silikon devre levhası üzerinde desenli metalizasyon gibi bir morfoloji modeline sahipse, geliş açısı yüzeydeki konuma göre değişecektir ve yüzey üzerinde konuma göre değişen film özellikleri beklenebilir. Örneğin, bir yolun veya adımın yan duvarındaki filmin, Şekil 3.19.'da gösterildiği gibi, doğrudan buhar kaynağına bakan yüzeydeki filmden daha az yoğun olması beklenebilir. Bu etki, kimyasal bir dağlama hızı testi kullanılarak kolayca gösterilebilir. Yüzey birikme hataları, geliş açısı varyasyonu ve proses değişkenlerindeki varyasyonlar nedeniyle film büyümesinin yüzey üzerinde değişebileceğini hatırlamak önemlidir [24].

Yüzey kaplama

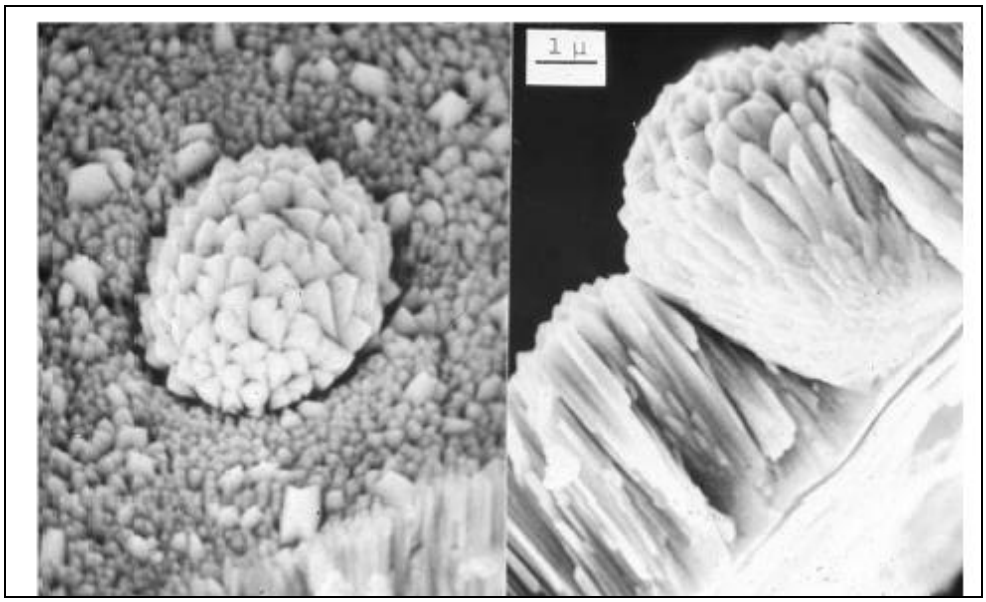
Yüzey kaplaması, yüzeyi örtülmemiş alanlar veya delikler bırakmadan kaplayabilme yeteneğidir. Yüzey kapsamı, yüzey morfolojisi, çökeltme malzemesinin geliş açısı, çekirdek yoğunluğu ve biriktirilen malzeme miktarına göre değişir. Genel olarak, PVD

işlemleri, elektrodepozisyon ve PECVD'ye kıyasla, küçük boşlukları "kapatma" konusunda daha zayıf bir yeteneğe sahiptir [24].

Bir alt tabaka yüzeyinde biriktirilen filmin makroskopik ve mikroskobik yüzey kaplaması, film biriktirme sırasında mevcut bombardımanın kullanılmasıyla geliştirilebilir. Büyük ve kompleks yüzeylerin makroskobik kaplanması genellikle biriktirme malzemesinin gaz fazında saçılmasına bağlıdır. Mikroskobik ölçekte, kaplama film malzemesinin püskürtülmesi ve yeniden biriktirilmesi, mikron ve mikron altı boyutta özelliklerin daha iyi kapsanmasına ve kaplama açığı oluşumunun azaltılmasına yol açar. Atomik ölçekte, Artan yüzey hareketliliği, artan çekirdeklenme yoğunluğu ve biriken atomların aşınması / yeniden birikmesi, kolon şeklindeki mikroyapıyı bozacak ve kolonlar boyunca gözenekliliği ortadan kaldıracaktır. Sonuç olarak, eşzamanlı bombardıman ile birlikte gaz saçılımının kullanılması, yüzey kaplama yeteneğini arttırır ve gaz dahil edilmesi boşluklar oluşturmadığı sürece biriken film malzemesinin mikroskobik ve makroskopik gözenekliliğini azaltır [24].

İğne deliği ve nodüller

İğne delikleri yüzeydeki kaplanmamış alanlardır. Biriktirme sırasında geometrik gölgelemeden veya biriktirme sonrasında bölgesel yapışma kayıplarından dolayı küçük alanda oluşabilen formlardır (iğne deliği dökülmesi). Yüzeydeki partiküller, yüzey morfolojisinde çok bölgesel değişiklikler gösterir ve şekil 3.24.'te gösterilen nodül gibi yerel özellikler gelişir. Bu partiküller filme zayıf bir şekilde bağlanmıştır ve genellikle filmdeki iğne delikleri, nodül bozulana ve düşene kadar gözlenemez. Örneğin, bir ayna kaplamasında, film, biriktirilmiş durumda çok sayıda iğne deliği göstermeyebilir, ancak yüzeyi sildikten veya ultrasonik kavitasyona maruz bıraktıktan sonra, pim delikleri oluşur. İğne deliği sonunda başlangıçtaki partikülden daha büyük olur. Biriktirme sistemindeki yüzeyler ve armatürler üzerinde biriken filmden kaynaklanan bu iğne deliği pullanma, biriktirme sisteminde önemli bir partikül kirliliği kaynağı olabilir [24].

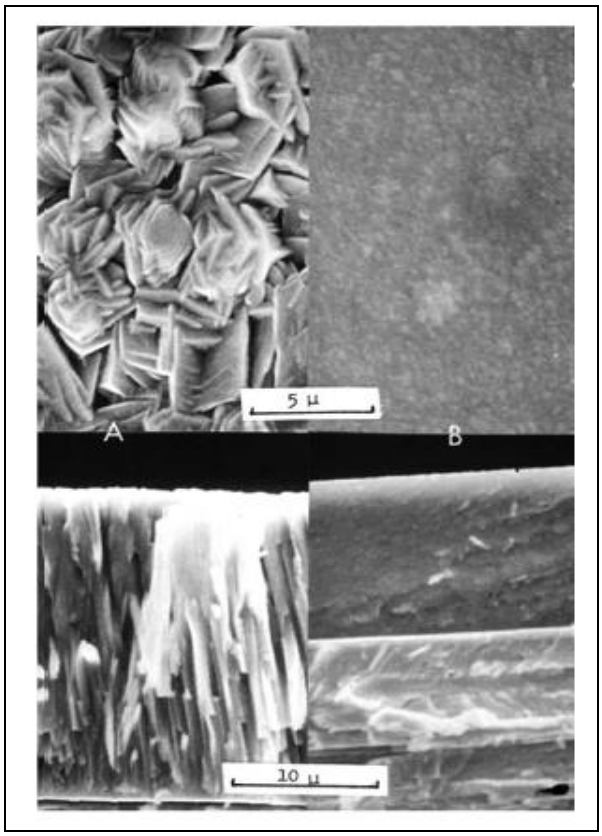


Şekil 3.24. Sıçratmayla biriktirilmiş krom nodüllerinin SEM resmi, film ve nodülün sütunlu yapısı görünüyor. Nodül merkezinin çevresindeki ‘gölgeleme’ ye dikkat ediniz [24]

Nodüller ayrıca film büyümesinin herhangi bir noktasında, genellikle büyüyen filmin yüzeyinde biriken parçacıklardan (çekirdekler) kaynaklanabilir. Şekil 3.24. yüzeydeki partikül kirliliği nedeniyle püskürtmeyle biriken bir krom filminde gelişen bir nodülü göstermektedir. Bu nodül oluşum süreci, özellikle iğne deliği içermeyen kaplamaları biriktirirken bir problemdir, çünkü bunlar kolayca yüzeyden ayrılır ve bir iğne deliği izi bırakır. Şekil 3.19.’da gösterildiği gibi, yüksek en-boy oranına sahip bir yüzey üzerine biriktirme yapılırken, yolun altındaki köşe birikim gölgelenmiş olur ve bazen 'fare deliği' olarak adlandırılan bir boşluk oluşur [24].

Film büyümesinin değişimi

Film biriktirme değişimi şu tekniklerle yapılabilir;



Şekil 3.25. Yüzey (üst) ve püskürtmeyle biriken krom filmlerin kırılma kesiti (alt) eşzamanlı bombardıman var (B) ve eşzamanlı bombardıman yok (A) [24]

Ürün yüzey morfolojisi

Alt tabaka yüzeyinin pürüzlülüğü film özellikleri üzerinde belirgin bir etkiye sahiptir. Plastik ürün yüzey morfolojisi kontrol edilmezse, film büyümesi ve özelliklerinin değişmesi beklenebilir. Genellikle, Pürüzsüz bir yüzey üzerine biriktirilen bir film, pürüzlü bir yüzey üzerinde biriken bir filme göre, daha büyük kütleli özelliklerine daha yakın özelliklere sahip olacaktır [24].

Açı etkisi

Açı etkisinin anlamı, biriken atom akısının, sistemin geometrisine, buharlaşma kaynağına, fikstürle bağlama ve fikstür hareketine bağlı olmasıdır. Film biriktirmesi, her çalışmada tekrarlanabilir olmalıdır. Genel olarak, çökeltme atom akısının geliş açısı ne kadar normal olursa, filmin yoğunluğu o kadar yüksek olur ve elde edilebilecek malzeme özellikleri o kadar kütleye yakın değerlerde olur [24].

Büyüme sırasında çekirdeklenmenin değişimi

Biriktirme sistemindeki reaktif gazlar biriktirilen filmlerin büyümesini, yapısını, morfolojisini ve özelliklerini etkileyebilir. Bu etkilerin kökeni çok az anlaşılmasına rağmen, etkilerin bir kısmı, atom'un yüzey hareketliliğini değiştirmeye bağlanabilir. Yarı iletken cihazlar için alüminyum iletken malzemelerin sıçratma yöntemiyle biriktirilmesinde, biriktirme sırasında küçük bir kısmi nitrojen basıncının, biriktirilen alüminyum filmin elektron transfer özellikleri üzerinde bir etkiye sahip olabileceği gösterilmiştir. Reaktif birleştirme durumunda, artık gaz kısmi basıncı yüksektir ve yüksek biriktirme sıcaklıklarında bile yüzey hareketliliği ve sütun şeklindeki morfolojilerin gelişimi üzerinde büyük bir etkiye sahiptir [24].

Alüminyum biriktirme sırasında düzenli oksijen girişinin, sütunlu büyüme morfolojisinin gelişimini baskıladığı gösterilmiştir [34]. Aynı etki berilyum filmlerinde nitrojen için de görülmüştür [35]. Benzer bir teknik, elektrokaplama banyosunda sürekli olarak yüzeyi 'zehirleyen' katkı maddeleri kullanılarak, filmin sürekli olarak yeniden çekirdeklenmesine ve daha pürüzsüz bir yüzey elde edilmesine neden olan 'parlatma' yapılan elektro kaplamada kullanılır [24].

