

INCONEL 718 SÜPERALAŞIMININ PVD YÖNTEMİ İLE AITIN VE CrN KAPLANMASI VE KARAKTERİZE EDİLMESİ

Elif Selen ATMACA

YÜKSEK LİSANS TEZİ METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

NİSAN 2015

Elif Selen ATMACA tarafından hazırlanan INCONEL 718 SÜPERALAŞIMININ PVD YÖNTEMİ İLE AlTIN VE CrN KAPLANMASI VE KARAKTERİZE EDİLMESİ'' adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği' nde YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Prof. Dr. Adem KURT

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği., Gazi Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum

.....

.....

.....

Başkan : Prof. Dr. Şükrü TALAŞ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği., Afyon Kocatepe Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum

Üye : Prof. Dr. Halil ARIK

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği., Gazi Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum

Üye : Doç. Dr. Abdülkadir GÜLLÜ

İmalat Mühendisliği, Gazi Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum

Üye: Doç. Dr. Haluk KORALAY

Fizik Bölümü, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum

Tez Savunma Tarihi: 16/04/2015

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Yüksek Lisans Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

.....

Prof. Dr. Şeref SAĞIROĞLU

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

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.

Elif Selen ATMACA 28.04.2015

INCONEL 718 SÜPERALAŞIM MALZEMENİN PVD YÖNTEMİ İLE AITIN VE CrN KAPLANMASI VE KARAKTERİZE EDİLMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Elif Selen ATMACA

GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Nisan 2015

ÖZET

Bu calısmada Inconel 718 süperalasım malzeme filtresiz katodik ark PVD yöntemi kullanılarak iki katman halinde 4 µm AlTiN ve iki katman halinde 8 µm kalınlığında CrN ile kaplanmışlardır. Kaplanmış numuneler kaplama tabakalarının oksitlenme sıcaklığı altında, oksitlenme sıcaklığında ve oksitlenme sıcaklığı üzerindeki sıcaklıklarda 90 dakika ısıl işleme tabi tutulmuştur. Numunelerin kaplama öncesi ve sonrası yüzey pürüzlülük değerleri, ısıl işlem sonrası mikro ve makro sertlik değerleri ölçülmüş ve optik ve SEM'de mikro yapısal incelemeler yapılmıştır. Isıl işleme bağlı kaplama tabakasından altlık malzemeye ve altlık malzemeden kaplama tabakasına element difüzyonu ölçülmüştür. Ayrıca XRD çalışmaları ile ısıl işlemle kaplama tabasındaki faz değişimleri belirlenmiştir. Numunelerin elektriksel iletkenlikleri ölçülerek kaplamalara uygulanan ısıl islemin elektriksel iletkenlige etkileri araştırılmıştır. Yapılan ısıl işlemin AlTiN kaplamaların yüzey pürüzlülüğünü oksitlenme sıcaklığının üzerindeki sıcaklıkta, başlangıç değerine göre arttığı, CrN kaplanmış numunelerde oksitlenme sıcaklığının üzerindeki sıcaklıkta, azaldığı görülmüştür. İsil işlem sıcaklığındaki artışa bağlı olarak, altlık malzemeye AlTiN kaplamalarda Al ve Ti difüzyonu; CrN kaplamalarda ise Cr difüzyonu görülürken; her iki tip kaplamada da altlık malzemeden kaplama tabakaları yönünde Ni difüzyonu olduğu görülmüştür. İsil islem sıcaklığının artmasına bağlı olarak altlık malzemede Nb, Ni esaslı çökeltilerin boyutlarında ve tavlama ikizlenmeleri miktarında artış, tane boyutunda azalma görülmüştür. İsil işlem sıcaklığının artmasına bağlı olarak AlTiN kaplamaların mikrosertlik değerlerinde azalma, CrN kaplamaların mikrosertlik değerlerinde ise artma meydana gelmiştir. Inconel 718 süperalaşımının makrosertlik değeri 800°C'ye kadar artış gösterirken, bu sıcaklıktan sonra yaklaşık % 19,59 oranında azalma göstermiştir. AlTiN kaplama, oksitlenme sıcaklığının üzerinde yapılan ısıl işlem sonucunda spinodal ayrışma meydana getirerek kübik AlN ve kübik TiN fazları oluşturmuştur. CrN kaplama ise ısıl işlem sıcaklığının artmasına bağlı olarak Cr₂O ve Cr₂O₃ fazları meydana getirmiştir. AlTiN kaplamaların oda sıcaklığındaki özdirençleri ısıl işlem sıcaklığındaki artışa bağlı olarak azalmakta iken, 900 °C' de yapılan ısıl işlemde numune yalıtkan hale gelmiştir. CrN kaplamalarda ise oda sıcaklığındaki özdirençleri ısıl işlem sıcaklığındaki artışa bağlı olarak azalırken, 800 °C' de yapılan ısıl işlem sonrasında ise numune halen iletken durumdadır.

Bilim Kodu	:	915. 1. 092
Anahtar Kelimeler	:	Inconel 718, PVD, AlTiN, CrN, Kaplama
Sayfa Adedi	:	135
Danışman	:	Prof. Dr. Adem KURT

CHARACTERIZATION OF AITIN AND CrN COATINGS DEPOSITED BY PVD ON INCONEL 718 MATERIAL

(M. Sc. Thesis)

Elif Selen ATMACA

GAZİ UNIVERSITY GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES April 2015

ABSTRACT

In this study two layers – approximately 4 µm AlTiN and two layers – approximately 8 µm CrN coatings were deposited by unfiltered cathodic arc PVD on the Inconel 718 superalloy material. Coated samples are annealed at below, on and above the oxidation temperature of coating layers for 90 minutes in atmospheric environment. Surface roughness values are measured before and after annealing process. Micro and macro hardness values measurings, optical and SEM analysis are performed. According to the thermal process, element diffusions from the coating layer to substrate and element diffusions from the substrate to coating layer are quantified. Additionally, phase changes depend on the annealing process are determined with XRD analysis. Electrical resistivities of the samples are tested to investigate the effect of thermal process. At the end of the study, it was seen that annealing above the oxidation temperature of AlTiN coating, surface roughness value increased according to the initial value, but annealing above the oxidation temperature of CrN coating, surface roughness value decreased according to the initial value. Depending upon increasing the anneal temperature Al and Ti diffusion toward the substrate was observed in AlTiN coatings. In addition to this, Cr diffusion toward to the substrate was observed in CrN coatings. Ni diffusion monitored from the substrate to coating layers in all specimens. Nb and Ni based precipitate sizes, quantity of annealing twins increased and grain size decreased according to the increased annealing temperature. In AlTiN coatings' microhardness values decreased while CrN coatings' microhardness values increased according to the increased annealing temperature. Macrohardness values of Inconel 718 increased until the 800 °C annealing temperature, but after this temperature macrohardness value decreased almost in the ratio of 19,59 %. After annealing below the oxidation temperature of AlTiN, as a result of spinodal decomposition, c - AlN and c -TiN phases observed. In CrN coatings Cr₂O and Cr₂O₃ phases occurred while increasing of anneal temperature. As the room temperature resistivity of AlTiN decreased correspondingly increased anneal temperature, but the specimen which is annealed at 900 °C became dielectric. In CrN coatings, room temperature resistivity decreased until 800 °C according to annealing temperature, but these specimens sustain their conductivity.