Yüklü parçacık bombardımanı

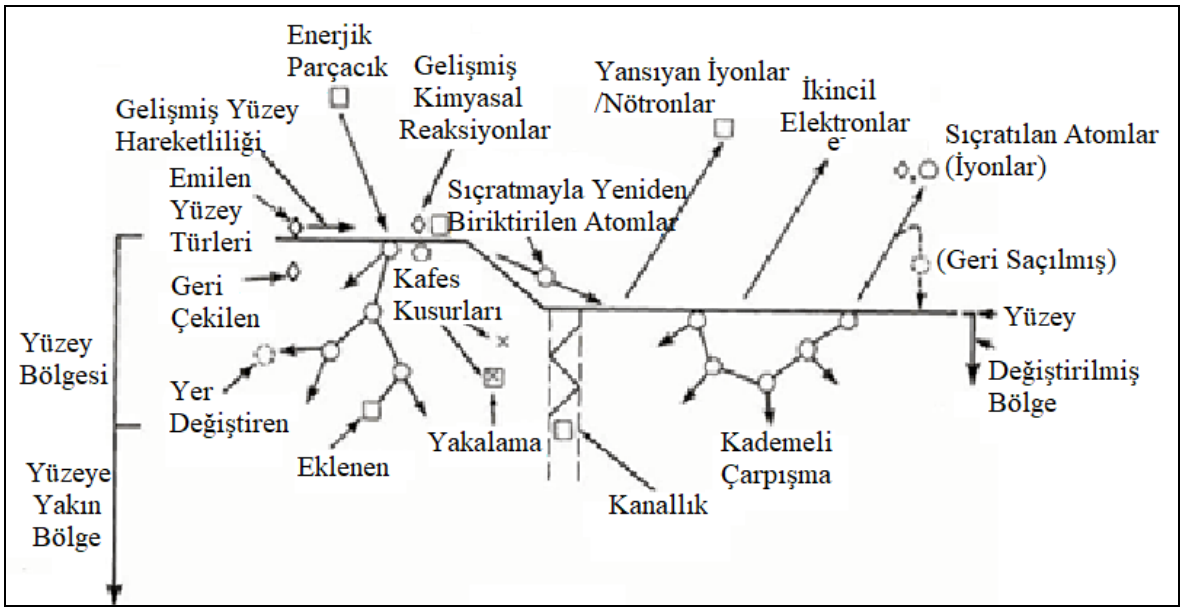
FBB prosesinde, atomik ölçekteki yüklü parçacıkların büyüme sırasında bombardımanı, film özelliklerini etkileyebilir. Bu yüklü film biriktirme prosesine iyon kaplama ismi verilir ve bombardıman film büyümesine çeşitli etkileri olmaktadır. Şekil 3.25. krom filme bombardımanın etkisini göstermektedir. Bombardıman sürekli veya periyodik olabilir. Periyodik bombardıman her angstromda olması, izotropik yapı oluşturur, veya yüzlerce binlerce angström çok katmanlı yapı meydana getirir [24].

Yüklü parçacık bombardımanı film büyümesinde şunlardan kaynaklanmaktadır [24];

- Düşük basınçlı sıçratma biriktirme yönteminde, sıçratma sırasında yüksek enerjili yansıyan nötronlar,
- İyon kaplama sırasında bir plazmadan yüzeye ivmelenen zorlanmış veya kendiliğinden,

- IBAD işlemlerinde kullanıldığı gibi bir vakumda iyon veya plazma kaynağından uzağa ivmelenen iyonlar.

Yüksek enerjili yansıyan nötron bombardımanı gibi durumlarda, bombardıman kontrolsüz ve istenildiği gibi olmayabilir. Kontrollü ve tekrarlanabilir proses demek, yüklü parçacık bombardımanının tekrarlanabilir olması gerekmektedir [24].



Şekil 3.26. Enerjik atomik boyutlu parçacıklarla bombardımana tutulan bir yüzeyde meydana gelen olaylar [24]

Bombardıman etkisi şekil 3.26.'da görülmektedir ve şunları içermektedir:

- Çarpan yüksek enerjili parçacıkların bazılarının yüksek enerjili nötrler olarak yansıması,
- Katot / plastik ürün yüzeyinden uzağa doğru ivmelenen ikincil elektronların üretimi,
- Yakın yüzey bölgesinde çarpışma kademelerinin oluşturulması [24],
- Yüzey atomlarının fiziksel sıçraması [24],
- Yakın yüzey bölgesinin ısıtılması [24],
- Kafes birikiminden atomların geri tepmesi ile kafes kusurlarının oluşturulması [24],
- Bombardıman türlerinin kafes kusurlarının yakalanması [24],
- Basınç gerilmeleri yaratan geri tepme süreçleri ile atomların kafese "dizilmesi" [24],
- yakın yüzey bölgesine yüzey türlerinin geri tepme yerleştirmesi [24],

- Yüzeydeki artırılmış kimyasal reaksiyon (bombardıman ile artırılmış kimyasal reaksiyon) [24],
- Gaz basıncının yüksek olması durumunda püskürtülen türlerin geri saçılması (>20 mTorr) [24].

Enerjik parçacıklar tarafından eşzamanlı olarak bombardımana tutulan büyüyen bir filmde, yüzey ve yüzeye yakın bölge sürekli olarak gömülmekte ve bombardıman etkileri büyüyen filmde hapsolmaktadır [24].

Mekanik bozulma

Sütunlu morfolojinin gelişimi mekanik yollarla bozulabilir [36]. Örneğin, yüzeyi deforme etmek için biriktirme sırasında yüzey periyodik olarak fırçalanabilir veya perdahlanabilir [37]. Biriktirme sırasında parlatma, filmdeki iğne deliği oluşumunu azaltmak için de kullanılabilir [24].

Kafes kusurları ve boşlukları

Kafes kusurları eksik atomlar (boşluklar) veya atom kümeleri ve yerinden kayma gibi kafes yanlış hizalamalarıdır. Boşluklar, malzemenin serbest bir yüzeyine bağlanmayan ve bu nedenle yüzey alanına katkıda bulunmayan ancak yoğunluk gibi film özelliklerini etkileyen iç gözeneklerdir. Film büyümesi boyunca boşluklar, tüm kafes pozisyonlarını doldurmayan biriktirme atomları tarafından oluşturulur. Bu boşluklar kristal yapıda "mikro boşluklar" halinde toplanabilir. Filmlerdeki kafes kusurları, biriktirme sırasında artan numune ısıtması veya biriktirme sırasında kontrollü eşzamanlı iyon bombardımanı ile azaltılabilir [24].

Filmlerdeki kafes kusurları, metalik filmlerdeki elektriksel iletkenliği ve elektron hareketliliği ve yarı iletken malzemelerde taşıyıcı hareketliliğini ve ömrünü etkileyebilir. Genellikle yüksek kusur yoğunluğu, zayıf elektron hareketliliğine neden olur. Kafes kusurları, yüksek geçiş sıcaklığının süper iletken filmlerin özellikleri için önemli olduğu gösterilmiştir [24].

Eşzamanlı bombardıman koşulları altında bir film biriktirirken kusur yoğunluğu,

bombardıman enerjisinin bir fonksiyonudur. Kafes kusurlarının sayısı başlangıçta bombardıman enerjisi ile azalır, ardından 200 eV civarında bir değerin üzerine çıkar [38].

Film yoğunluğu

Film yoğunluğu, elektriksel direnç, kırılma indisi, mekanik deformasyon, korozyon direnci ve kimyasal aşındırma hızı gibi bir dizi film özelliğini belirlemede önemlidir. Düşük sıcaklıkta bombardıman olmayan koşullar altında, biriken filmin morfolojisi, oluşan film yoğunluğunda önemli bir faktör olan çökelme parçalarının geliş açısı ile geometrik etkilerle belirlenir. Bombardıman koşulları altında, geri tepme yerleştirmesi, ileri sıçratma, sıçratma ve yeniden biriktirme, artan çekirdeklenme yoğunluğu ve yüzeydeki atomların artan yüzey hareketliliği, kolon şeklindeki mikroyapıyı bozmakta ve böylece film yoğunluğunu arttırmakta ve film özelliklerini değiştirmekte önemli olabilir [24].

Yüksek enerjili bombardıman ayrıca yüzey kapsamını iyileştirir ve biriktirilen filmdeki iğne deliği gözenekliliğini azaltır. Bu artan yoğunluk ve daha iyi yüzey kaplama, daha iyi korozyon direnci, daha düşük kimyasal aşındırma hızı, daha yüksek sertlik, metal filmlerin daha düşük elektrik direnci, film boyunca azaltılmış gaz ve su buharı geçirgenliği ve dielektrik filmlerin artan reaksiyon indeksi gibi film özelliklerine yansır [39].

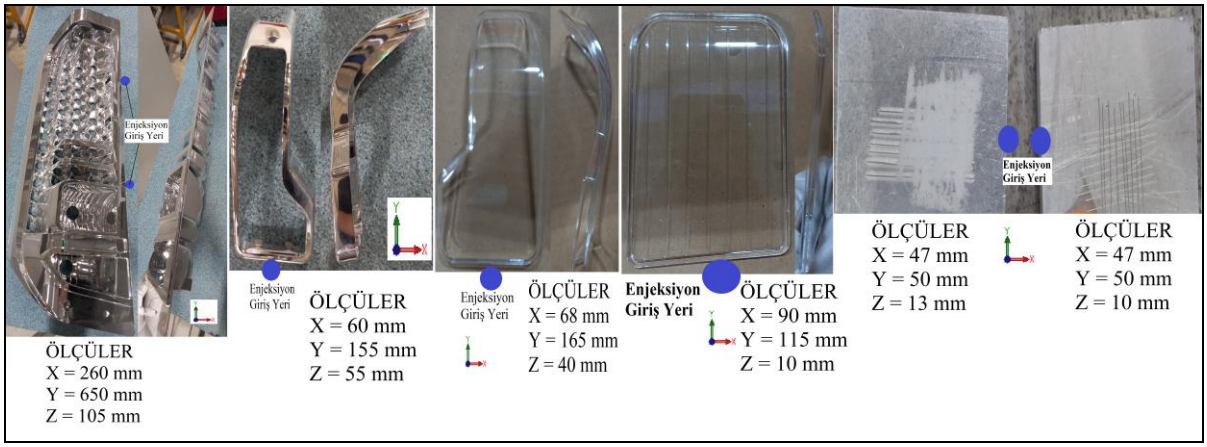
4. MALZEME VE METOT

Plastiklerin FBB yöntemi ile alüminyum kaplanmasını incelemek için farklı polimer hammaddelere farklı proseslerde alüminyum kaplaması yapılmıştır. Bu numunelerin yapışma test performansları, yüzey pürüzlülük değişimleri, kaplama kalınlıkları gibi farklı parametreler araştırılmıştır.

4.1. Malzeme

Deneysel çalışmada, PMMA, PC, kestamid ve teflon polimerleri saf alüminyum ile kaplanmıştır. Deneylerde yapılan kaplanmış ürün görselleri Resim 4.1'de paylaşılmıştır. Alüminyumun saflığı, buharlaşma esnasında homojen birikmenin sağlanması için önemli olduğu için özel olarak seçilmiştir. Alüminyum telin formu, kullanılacak flaman tele uygun olarak seçilmiştir.

Kaplanacak alüminyum malzeme dirençli tele uygun şekilde sipariş edilmiştir. Dirençli tel için tungsten malzemeden yapılmış olan flaman tel kullanılmaktadır.



Resim 4.1. Kaplanmış ürün numune ve ölçüleri

Çizelge 4.1. Kaplamada kullanılan flaman tel kimyasal bileşeni

Çap	W (%)	K (ppm)	Si (ppm)	Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)	Fe (ppm)	Mo (ppm)
0,85 mm	99,95	82	9	10	10	4	20	8

Çizelge 4.2. Kaplamada kullanılan alüminyum tel kimyasal bileşeni

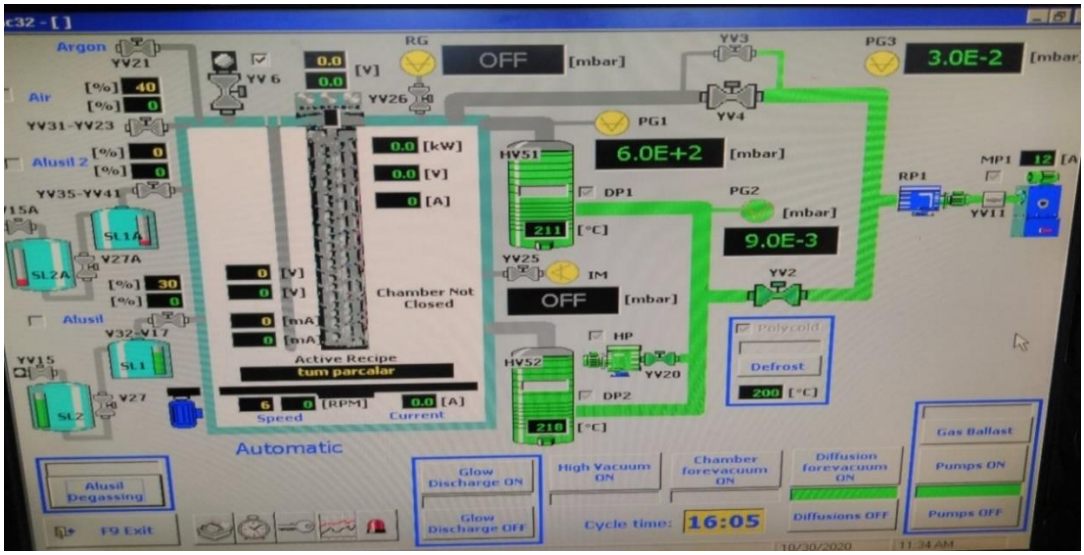
Çap	Gerilme Direnci (N/m^2)	Uzama (%)	Kimyasal Analiz (%)								
			Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0,8 mm	95	7	0,001	0,001	0,001	-	-	-	-	-	99,997

4.2. Kaplama Düzeneği

Tez çalışması kapsamında birden fazla deney yapılmıştır. Bu deneyler Arzuffi ve Galileo marka alüminyum kaplama makinelerinde yapılmıştır. Makinelerin çalışma mantığı aynı olduğu için kaplama düzeneği ortak olarak anlatılmıştır. Makinanın resmi Resim 4.1'de, cihaza ait kontrol panosu Resim 4.2.'de gösterilmiştir.



Resim 4.2. Kaplama makinası görseli



Resim 4.3. Kaplama makinası kontrol pano resmi

4.3. Kaplama İşleminin Yapılması

Plastiklere alüminyum kaplama işlemi, aşağıda belirtildiği şekilde yapılmıştır.

1. Numunelerin Vakum Haznesine Yerleştirilmesi : Ürünün makineye yerleştirilmesi için öncelikle aparatları makineye bağlanmıştır. Daha sonra ürünler aparatlara yerleştirilmiştir. Ürünlerin üzerinde toz vb. kalmaması için iyonik deşarj tabancası ile hava tutulmuştur.

2. Kaba Vakumun Yapılması : Vakum haznesinin kapağı kapatılmıştır. Alçak vakum pompası RP1 ve ardından alçak vakum valfi YV4 açılmıştır. Vakum değeri 10^{-2} mBar değerine gelince alçak vakum sistemi kapatılıp yüksek vakum sisteminin açılmıştır.

3. İyonik Deşarjın Yapılması : Kaba vakumda vakum işlemini mekanik pompa ve roots pompa birlikte yapmaktadır. İyonizasyon işlemini katod çubuğu yapmaktadır. Bu çubuğa yüksek gerilim düşük akım uygulanmaktadır. İyonizasyon valfinden çan içine çekilen havayı katod çubuğu iyonize etmektedir. Serbest kalan elektronlar askılardaki ürünlere elektron bombardımanı yapmaktadır.

4. Yüksek Vakum Yapılması: Vakum 10^{-4} mBar değerine gelince YV4 valfi kapatılarak YV2 valfi açılmıştır. HV51 ve HV52 difüzyon pompaları çalışmaya başlamıştır.

5. Kaplamanın Yapılması : Vakum işlemini mekanik pompa, roots pompa ve difüzyon pompa yapmaktadır. Buharlaşmayı rezistans baraları gerçekleştirmektedir. Bu baralara yüksek akım, düşük gerilim uygulanmıştır. İyonizasyon valfinden çan içine çekilen havayı elektrot çubuğu iyonize etmektedir. Buharlaşan alüminyum Al^{+3} gazı haline gelerek parça yüzeylerine yapışmaktadır.

6. Numunelerin Vakum Haznesinden Alınması : Kaplama işlemi tamamlandıktan sonra V4 vanası açılarak haznenin vakumu alınmıştır. Kaplanmış numuneler aparatlarından çıkartılarak hazneden dışarı alınmıştır.

4.4. Kaplanmış Plastiklerin Karakterizasyonu

Çalışma sırasında kaplanan polimer numunelerin özelliklerini belirlemek amacıyla, çeşitli testlere tabi tutularak karakterize edilmiştir. Uygulanan testler, bu testlerde kullanılan cihazlar toplu olarak Çizelge 4.2.'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.3. Numunelere uygulanan test tablosu

Karakterizasyon	Kullanılan Yöntemler / Cihazlar	Açıklama
Yüzey Pürüzlülüğü Testi	Yüzey Pürüzlülük Ölçüm Cihazı	İyonik deşarj sonrası yüzeydeki pürüzlülük değişiminin incelenmesi
Yapışma Testi	ASTM D 3359-87 Tutunma Tarağı ve Bandı	Yapışma test performansının belirlenmesi
Kaplama Kalınlık Testi	Kaplama Kalınlığı ölçüm cihazı	Kaplama kalınlığının kaplama sayısına göre değişimi

4.4.1. Yüzey pürüzlülük testi

Numunelerin yüzey pürüzlülük ölçümleri, Resim 4.4.'te görseli bulunan Mitutoyo Surftest 211 model yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı ile 2 farklı eksen için ölçülerek kaplama işlemi öncesinde ve sonrasındaki yüzey pürüzlülük değişimleri belirlenmiştir.

İyonik deşarj uygulanan numunelerinin yüzeylerindeki pürüzlülük değişiminin araştırılması için yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı ile ölçüm yapılmıştır. Farklı gerilim ve süre değerlerinde yapılan iyonik deşarjın, farklı hammededen yapılan numunelerin yüzey pürüzlülüğündeki değişimi kıyaslanmıştır. Daha sonra yüzey pürüzlülük değerleri bilinen numunelere alüminyum kaplama yapılarak yapışma test performansları analiz edilmiştir.



Resim 4.4. Yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı

4.4.2. Yapışma testi

Kaplamanın iyi performans gösterebilmesi için yüzeye tamamen yapışması gerekmektedir. Bu nedenle kaplamanın polimer yüzeye yapışmasını kontrol etmek amacıyla alüminyum kaplanmış plastik ürünlere yapışma testi yapılmıştır. Bu test ASTM D 3359 – 97 Standardına göre yapılmıştır.

ASTM D 3359-97 standardı test yöntemi B'ye göre, numunenin düz yüzeyine, alt tabaka filmine 6 – 11 tane kafes şeklinde kesik atılır. Basınca duyarlı bant kesiğe uygulanır ve sonra kaldırılarak olan yapışma ölçeği, resim ve açıklamalar ile karşılaştırılarak değerlendirilir. Yanlış bir duyarlılık izleniminden kaçınmak için 0 ile 5 arasındaki sınırlı bir ölçek kasıtlı olarak seçilmiştir [40].

Test için Resim 4.4.-a'daki yapışma test kiti kullanılmıştır. Kesikler yaklaşık 20 mm uzunluğunda ve test bıçağı 15 ile 30° arasında bir açı ile kullanılmıştır. Resim 4.4.-b'deki bant kesiğe yapıştırılmıştır. Yapışmadan 30 – 90 s içerisinde, 180°'lik bir açıyla bant kaldırılmıştır. Daha sonra büyüteç yardımıyla kesit alanı incelenerek sonuçlar çizelge

4.3.'teki tabloda kıyaslanmıştır. Bu kıyaslamaya göre çıkan sonuçlar tablo halinde listelenmiştir. Her test, plastiğin iki farklı konumunda tekrarlanmıştır. ASTM D 3359-97 standardına göre testin güvenilirliği %95 seviyesindedir [40].



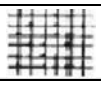
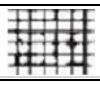
a)



b)

Resim 4.5. Yapışma testinde kullanılan ekipmanlar a) test kiti b) Scotch 2525 bant

Çizelge 4.4. Yapışma testi ölçek tablosu

Dökülmenin meydana geldiği çapraz kesik alan yüzeyi (6 paralel kesit için) Sınıflandırma	Yok					%65'ten fazla
	5	4	3	2	1	0
5 : Kesik kenarları tamamen pürüzsüz, kafesin karelerinden hiçbiri ayrılmamış.						
4 : Kaplamanın kesişme noktalarında küçük pullar ayrılır. Alanın %5'inden azı etkilenir.						
3 : Kaplamanın kenarları boyunca ve kesiklerin kesişme noktalarında küçük pullar ayrılır. Etkilenen alan, kafesin %5 ile 15'i arasındadır.						
2 : Kaplama kenarlar boyunca ve karelerin bazı kısımlarında kaplama dökülmüştür. Etkilenen alan, kafesin %15 ile 35'i arasındadır.						
1 : Kaplama, büyük şeritler halinde kesiklerin kenarları boyunca dökülür ve bütün kareler ayrılır. Etkilenen alan, kafesin %35 ile 65'i arasındadır.						
0 : 1. Dereceden daha kötü pullanma ve ayrılma.						

4.4.3. Kaplama kalınlık testi

Numunelerin kaplama kalınlık ölçümleri, Resim – 4.5.'te görseli bulunan Qnix 4500 boya ve kaplama kalınlık ölçüm cihazı ile kaplama kalınlık ölçümleri yapılmıştır.

Ölçüm cihazının kalibrasyonu yapılmıştır. Bu durum ölçüm sonuçlarının güvenilir olması için önemlidir. Ölçüm aleti DIN EN ISO 2808, DIN 50981, ISO 2178, BS 5411 (3&11), BS 3900 – C5, ASTM B 499, ASTM D 1186, ASTM D 7091, DIN 50984, ISO 2360, ASTM D 1400 standart ve düzenlemelerini sağlamaktadır.

Kaplanmış numunelerin ölçümü için, cihazı sıfırlamak için ölçüm aleti sıfır referans plakasına yerleştirilmiştir, ekranda sıfırlamanın olduğunu gösterene kadar kırmızı düğmeye basılmıştır. Kalınlık ölçümü yapmak için ölçüm aletini yüzeye dik bir şekilde yerleştirilip ekrandan kaplama kalınlık değeri ölçülmüştür. Ölçümler ürünün birden fazla düz yüzeyinde yapılmıştır.