Science Code: 915.1.092Key Words: Inconel 718, PVD, AlTiN, CrN, CoatingPage Number: 135Supervisor: Prof. Dr. Adem KURT

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam süresince bilgisini, desteğini ve tecrübesini hiç esirgemeyen değerli danışman hocam Prof. Dr. Adem KURT' a teşekkür eder, saygılarımı sunarım. Kullandığım malzemelerin temininde ve hazırlanmasında katkısı olan Yrd. Doç. Dr. Uğur ARABACI, "Teknikel CNC Savunma Metal Kalıp San. Tic. Ltd. Şti." sahibi Abdurrahman KELEŞ'e, kaplamaların yapılmasında ilgisini ve desteğini eksik etmeyen "Titanit Ultra Sert Kaplamalar San. ve Tic. Ltd. Şti." firmasına, Operasyon & AR-GE Müdürü Onur GÖZ'e, yaptığım analizlerde destek olan "Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi" müdürü Prof. Dr. Süleyman ÖZÇELİK ve ekibine, Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Doç. Dr. Haluk KORALAY' a teşekkür ederim. SEM analizlerinde yardımlarını esirgemeyen Sayın Uzman Dr. Meryem POLAT, araştırma görevlisi arkadaşlarım İrem Burcu ALGAN ve Yasemin AKSU' ya teşekkür ederim. Ayrıca hayatımın her döneminde yanımda olup, maddi ve manevi hiçbir desteğini, ilgisini ve sabrını hiç esirgemeyen aileme şükranlarımı sunarım.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	X
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xi
RESİMLERİN LİSTESİ	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR	xvii
1. GİRİŞ	1
2. SÜPERALAŞIM MALZEMELER	5
2.1. Süperalaşımların Sınıflandırılması	9
2.1.1. Nikel esaslı süperalaşımlar	9
2.1.2. Demir esaslı süperalaşımlar	23
2.1.3. Kobalt esaslı süperalaşımlar	24
2.2. Süperalaşımların Kullanım Alanları	25
3. SÜPERALAŞIMLARA UYGULANAN KAPLAMALAR	27
3.1. Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) Yöntemi	27
3.2. Termal Sprey Yöntemleri	30
3.2.1. Plazma spreyleme yöntemi	31
3.2.2. HVOF yöntemi	32
3.3. Termal Bariyer Kaplama (TBC) Sistemi	33

	3.4. PVD Kaplama Yöntemleri	35
	3.4.1. Buharlaştırma teknikleri	36
	3.4.2. Sıçratma teknikleri	46
	3.4.3.PVD yöntemi kullanılarak üretilen çeşitli kaplamalar	49
4.	KAPLAMA OLUŞUMU VE YAPISI	55
	4.1.Kaplamaların Oluşma Ve Büyüme Mekanizmaları	55
	4.1.1. Adsorbsiyon	56
	4.1.2.Yüzey difüzyonu	57
	4.1.3. Çekirdeklenme ve çekirdek büyümesi	58
	4.1.4. Kaplamanın büyümesi	60
	4.2. PVD Yönteminde Kaplama Yapısı (Bölge Modelleri)	61
5.	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	65
	5.1.Malzeme ve Metod	65
	5.2.Numunelerin Hazırlanması	65
	5.3.Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümleri	66
	5.4. PVD Kaplama İşlemi	66
	5.5. Kaplanmış Numunelerin Isıl İşlemi	67
	5.6. Mikroyapı İncelemeleri	67
	5.6.1. Optik mikroskop incelemeleri	67
	5.6.2. SEM incelemeleri	68
	5.7. Sertlik Ölçümleri	68
	5.7.1. Mikrosertlik ölçümleri	68
	5.7.2. Makrosertlik ölçümleri	69

5.8. XRD Analizleri	69
5.9. Elektriksel İletkenlik Ölçümleri	69
6. SONUÇLARIN İRDELENMESİ	71
6.1.Yüzey Pürüzlülüğü Sonuçları	71
6.2. Mikroyapı Sonuçları	73
6.2.1. Optik mikroskop sonuçları	74
6.2.2. SEM sonuçları	84
6.3. Sertlik Sonuçları	105
6.3.1. Mikrosertlik sonuçları	105
6.3.2. Makrosertlik sonuçları	112
6.4. XRD Sonuçları	114
6.5. Elektriksel İletkenlik Sonuçları	121
7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	125
KAYNAKLAR	129
ÖZGEÇMİŞ	135