Resim 4.6. Kaplama kalınlık ölçüm cihazı

5. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1. Amaç ve Çalışma Planı

Deneysel çalışmalardaki amaç; dekoratif amaçlı kaplamalarda, fiziksel buhar biriktirme yöntemi ile alüminyum kaplamada önemli olan parametreleri araştırmak, farklı polimerler kullanarak yapışma test performanslarını incelemek ve kaplama kalınlığındaki değişimi tespit etmektir. Deneylerde alüminyum filmler, dirençle buharlaştırmalı tip fiziksel buhar biriktirme yöntemi ile oluşturulmuştur. Bu sayede bu yöntemle polimerlerin alüminyum kaplanmasında optimum değerleri tespit edilmiş ve dikkat edilmesi gereken durumlar ortaya koyulmuştur.

Bu çalışma kapsamında 3 farklı deney yapılmıştır. Birinci deneyde kaplamanın ön işlemi olan iyonik deşarj prosesinin farklı plastik ürünlerde yüzey pürüzlülüğüne ve yapışma testine etkileri araştırılmıştır. Bu deneyde PC ve PMMA hammaddelerinden numuneler kaplanmıştır. İyonik deşarjın farklı numunelerdeki yüzey pürüzlülük değişimi ve bunun yapışma testine etkisi araştırılmıştır.

İkinci deneyde farklı polimerler farklı proseslerde kaplanarak yapışma test sonuçları incelenmiştir. İlk deneyden farklı olarak PC, PMMA, Teflon ve Kestamit hammaddelerinden numuneler kaplanmıştır.

Üçüncü deneyde numuneler sırasıyla 1, 2, 3 ve 4 kere kaplanarak kaplama kalınlığındaki değişim ve bu değişimin yapışma testine olan etkisi araştırılmıştır. Bu kaplamalar hem iyonik deşarjlı, hem de iyonik deşarj olmadan yapılarak aradaki fark ortaya koyulmuştur.

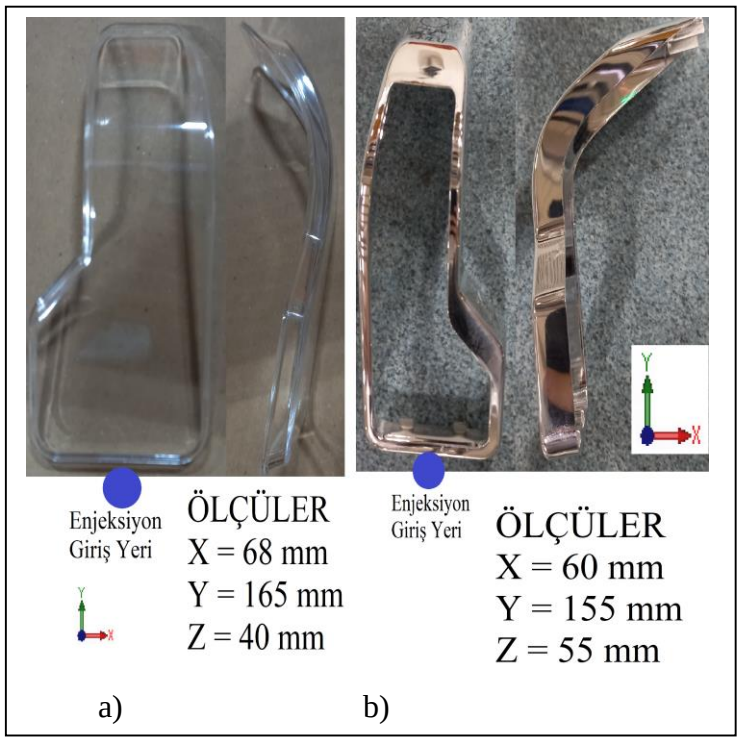
5.2. İyonik deşarj ve yüzey pürüzlülüğünün kaplama yapışmasına etkisi

Düşük sıcaklıkta yapılan kaplamalarda plastik ürün ve kaplama malzemesinin birbirine yapışması temel problemlerdendir. Bu yöntemde bu sorunu çözmek için buharlaşma öncesinde plastik parçalara iyonik deşarj uygulanmaktadır. Bu proseste plastik ürünlerin bulunduğu vakum altındaki kapalı bir odaya yüksek gerilim ve akım uygulanmaktadır. Bu sayede plastikler hem yüklenmekte, hem de yüzey pürüzlülük değerleri değişmektedir. Bu

çalışmada farklı voltaj ve sürelerde gerçekleştirilen iyonik deşarj prosesinin, plastik üründeki yüzey pürüzlülük değişimi ölçülmüştür. Daha sonra yüklenmiş ve yükleri alınmış plastiklere yapılan alüminyum kaplamanın STM D 3359-87 standardına göre yapışma performansları kıyaslanmıştır. Bu sayede yüzey pürüzlülüğünün ve yüklenmenin yapışmaya olan etkisi araştırılmıştır.

Çalışmada önce plastik ürünlere iyonik deşarj uygulanmış, daha sonra yüzey pürüzlülük değerlerindeki değişim gözlemlenmiştir. Daha sonra bu parçalara kaplama yapılarak yapışma performansları kıyaslanmıştır. Bu sayede yüzey pürüzlülüğünün yapışmaya olan etkisi ölçülmüştür. Daha sonra bu ürünlere iyonik deşarj ve kaplama birlikte yapılmıştır. Ardından ürünlere yapışma testi yapılarak performansları gözlemlenmiştir. Bu sayede iyonik deşarj esnasında oluşan yüklenmenin çapraz kesik test performansına olan etkisi gözlemlenmiştir.

Deneyde geometrileri birbirine benzeyen polikarbonat (PC) ve polimetil metakrilat (PMMA) hammaddelerden enjeksiyonu yapılan 2 tane ürün seçilmiştir. Ürün görselleri Resim 5.1.'de verilmiştir.



Resim 5.1. Kaplama yapılacak malzemeler a) PMMA b) PC

Yapılan iyonik deşarj ve kaplama prosesleri Çizelge 5.1.'de verilmiştir.

Çizelge 5.1. İyonik deşarj prosesinde parametreler ve seviyeleri

Parametreler	Seviyeler		
	1	2	3
Voltaj (V)	700	1400	2250
Süre (s)	100	300	600

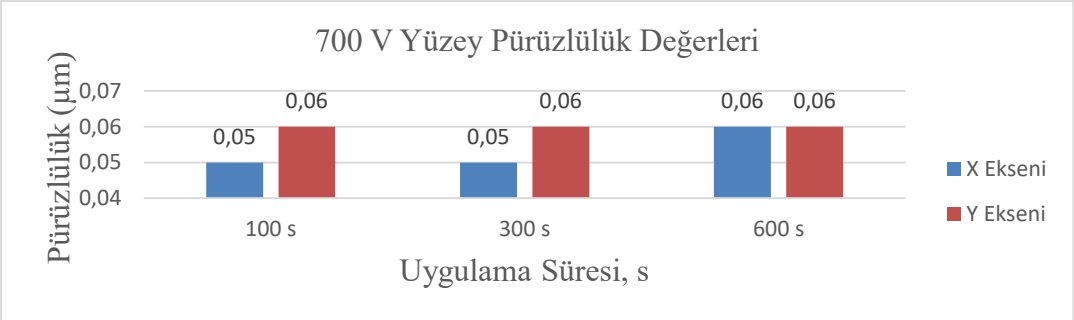
Yüzey pürüzlülüğünü etkileyen etmenler iyonik deşarjda uygulanan gerilim ve bu gerilimin uygulanma süresidir. Bu nedenle deney için 700, 1400 ve 2250 Voltaj gerilimleri ve 100, 300 ve 600 s. işlem süreleri seçilmiştir. İyonik deşarjın ardından ürünlerde yatay ve dikey olarak yüzey pürüzlülük ölçümleri yapılarak Çizelge 5.2'de sonuçlar paylaşılmıştır. Bu değerler sırasıyla gerilim ve süreler sabit tutularak grafiğe dökülmüştür. Bu grafikler Şekil 5.1 ile Şekil 5.12 arasında paylaşılmıştır.

İyonik deşarjdan sonra ürünlerdeki yüzey pürüzlülük değerleri ölçülmüş ve Çizelge 5.2.'de paylaşılmıştır.

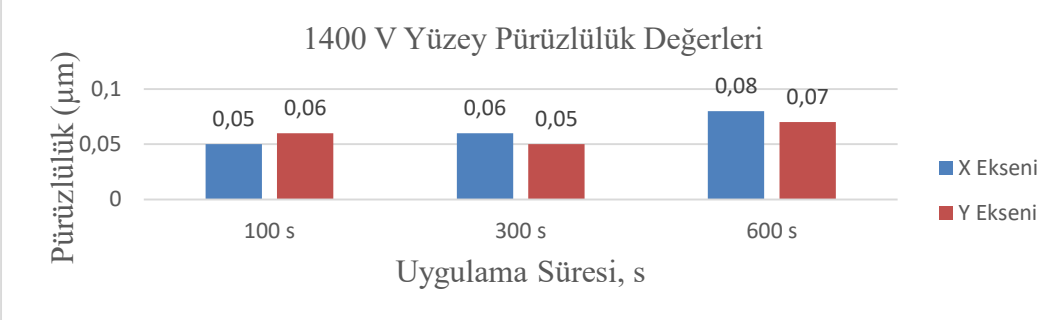
Çizelge 5.2. Kaplanacak plastiklerin yüzey pürüzlülük değerleri tablosu a) PMMA b) PC

a) PMMA Hammaddeli Plastik Ürün Yüzey Pürüzlülük Sonuçları		
	X Ekseni (µm)	Y Ekseni (µm)
İşlem Görmemiş	0,05	0,06
700 V 100 s	0,05	0,06
700 V 300 s	0,05	0,06
700 V 600 s	0,06	0,06
1400 V 100 s	0,05	0,06
1400 V 300 s	0,06	0,05
1400 V 600 s	0,08	0,07
2250 V 100 s	0,05	0,05
2250 V 300 s	0,1	0,1
2250 V 600 s	0,11	0,1

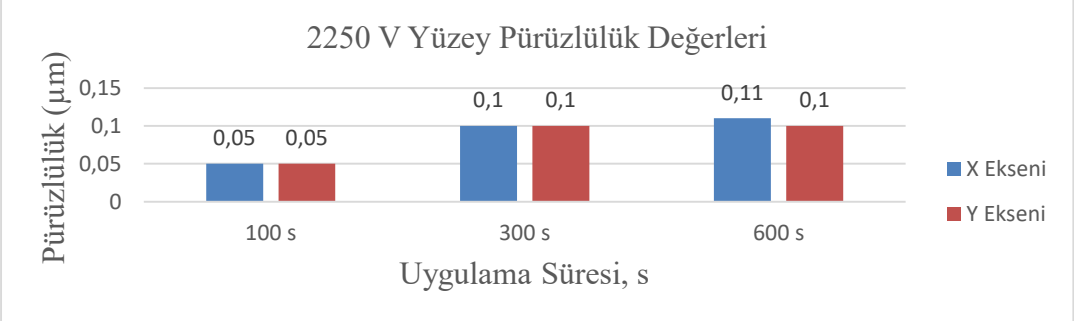
b) PC Hammaddeli Plastik Ürün Yüzey Pürüzlülük Sonuçları		
	X Ekseni (µm)	Y Ekseni (µm)
İşlem Görmemiş	0,05	0,08
700 V 100 s	0,05	0,09
700 V 300 s	0,07	0,07
700 V 600 s	0,09	0,11
1400 V 100 s	0,06	0,08
1400 V 300 s	0,06	0,1
1400 V 600 s	0,07	0,12
2250 V 100 s	0,06	0,07
2250 V 300 s	0,1	0,11
2250 V 600 s	0,11	0,15



Şekil 5.1. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 700 V farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği

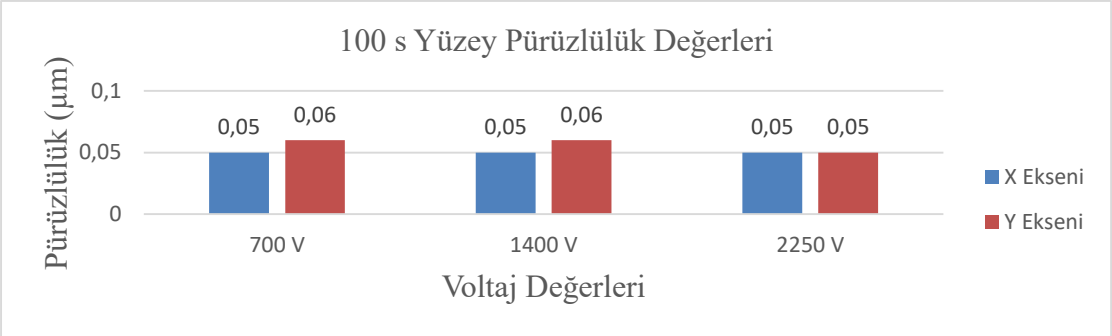


Şekil 5.2. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 1400 V farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği

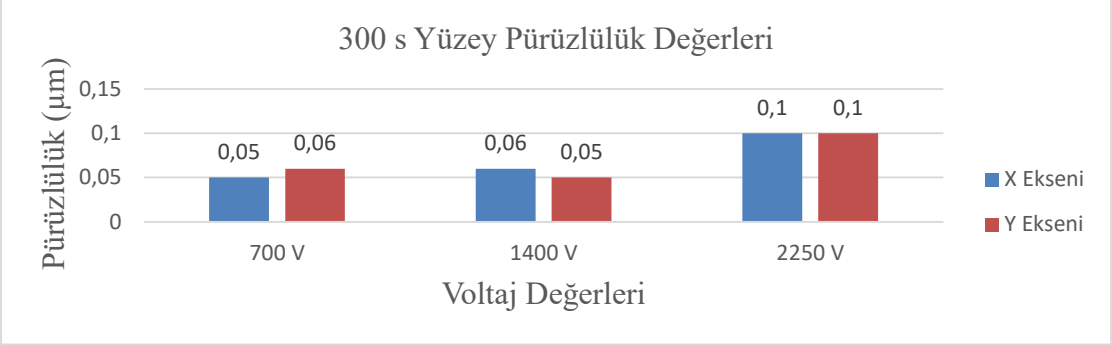


Şekil 5.3. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 2250 V farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği

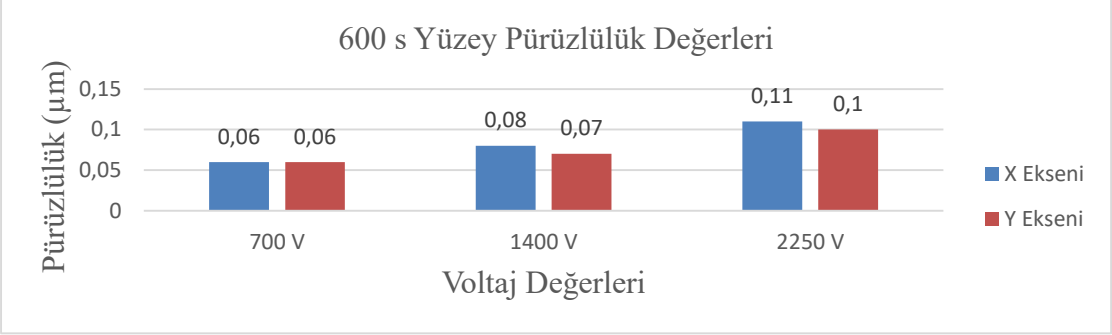
Şekil 5.1'den şekil 5.3'e kadar olan grafiklerde görüldüğü gibi, PMMA hammaddeden yapılmış plastik üründe voltaj süresi arttıkça yüzey pürüzlülük değeri de yükselmiştir. Bunun yanında voltaj değeri arttıkça yüzey pürüzlülük değerinde artış olduğu görülmüştür. Bu sonuçlara göre yüzey pürüzlülüğü en yüksek değer 2250 V ve 600 s de elde edilmiştir.



Şekil 5.4. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 100 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği

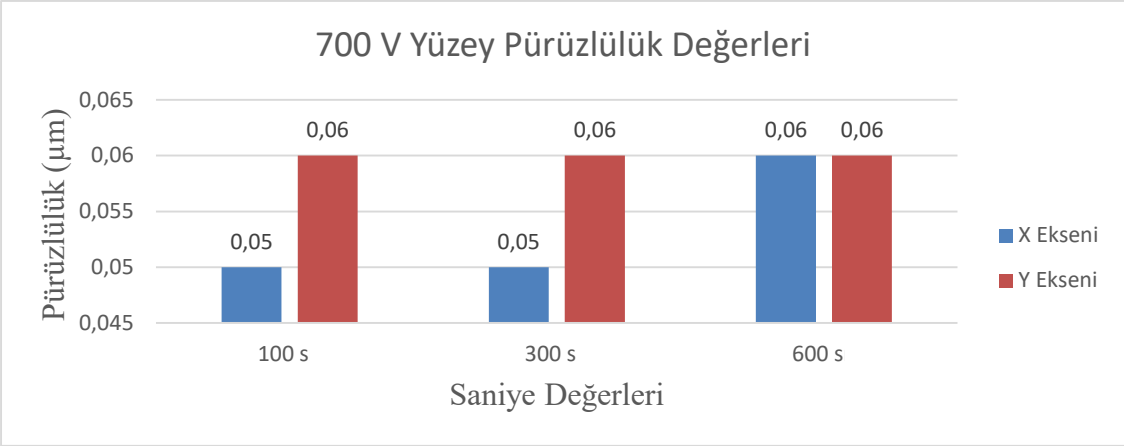


Şekil 5.5. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 300 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği

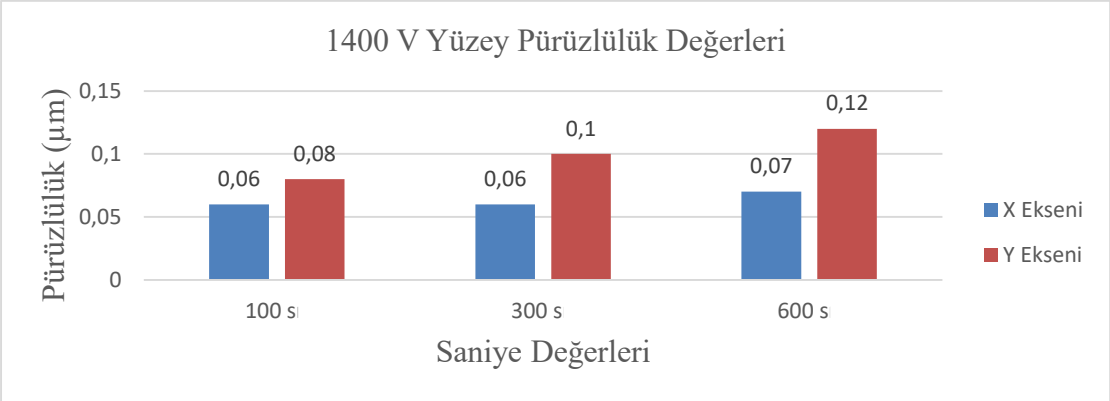


Şekil 5.6. PMMA kaplama yapılacak plastiklerin 600 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği

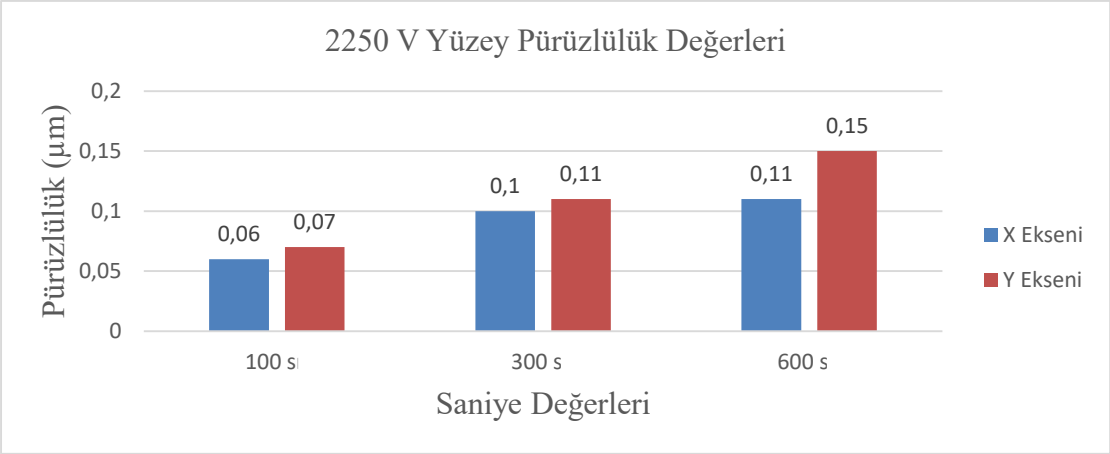
Şekil 5.4'den şekil 5.6'ya kadar olan grafiklerde görüldüğü gibi, PMMA hammaddeden yapılmış plastik üründe voltaj değeri arttıkça yüzey pürüzlülük değeri de yükselmiştir. Bunun yanında voltaj süresi arttıkça yüzey pürüzlülük değerinde artış olduğu görülmüştür. Bu sonuçlara göre yüzey pürüzlülüğü en yüksek değer 2250 V ve 600 s de elde edilmiştir.