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	ayfa
Çizelge 2.1. Süperalaşımlar içerisinde bulunan başlıca fazlar	5
Çizelge 5.1. Inconel 718 süperalaşımına ait kimyasal kompozisyon	65
Çizelge 5.2. Kaplama parametreleri	66
Çizelge 5.3. Kaplama çeşidine bağlı olarak uygulanan ısıl işlem parametreleri	67
Çizelge 6.1. Ortalama yüzey pürüzlülük değerleri	71
Çizelge 6.2. Çökeltileri oluşturan temel elementlerin kütlece % değerleri ve kristal özellikleri	101
Çizelge 6.3. Belirtilen bölgelerden alının temel elementlerin kütlece % değerleri ve kristal özellikleri	103
Çizelge 6.4. Belirtilen bölgelerden alının temel elementlerin kütlece % değerleri ve kristal özellikleri	104
Çizelge 6.5. Isıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak gözlenen, kaplama tabakalarının % Mn değeri değişimi	109
Çizelge 6.6. AlTiN kaplamaya ait tane boyutu, dislokasyon ve mikrogerilme miktarları	119
Çizelge 6.7. CrN kaplamaya ait tane boyutu, dislokasyon ve mikrogerilme miktarları	120
Çizelge 6.8. AlTiN kaplanmış numunelerin kaplama tabakalarının özdirenç değerleri	121
Çizelge 6.9. CrN kaplanmış numunelerin kaplama tabakalarının özdirenç değerleri	122

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil Sa	yfa
Şekil 2.1. Bazı basit intermetalik kristal yapı ve örnekleri	8
Şekil 2.2. Al – Ni – Ti üçlü faz diyagramının 800°C' de alınan izotermi	11
Şekil 2.3. Ni – Nb elementlerine ait ikili faz diyagramı	12
Şekil 2.4. Inconel 718' e ait Zaman-Sıcaklık-Dönüşüm (ZSD) diyagramı	13
Şekil 2.5. Ni – Cr – Mo elementlerine ait izotermal denge diyagramı	17
Şekil 2.6. Çözeltiye alma sıcaklığına bağlı olarak değişen akma ve üst akma mukavemet değerleri	19
Şekil 2.7. Çözeltiye alma sıcaklığına bağlı olarak değişen akma ve üst akma mukavemetleri	20
Şekil 2.8. Çözeltiye alma sıcaklığındaki değişime bağlı olarak değişen darbe dayanımı	21
Şekil 3.1. CVD yönteminin şematik gösterimi	28
Şekil 3.2. CVD kaplama yönteminde meydana gelen bölgeler	29
Şekil 3.3. Termal spreyleme yönteminin genel şematik gösterimi	31
Şekil 3.4. Plazma sprey yönteminin şematik gösterimi	32
Şekil 3.5. HVOF yönteminin şematik gösterimi	33
Şekil 3.6. TBC yönteminde meydana gelen kaplama tabakaları	33
Şekil 3.7. Fiziksel buhar biriktirme yöntemleri	36
Şekil 3.8. Rezistansla buharlaştırma yönteminin şematik gösterimi	37
Şekil 3.9. Elektron bombardımanıyla buharlaştırma yöntemi	38
Şekil 3.10. Joseph Priestley tarafından 1700' lü yılların ortalarında katodik ark yöntemi ile metal ve oksitlerinin biriktirilmesi	39
Şekil 3.11. Katodik ark buharlaştırma yöntemi	40
Şekil 3.12. Katot yüzeyinde ark nedeniyle meydana gelen ergime ve buharlaşma	41
Şekil 3.13. Makropartiküllerin kaplama tabakasına etkisi	43