Şekil 5.7. PC kaplama yapılacak plastiklerin 700 volt farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği

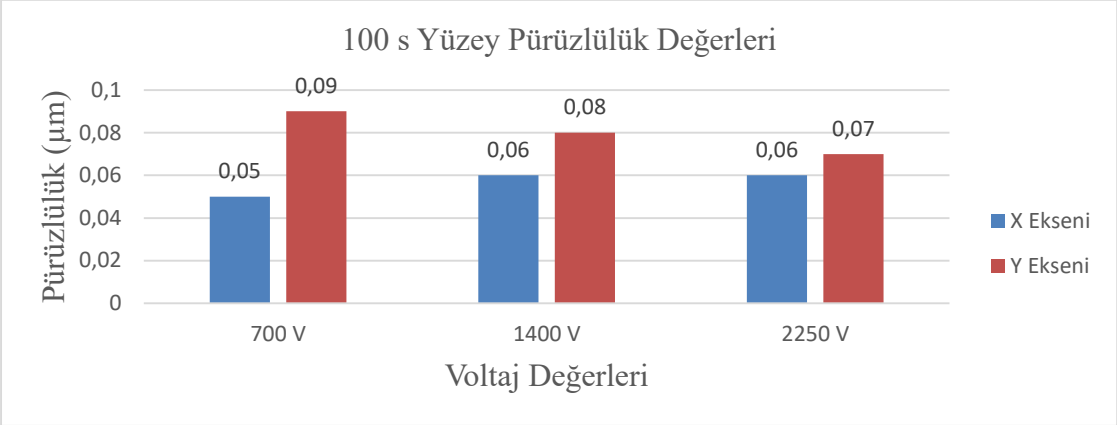


Şekil 5.8. PC kaplama yapılacak plastiklerin 1400 volt farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği

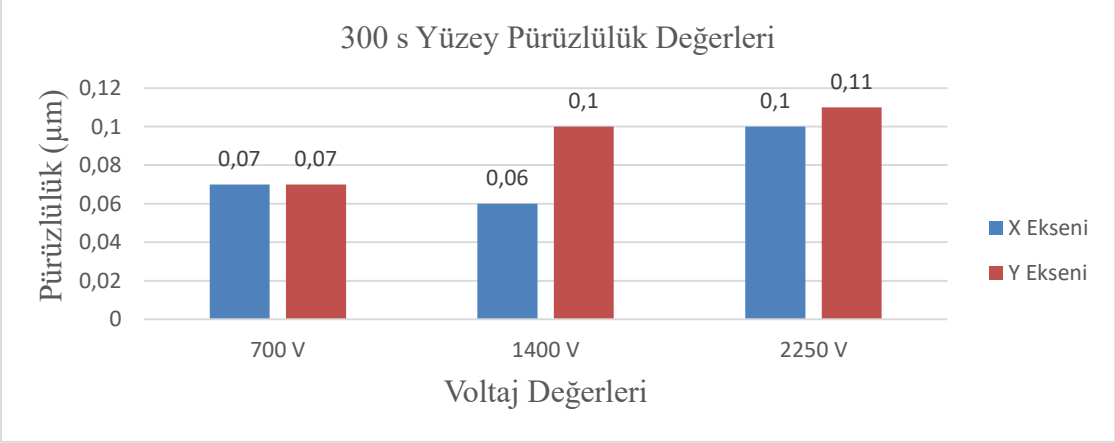


Şekil 5.9. PC kaplama yapılacak plastiklerin 2250 volt farklı sürelerde yüzey pürüzlülüğü değişim grafiği

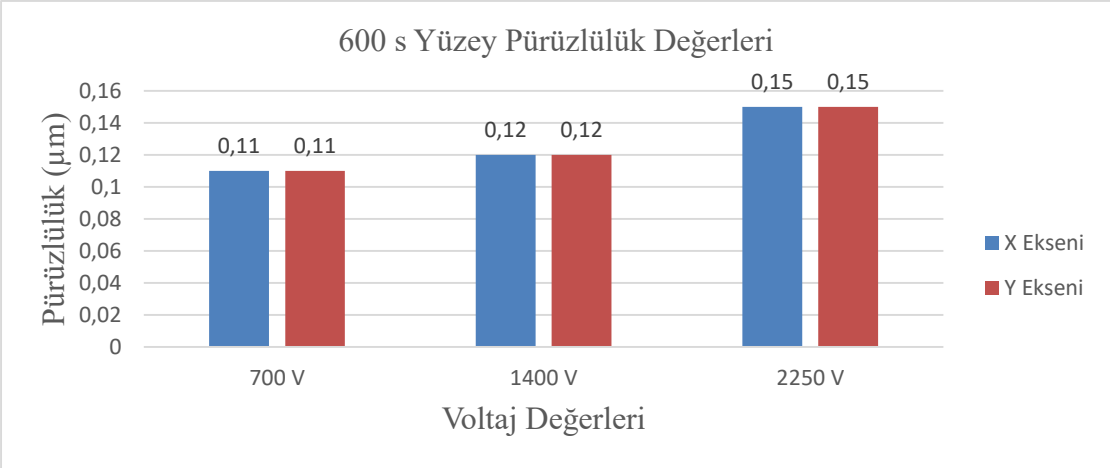
Şekil 5.7'den şekil 5.9'a kadar olan grafiklerde görüldüğü gibi, PC hammaddeden yapılmış plastik üründe voltaj süresi arttıkça yüzey pürüzlülük değeri de yükselmiştir. Bunun yanında voltaj değeri arttıkça yüzey pürüzlülük değerinde artış olduğu görülmüştür. Bu sonuçlara göre yüzey pürüzlülüğü en yüksek değer 2250 V ve 600 s de elde edilmiştir.



Şekil 5.10. PC kaplama yapılacak plastiklerin 100 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülük değişim grafiği



Şekil 5.11. PC kaplama yapılacak plastiklerin 300 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülük değişim grafiği



Şekil 5.12. PC kaplama yapılacak plastiklerin 600 saniye farklı voltajlarda yüzey pürüzlülük değişim grafiği

Şekil 5.10'dan şekil 5.12'ye kadar olan grafiklerde görüldüğü gibi, PC hammaddeden yapılmış plastik üründe voltaj süresi arttıkça yüzey pürüzlülük değeri de yükselmiştir. Bunun yanında voltaj değeri arttıkça yüzey pürüzlülük değerinde artış olduğu görülmüştür. Bu sonuçlara göre yüzey pürüzlülüğü en yüksek değer 2250 V ve 600 s de elde edilmiştir.

Deneyin devamı olarak iyonik deşarj uygulanıp yüzey pürüzlülük değerleri bilinen numunelere alüminyum kaplama yapılmış ve sonuçları ASTM D 3359-87 standardına göre kıyaslanmıştır. Bu kaplamanın çapraz kesik test sonuçları Çizelge5.2.3.'te verilmiştir.

Çizelge 5.3. Kaplama yapılacak plastiklerin yapışma test sonuçları a) PMMA b) PC

a) PMMA Kaplama Kesme Test Sonuçları		
	Sınıfı	Durumu/ Kabul seviyesi
İşlem Görmemiş	0	Ret
700 V 100 s	0	Ret
700 V 300 s	0	Ret
700 V 600 s	0	Ret
1400 V 100 s	0	Ret
1400 V 300 s	0	Ret

b) PC Kaplama Kesme Test Sonuçları		
	Sınıfı	Durumu/ Kabul seviyesi
İşlem Görmemiş	1	Ret
700 V 100 s	2	K1
700 V 300 s	2	K1
700 V 600 s	2	K1
1400 V 100 s	0	Ret
1400 V 300 s	1	Ret

Çizelge 5.3. (devam) Kaplanacak plastiklerin yapışma test sonuçları a) PMMA b) PC

1400 V 600 s	0	Ret
2250 V 100 s	0	Ret
2250 V 300 s	0	Ret
2250 V 600 s	0	Ret

1400 V 600 s	2	K1
2250 V 100 s	0	Ret
2250 V 300 s	1	Ret
2250 V 600 s	3	K1

Yapılan test sonucunda durumu 0 ve 1 çıkan deneyler ret, 2 ve 3 çıkan deneyler testte başarılı olmasa da kriteri düşük olan müşteriler için değerlendirilebilir durumda olarak görüldüğü için 1. Seviye kabül (K1), 4 ve 5 çıkan deneyler uygun anlamında K2 seviye olarak değerlendirilmiştir.

Vakum altındaki kapalı bir odaya iyonik deşarj uygulamanın tek etkisi yüzeyde pürüzlülük değildir. Bunun yanında ürünlerde yüklenme meydana gelmektedir. İlk deneyde bu yüklenme giderildikten sonra kaplama yapıldığı için sadece yüzey pürüzlülüğünün yapışma testine etkisi incelenebilmiştir. Bunun üzerine aynı deney tekrarlanmıştır. Bu sefer iyonik deşarj ve kaplama işlemi birlikte yapılmıştır. Bu numunelere yapılan çapraz kesik test sonuçları çizelge 5.2.4.'te verilmiştir.

Çizelge 5.4. Tekrar deneyi yapışma test sonuçları a) PMMA b) PC

a) PMMA Kaplama Kesme Test Sonuçları		
	Sınıfı	Durumu/ Kabul seviyesi
İşlem Görmemiş	0	Ret
700 V 100 s	0	Ret
700 V 300 s	1	Ret
700 V 600 s	2	K1
1400 V 100 s	2	K1
1400 V 300 s	4	K2

b) PC Kaplama Kesme Test Sonuçları		
	Sınıfı	Durumu/ Kabul seviyesi
İşlem Görmemiş	1	Ret
700 V 100 s	1	Ret
700 V 300 s	2	K1
700 V 600 s	3	K1
1400 V 100 s	2	K1
1400 V 300 s	4	K2

Çizelge 5.4. (devam) Tekrar deneyi yapışma test sonuçları a) PMMA b) PC

1400 V 600 s	4	K2
2250 V 100 s	4	K2
2250 V 300 s	5	K2
2250 V 600 s	5	K2

1400 V 600 s	5	K2
2250 V 100 s	4	K2
2250 V 300 s	5	K2
2250 V 600 s	5	K2

5.3. Farklı plastik malzemelerin kaplama yapışmasına etkisi

Düşük sıcaklıkta yapılan kaplamalarda kaplama yapılacak plastik ve kaplama malzemesinin birbirine yapışması temel problemlerdendir. Kaplama yapılacak plastik malzemenin bu duruma etkisini incelemek için bu deney yapılmıştır. Aynı proses değerleri altında PC, PMMA, teflon ve kestamit malzemelere kaplama yapılmıştır. Bu proseste kaplanacak plastiklerin bulunduğu vakum altındaki kapalı bir odaya yüksek gerilim ve akım uygulanmaktadır. İyonik deşarjın ardından alüminyum kaplama yapılmaktadır. Kaplamanın yapışma performansı STM D 3359-87 standardına göre test edilerek sonuçlar kıyaslanmıştır. Bu sayede plastik hammaddesinin yapışmaya olan etkisi araştırılmıştır.

Deneyde geometrileri birbirine benzeyen polikarbonat (PC), polimetil metakrilat (PMMA), Teflon ve kestamit hammaddelerinden enjeksiyonu yapılan 4 tane ürün seçilmiştir.

Çizelge 5.5. İyonik deşarj prosesinde kullanılan parametreler

Voltaj (V)	650		1400		2650	
Süre (s)	100	250	100	250	100	250

Numunelerin kaplama öncesi yüzey pürüzlülük değerleri Çizelge 5.3'de verilmiştir. Bu numunelere Çizelge 5.3'deki proseslerde kaplama işlemi yapılmıştır. Ardından numunelere yapılan yapışma test sonuçları Çizelge 5.4'te verilmiştir.

Çizelge 5.6. Plastiklerin kaplama öncesi yüzey pürüzlülük değerleri

	Teflon	Kestamid	PMMA	PC
Yüzey Pürüzlülüğü (Ra), µm	0,10	0,15	0,05	0,06

İlk deneyde yüzey pürüzlülüğünün ihmal edilebilir bir etkisi olduğu görüldüğü için bu deneyde yüzey pürüzlülük farkları ihmal edilmiştir.