Şekil	Sayfa
Şekil 3.14. Diyot sıçratma sistemi a) DC, b) RF	46
Şekil 3.15. Triyot sıçratma sistemi	47
Şekil 3.16. Manyetik alanda sıçratma yöntemi	48
Şekil 3.17. TiN ile kaplanmış malzemeler	50
Şekil 3.18. TiAlN ile kaplanmış kesici takımlar	51
Şekil 3.19. CrN kaplama uygulanmış mamüller	52
Şekil 3.20. ZrN kaplanmış bazı ürünler	53
Şekil 4.1. Adsorbsiyon sürecinin şematik gösterimi	56
Şekil 4.2. Serbest enerjinin çekirdek yarıçapına bağlı olarak değişimi ile kritik çekirdek yarıçapı r* ile buna karşılık gelen kritik serbest enerji değişimi ΔG* değerlerinin şematik olarak gösterimi	59
Şekil 4.3. Çekirdek büyümesi modelleri	60
Şekil 4.4.T / Tm oranının kaplamanın tane büyüklüğüne olan etkisi	61
Şekil 4.5. Gölgelenme etkisi	62
 Şekil 4.6. T / Tm sıcaklığına bağlı olarak oluşabilecek tane yapıları, (a) Rekristalize olan taneler, (b) Tanesel epitaksiyel büyüme başlangıcı, (c) Tane irileşmesi 	64
Şekil 5.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan numunelerin boyutları	66
Şekil 5.2. Optik mikroskop incelemelerinde görüntülerin alındığı bölgeler	68
Şekil 6.1. 4 µm kalınlığındaki AlTiN kaplamaların yüzey pürüzlülük değerlerinin ısıl işlem parametrelerine göre değişimi	72
Şekil 6.2. 8 µm kalınlığındaki CrN kaplamaların yüzey pürüzlülük değerlerinin ısıl işlem parametrelerine göre değişimi	73
Şekil 6.3. Inconel 718 süperalaşımına uygulanan ısıl işlem parametrelerinin şematik gösterimi	80
Şekil 6.4. Isıl işlem sıcaklığına bağlı olarak Nb – Ni esaslı çökeltilerin büyüklüklerinde meydana gelen değişimler	81

Şekil	Sayfa
Şekil 6.5. Isıl işlem sıcaklığına bağlı olarak değişen tane büyüklükleri	. 83
Şekil 6.6. AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak belirlenmiş noktalardan alınan EDS verileri göre Al – Ni oranlarındaki değişim, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune.	. 88
 Şekil 6.7. AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak Ni – Ti oranlarındaki değişim, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune 	. 90
Şekil 6.8. CrN kaplanmış numunelerin ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak belirlenmiş noktalardan alınan EDS verileri göre Ni - Cr oranlarındaki değişim, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune.	. 96
Şekil 6.9. AlTiN kaplı numunelerden alınan sertlik değerleri	. 105
Şekil 6.10. CrN kaplı numunelerden alınan sertlik değerleri	. 108
Şekil 6.11. Ellingham Diyagramı	. 112
Şekil 6.12. Isıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak Inconel 718' deki sertlik değişimi	. 113
Şekil 6.13. AlTiN kaplanmış numunelerin XRD verileri	. 115
Şekil 6.14. Isıl işlem sıcaklığına bağlı olarak (200) düzleminde yönlenmiş olan kübik AlTiN' de meydana gelen değişimler	. 116
Şekil 6.15 CrN kaplanmış numunelerin XRD verileri	. 117
Şekil 6.16. AlTiN kaplamaların ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak tane boyutu ve dislokasyon yoğunluğunun değişimi	. 118
Şekil 6.17. CrN kaplamaların ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak tane boyutu ve dislokasyon yoğunluğunun değişimi	. 119
Şekil 6.18. AlTiN kaplanmış numunelerin kaplama tabakalarının oda sıcaklığındaki özdirenç değerleri	. 121
Şekil 6.19. CrN kaplanmış numunelerin kaplama tabakalarının oda sıcaklığındaki özdirenç değerleri	. 122