Çizelge 5.7. Numunelerin yapışma test sonuçları a) Teflon b) Kestamid c) PMMA d) PC

a)	Teflon	
	Sınıfı	Durumu
İşlem Görmemiş	0	Ret
650 V 100 s	0	Ret
650 V 250 s	0	Ret
1400 V 100 s	0	Ret
1400 V 250 s	0	Ret
2650 V 100 s	0	Ret
2650 V 250 s	0	Ret

b)	Kestamid	
	Sınıfı	Durumu
İşlem Görmemiş	0	Ret
650 V 100 s	0	Ret
650 V 250 s	0	Ret
1400 V 100 s	1	Ret
1400 V 250 s	5	K2
2650 V 100 s	5	K2
2650 V 250 s	5	K2

Çizelge 5.7. Numunelerin yapışma test sonuçları a) Teflon b) Kestamid c) PMMA d) PC

c)	PMMA	
	Sınıfı	Durumu
İşlem Görmemiş	0	Ret
650 V 100 s	0	Ret
650 V 250 s	1	Ret
1400 V 100 s	2	K1
1400 V 250 s	4	K2

d)	PC	
	Sınıfı	Durumu
İşlem Görmemiş	1	Ret
650 V 100 s	1	Ret
650 V 250 s	2	K1
1400 V 100 s	2	K1
1400 V 250 s	4	K2

Çizelge 5.7. (devam) Numunelerin yapışma test sonuçları a) Teflon b) Kestamid c) PMMA d) PC

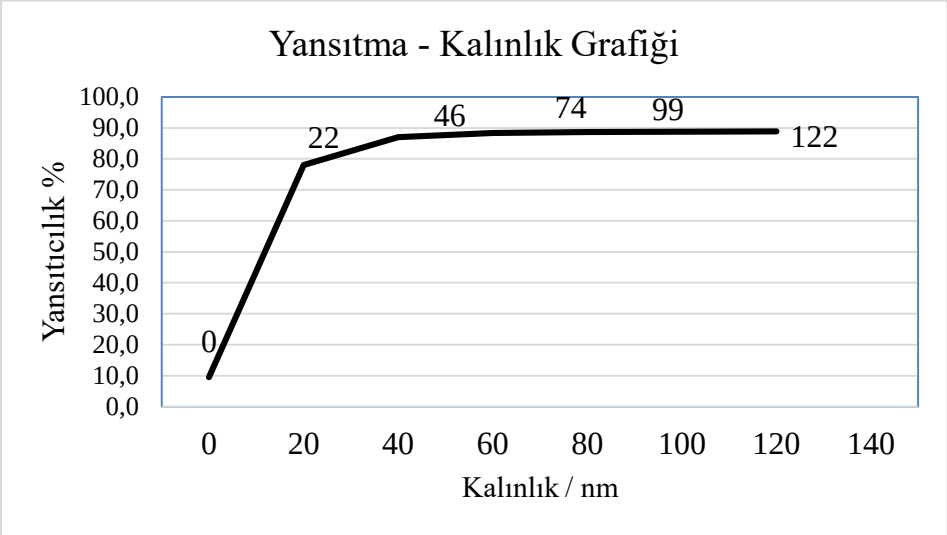
2650 V 100 s	5	K2
2650 V 250 s	5	K2

2650 V 100 s	4	K2
2650 V 250 s	5	K2

Yapılan test sonucunda durumu 0 ve 1 çıkan deneyler ret, 2 ve 3 çıkan deneyler testte başarılı olamasa da kriteri düşük olan durumlar için değerlendirilebilir durumda olarak görüldüğü için K1, 4 ve 5 çıkan deneyler uygun anlamında K2 olarak değerlendirilmiştir.

5.4. Kaplama kalınlığının yapışma performansına etkisi

Düşük sıcaklıkta yapılan kaplamalarda kaplama kalınlığı, yansıtıcılık ve yapışma testi için önemli bir parametredir. Şekil 5.13.'deki yansıtıcılık ve kalınlık grafiğine göre kaplama kalınlığı ile yansıtıcılık arasında ilişki bulunmaktadır. Bu çalışmaya göre 17 cm mesafedeki PC şeffaf hammaddeyi alüminyum ile kaplandığında yansıtıcılık kalınlık grafiği şekil 5.13.'te gösterildiği gibi olmaktadır. İlk başta kaplama kalınlığının artmasıyla birlikte yansıtıcılık artmakta, daha sonra kaplama kalınlığı artsa bile yansıtıcılık sabit kalmaktadır.



Şekil 5.13. Yansıtıcılık ve kalınlık grafiği [41]

Kaplama kalınlığı ile yapışma testi arasındaki ilişkiyi incelemek için bu deneyde ürünler sırasıyla 1, 2, 3 ve 4 kere kaplanmıştır. Bu deneylerde 2,3 ve 4. kaplamalar iyonik deşarjlı ve iyonik deşarjsız olacak şekilde iki grupta yapılmıştır. Burada PC hammaddeden yapılmış kaplamasız plastikler, alüminyum tellere 17 cm mesafede konumlandırılarak kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Şartların Şekil 5.13.'teki grafiğe uygun olması için PC hammadde alüminyum ile kaplanmıştır. Kaplamadan sonra ürünlerin kaplama kalınlıkları ölçülerek yapışma testleri yapılmıştır. Çıkan sonuçlar Çizelge 5.8.'de verilmiştir. Sonuçlar şekil 5.13. ile birleştirilerek yapışma testi ve yansıtıcılık arasındaki ilişki ortaya konmuştur.

Çizelge 5.8. Numunelerin kaplama kalınlık sonuçları a) İyonik deşarj ve buharlaşma, b) Sadece buharlaşma

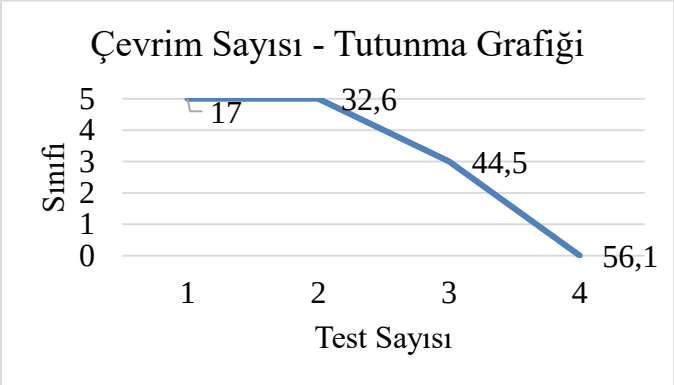
a) İyonik Deşarj + Kaplama	
	Kaplama Kalınlığı
1. çevrim	17,0
2. çevrim	32,6
3. çevrim	44,5
4. çevrim	56,1

b) Sadece Kaplama	
	Kaplama Kalınlığı
1. çevrim	17,0
2. çevrim	31,1
3. çevrim	43,1
4. çevrim	54,3

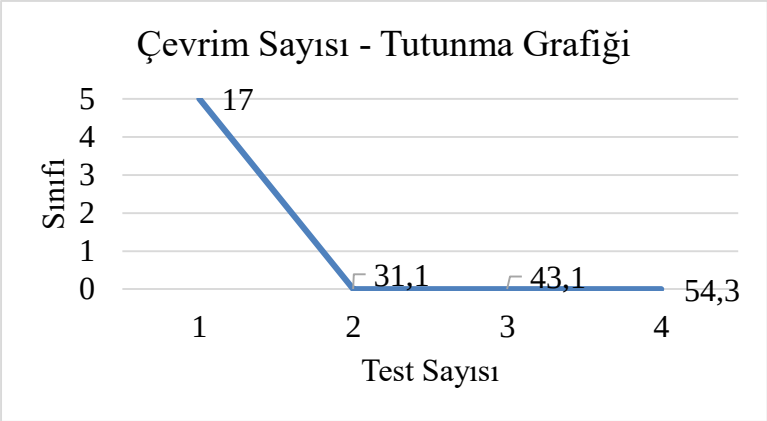
Çizelge 5.9. Numunelerin kaplama kalınlık sonuçları, a) İyonik deşarj ve buharlaşma b) Sadece buharlaşma

İYONİK DEŞARJ + BUHARLAŞMA		
	SINIFI	DURUMU
1. Çevrim	5	K2
2. Çevrim	5	K2
3. Çevrim	3	K1
4. Çevrim	0	Ret

b) SADECE BUHARLAŞMA		
	SINIFI	DURUMU
1. Çevrim	5	K2
2. Çevrim	0	Ret
3. Çevrim	0	Ret
4. Çevrim	0	Ret



Şekil 5.14. İyonik deşarj ve buharlaşma yapılan numunelerin yapışma test performansı



Şekil 5.15. Sadece buharlaşma yapılan numunelerin yapışma test performansı

Yapılan çalışmalara göre iyonik deşarj yapılmayan deneylerde numuneler yapışma testinden geçemezken, iyonik deşarj yapılan numunelerde 3 kere kaplanan numune bile çapraz kesik testinde 3. Seviye olduğu görülmüştür.

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Çalışmamda, farklı plastik ürünlere fiziksel buhar biriktirme yöntemi ile alüminyum kaplama yapılmıştır. Farklı iyonik deşarj ve buharlaşma parametrelerinde hazırlanan ürünlere farklı testler uygulanarak sonuçlar aşağıdaki başlıklarda paylaşılmıştır.

6.1. İyonik deşarj ve yüzey pürüzlülüğünün kaplama yapışmasına etkisi

İyonik deşarjın ardından plastik ürünlerdeki yüzey pürüzlülüğü sonuçlarına göre 2 farklı hammaddeden üretilen malzemeye aynı proseslerde uygulanan iyonik deşarj ile ilgili olarak;

1. 700 volt gerilimde hazırlanan numunenin yüzey pürüzlülüğünde kayda değer bir değişiklik gözlemlenmedi,
2. En fazla değişiklik 600 saniye ve 2250 volt gerilimde hazırlanan numunede tespit edildi,
3. Aynı voltajda hazırlanan numunelerin işlem süreleri arttıkça yüzey pürüzlülük değerlerindeki değişim de arttı,
4. Aynı proseslerde hazırlanan PMMA ve PC hammadde numunelerinin yüzey pürüzlülük değişim oranları birbirinden farklı çıktı.

Yüklenmesi alınan ürünlerin çapraz kesik test sonuçları ile ilgili olarak;

1. PMMA hammaddeden yapılan numuneler genel anlamda yapışma testinden başarısız oldu.
2. PC hammaddeden yapılan numuneler, PMMA hammaddesine göre daha başarılı olmasına rağmen istenen yapışmayı sağlayamadı.
3. Yüzey pürüzlülük değeri çapraz kesik test sonucuna etki etmesine rağmen büyük bir değişiklik gözlemlenmedi.

Testin tekrarlanıp iyonik deşarj ve kaplamanın birlikte yapıldığı deney ile ilgili olarak;

1. Yüklenmenin etkisinin, yüzey pürüzlülüğüne göre daha etkili olduğu görüldü.
2. İyonik deşarjın, PC hammaddeden yapılan ürünlerde daha etkili olduğu görüldü.

3. PC hammaddeden yapılan numunelerde hemen hemen tüm gerilim ve sürelerde yapışma sağlanmışken PMMA hammaddede sadece 2250 V ve 300 s ve üzeri sürelerde yapışma sağlandı.
4. Plastik ürün ve kaplama malzemesinin birbirine uyumu, iyonik deşarj gibi ön hazırlık sürecine verdiği tepki, yapışmanın sağlamlığı için önemli bir kriterdir. Bu nedenle tasarım aşamasında malzeme seçimi yapılırken bu kritre dikkat edilmesi, yapılacak kaplamaya uygun polimerin ve prosesin seçilmesi önemlidir.

6.2. Farklı plastik malzemelerin kaplama yapışmasına etkisi

1. Teflon numuneye yapılan deneylerde hiçbir proseste yapışma testinden uygun sonuç alınamamıştır. Bu yöntemde alüminyum kaplama yapılacak parçaların uzun ömürlü olması için bu hammaddeden seçilmemesi gerekmektedir.
2. Kestamit numuneye yapılan deneylerde 1400 Volt 250 Saniye ve 2650 Volt proseslerinde yapışma testinden geçmiştir. Bu yöntemle alüminyum kaplama yapılacak parçaların kestamitten seçilmesi, kaplama proses süresi uzun olacağı için maliyetli olacaktır.
3. PMMA numuneye yapılan deneylerde 1400 Volt ve üzerindeki değerlerde yapışma testinden geçmektedir. Birinci deneyde çıkan sonuca göre iyonik deşarj bu malzemenin yapışma testinde önemli bir etki yapmaktadır. Üretim esnasında bu proseste yaşanabilecek olası hatalar uygunsuz ürüne neden olabileceği için risk barındırmaktadır, ancak sonuç uygundur.
4. PC numuneye yapılan deneylerde 650 Volt 250 s ve daha yüksek değerlerde yapışma testinden geçmektedir. Deneydeki yapışma testinde en iyi sonuç veren hammadde PC hammadde olmuştur.

6.3. Kaplama kalınlığının yapışma performansına etkisi

1. Yansıtıcılığın belli bir kaplama kalınlığına (22 nm) gelinceye kadar büyük bir farkla arttığını, ardından kaplama kalınlığı artırılsa da yansıtıcılığın çok değişmediği görülmektedir.
2. Numunelerin yapışma test performansları incelendiğinde yaklaşık 40 nm’den sonra testten geçemedikleri görülmektedir. Bu nedenle dekoratif kaplamalarda fiziksel buhar

biriktirme yöntemiyle yapılan alüminyum kaplamalarda 40 nm kaplama kalınlığının üzerine çıkılması, yapışma testi açısından soruna neden olacağı için uygun görülmemiştir. Bu deney ilgili yöntem ve proseste yapılmıştır. Farklı proses ve yöntemlerde sonuç farklı çıkabilir.

3. Sadece buharlaşma yapılan numunelerin yapışma test performansları incelendiğinde her çevrimde iyonik deşarj prosesinin yapılmasının önemi görülmektedir.

4. İyonik deşarj ön işleminin yapıldığı ve yapılmadığı iki deney kıyaslandığında her iki deneyde de kaplama kalınlığının artmakta olmasıyla beraber artış miktarlarının farklı olduğu, iyonik deşarjlı proseste kaplama kalınlığının daha yüksek olduğu görülmüştür.

5. Deneylerde görüldüğü üzere çevrim sayısı ile kaplama kalınlığı arasında bir bağ olduğu, kaplama kalınlığı arttıkça kalınlığın artma oranının düştüğü görülmüştür.

KAYNAKLAR

1. Bayraktaroğlu, D. (2007). *Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemiyle Polimer Malzemeleri SiC ile Kaplanması*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 1-16.

2. Öncel, S. (2002). *Katodik Ark FBB Yöntemi ile Dekoratif Amaçlı Cr-O-N Kaplamaların Üretilmesi*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 1-44.

3. Çalışkan, M. (2005). *Katodik Ark Pvd Yöntemiyle ZrN ve Zr/ZrN Kaplamaların Biriktirilmesi.* Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 1-70.

4. Öztop, E. (2006). *Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi İle Kaplanan Polimer Malzemelerin Özellikleri*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 1-46.

5. İnçal, E. (2007). *Pvd Yöntemi İle Kaplanan Hss Takım Çeliklerinin Karakterizasyonu ve Aşınma Dayanımının İncelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 1-49.

6. Dinç, M. (2010). *Hss (Yüksek Hız Çeliği) Çeliklerinin Pvd (Fiziksel Buhar Biriktirme) Yöntemiyle AlTiN Kaplanması*. Yüksek Lisans Tezi, Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne, 1-40.

7. Akbal, T. (2014). *Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD) Yöntemiyle Yapılan Alüminyum Krom Nitrür (AlCrN) İnce Film Kaplamaların Üretimi ve Karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 1-50.

8. Mkaddem, A., Soussia, A. B. and El Mansori, M. (2013). Wear resistance of CVD and PVD multilayer coatings when dry cutting fiber reinforced polymers (FRP), *Wear*, 8(1-2), 946–954.

9. Milde, F., Goedicke, K. and Fahland, M. (1996). Adhesion behavior of PVD coatings on ECR plasma and ion beam treated polymer films, *Solid Films*, 27 (1-2), 169-173.

10. Çelikel T. (2020). *Katodik Ark FBB Yöntemi Kullanılarak Çelik Yüzeylerin Alüminyumlanması*. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 1-42.

11. Boynueyri D. (2019). *PVD Yöntemi ile İnce Kaplanmış Kesici Takımların Mikro Ölçekli Aşınma Testi ile Aşınma Dayanımının Belirlenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Bartın Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 1-83.

12. Zarka M., Dikici B., Niinomi M., Ezirmik K. V., Nakai M. and Yilmazer H. (2021). A Systematic Study of β-type Ti-Based PVD Coatings on Magnesium for Biomedical Application. *Vacuum*, 183 (1-2), 109850, 183-193.

13. Cicek H., Efeoglu İ., Totik Y., Ezirmik K. V. and Arslan E. (2015). A Low Temperature in-suti Crystalline TiNi Shape Memory Thin Film Deposited by Magnetron Sputtering,28, *Surface & Coating Technology*, 28(1-2), 90-93.

14. Bolot R., Aussavy D. and Montavon G. (2017). Application of FEM to Estimate Thermo-Mechanical Properties of Plasma Sprayed Composite Coatings, *Coatings*, 7(7), 1-10.

15. Ganesan A., Yamada M. and Fukumoto M. (2013). Cold Spray Coating Deposition Mechanism on the Thermoplastic and Thermosetting Polymer Substrates, *Journal of Thermal Spray Technology*, 22(8), 1275-1281.

16. Öztürk A., Ezirmik K. V., Kazmanlı K., Ürgen M., Eryılmaz O. L. and Erdemir A. (2007). Comparative Tribological Behaviors of TiN–, CrN– and MoN–Cu Nanocomposite Coatings, *Tribology International*, 3(1-2) ,49–59.

17. Śliva A., Kwaśny W., Sitek W., Bonek M. (2016). Computer Simulation of the Relationship Between Selected Properties of PVD Coatings, *Archives of Metallurgy and Materials*, 61(2), 481–484.

18. Hoche H., Groß S. and Oechsner M. (2014). Development of New PVD Coatings for Magnesium Alloys With Improved Corrosion Properties, *Surface & Coatings Technology*, 25(9), 102–108.

19. Mubarak A., Akhter P., Hamzah E., Toff M. R. H. M. and Qazi I. A. (2007). Effect of Coating Thickness on the Properties of TiN Coatings Deposited on Tool Steels Using Cathodic arc PVD Technique, *Surface Review and Letters*, 15(04), 401–410.

20. Skordaris G., Bouzakis K. D., Kotsanis T., Charalampous P., Bouzakis E., Breidenstein B., Bergmann B. and Denkena B. (2016). Effect of PVD Film's Residual Stresses on Their Mechanical Properties, Brittleness, Adhesion and Cutting Performance of Coated Tools, *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, 18(1-2), 145–151.

21. Silva F., Martinho R., Andrade M., Baptista A., Alexandre R. (2017). Improving the Wear Resistance of Moulds For the Injection of Glass Fibre-Reinforced Plastics Using PVD Coatings: A Comparative Study, *Coatings*, 7(28), 1-11.

22. Nagy P., Rohbeck N., Roussely G., Sortais P., Lábár J.L., Gubicza J., Michler J. and Pethö L. (2020). Processing and Characterization of a Multibeam Sputtered Nanocrystalline CoCrFeNi High-Entropy Alloy Film, *Surface & Coatings Technology*, 38(6), 1-8.

23. Keleşoğlu E. (2011). *Sert Kaplamalar Üretim Teknikleri ve Özellikleri* (Birinci Baskı), İzmir:Ege Basım, 1-121.

24. Mattox D. M. (2010). *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing* (Second Edition), Oxford:Elsevier Inc, 333-390.

25. Martin P. M. (2005). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings* (Third Edition), Oxford:Elsevier Inc, 554-620.

26. Pinto G., Silva F.J.G., Porteiro J., MiguezJ.L., Baptista A. and Fernandes L. (2018). A critical review on the numerical simulation related to physical vapour deposition, *28 th International Conference on Flexible Automation and Intelligent Manufacturing*, 3(2), 860-869.

27. Donald, M. (1994). Vacuum Evaporation: Vaporization Sources, Educational Guide to Vacuum Deposition Technology, *Society of Vacuum Coaters*, 184-193.

28. Movchan B. A. and Demchishin A. V. (1969). *Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminum oxide and zirconium oxide, Phys. Met. Metalogr.*, Physical Metal Alloved., 8(2), 653-660.

29. Thornton J. A. (1977). *High rate thick film growth*, Annual Review of Material Science, 7(1-2), 239 - 260.

30. Messier R., Giri A. P. and Roy R. A. (1984). Revised structure zone model for thin film physical structure, *Journal of Vacuum Science & Technology*, 2(2), 76-85.

31. Howard J. K. (1986). Thin films for magnetic recording technology: a review, *Journal of Vacuum Science & Technology*, 4(1), 25-41.

32. Futamoto M., Honds Y., Kakibayashi H., Shimotsu T. and Uesaka Y. (1985). Microstructure of CoCr thin films prepared by sputtering, *The Japan Society of Applied Physics*, 24(6), 24-32.

33. Hawkeye M. M. and Brett M. J. (2007). Glancing angle deposition : fabrication, properties, and applications, *Journal of Vacuum Science & Technology*, 25(5), 124 – 132.

34. Springer R. W., Ott N. L. and Catlett D. S. (1979). Effect of periodic chemical variations on the mechanical properties of Ta foils, *Journal of Vacuum Science & Technology*, 16(3), 572 – 585.

35. Hsieh E. J., Price C. W., Pierce E. L. and Wirtenson R. G. (1990), Effects of nitrogen pulsing on sputter-deposited beryllium films, *Journal of Vacuum Science & Technology*, 8(3), 170 – 185.

36. Holman W. R. and Huegel F. J. (1967), *CVD tungsten and tungsten-rhenium alloys for structural applications : part I – process development*, Proceedings of the Conference on Chemical Vapor Deposition of Refractory Metals, Alloys and Compounds, American Nuclear Society, 127 – 148.

37. Arendt P. P., Reeves G. A., Cordi R. C., McCreary A. J. and Springer R. W. (1988), Pinhole-free aluminum foils, *Journal of Vacuum Science & Technology*, 6(3), 1774 – 1775.

38. Kheyrandish H., Colligon J.S., Kim J.K. (1994), Effects of deposition parameters on the microstructure of ion beam assisted deposition of TiN films, *Journal of Vacuum Science & Technology*, 12(5), 210 – 225.

39. Benhenda S., Guglielmacci J. M., Gilleti M., Hultman L. and Sundgren J.E. (1989), Effect of substrate bias on the properties of TiN films grown by reactive magnetron sputtering onto copper substrates, *Applied Surface Science*, 40(1-2), 121 – 128.

40. ASTM Designation D 3359 – 97, 2017. Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test, American Society For Testing And Materials, Philadelphia.

41. Arzuffi Metallization Training For Am / Kw Vacuum Equipment (2004), Arzuffi High Vacuum Systems.



GAZİ GELECEKTİR...