Resim	S	ayfa
Resim 2.1.	Inconel 718 TEM karanlık alan görüntüleri (a)Tane sınırlarındaki pinning beyaz noktalar halinde gösterilmiştir, tane içerisindeki beyaz, küçük küresel şekilli γ' çökeltileridir. (b) γ'' çökeltileri	13
Resim 2.2.	Inconel 718' deki Nb ve Ti esaslı iri karbürler	14
Resim 2.3.	M ₆ C tipi karbürler	15
Resim 2.4.	Tane sınırında diyagonal olarak çökelen M ₂₃ C ₆ tipi karbürler	16
Resim 2.5.	M ₅ B ₃ tipi borürler (a) TEM, aydınlık alan görüntüsü, (b) SEM görüntüsü	17
Resim 2.6.	Ni esaslı süperalaşımdaki σ fazı	18
Resim 3.1.	Katodik ark yöntemi yüzey morfolojisi değişimi,(a) Filtreli katodik ark buharlaştırma yöntemi,(b) Filtresiz katodik ark buharlaştırma yöntemi.	44
Resim 6.1.	 AlTiN kaplama tabakasının 20 μm' lik büyütme skalasına sahip optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune 	74
Resim 6.2.	 AlTiN kaplama tabakasının alt bölgesine ait 50 μm' lik optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune 	75
Resim 6.3.	Altlık malzeme olan Inconel 718 bölgesine ait 50 μm' lik optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune	76
Resim 6.4.	CrN kaplama tabakasının 20 μm' lik büyütme skalasına sahip optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune	77
Resim 6.5.	CrN kaplama tabakasının alt bölgesine ait 50 μm' lik optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune	78

Resim

Resim 6.6.	Altlık malzeme olan Inconel 718 bölgesine ait 50 µm' lik optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune	79
Resim 6.7.	Isıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak değişen çökelti boyutları, (a) ısıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de işlem görmüş numune, (e) 900 °C' de işlem görmüş numune	82
Resim 6.8.	AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlemsiz ve ısıl işlem parametrelerine bağlı olarak değişimi, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune	84
Resim 6.9.	AlTiN kaplanmış numunelerde noktasal EDS verilerinin alındığı bölgeler	87
Resim 6.10	 D. CrN kaplanmış numunelerin ısıl işlemsiz ve ısıl işlem parametrelerine bağlı olarak değişimi, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune 	93
Resim 6.11	. CrN kaplanmış numunelerde noktasal EDS verilerinin alındığı bölgeler	95
Resim 6.12	2. Inconel 718 süperalaşımının genel görüntüsü	99
Resim 6.13	8. Inconel 718 alaşımındaki aşırı tane büyümesi	100
Resim 6.14	I. Inconel 718 içerisindeki Ti esaslı çökeltiler	101
Resim 6.15	5. Ti esaslı çökeltiler	102
Resim 6.16	5. Nb esaslı çökeltiler	104
Resim 6.17	 AlTiN ile kaplanmış numunelerin elementel haritalama verileri, (a) ısıl işlemsiz numune, (b) 700 °C ısıl işlemli numune, (c) 800 °C ısıl işlemli numune, (d) 900 °C ısıl işlemli numune 	106
Resim 6.18	 B. CrN ile kaplanmış numunelerin elementel haritalama verileri, (a) ısıl işlemsiz numune, (b) 600 °C ısıl işlemli numune, (c) 700 °C ısıl işlemli numune, (d) 800 °C ısıl işlemli numune 	109

Resim

xvi

Resim 6.19. Inconel 718 malzemeye uygulanan ısıl işlem parametrelerine	
bağlı olarak Ti ve Nb esaslı çökeltilerde meydana gelen değişimler,	
(a) ısıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune,	
(c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem	
görmüş numune, (e) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune	114

SİMGELER VE KISALTMALAR

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

Simgeler	Açıklama
β	Yarı pik genişliği (FWHM)
λ	Dalga boyu
δ	Dislokasyon yoğunluğu
3	Mikrogerilme
Kısaltmalar	Açıklama
Α	Amper
ADF	Atomik dolgu faktörü
APCVD	Termal atmosferik kimyasal buhar biriktirme
APS	Hava plazma sprey
BC	Bağ kaplama (Bond coat)
НМТ	Hacim merkez tetragonal
c – AlN	Kübik Alüminyum Nitrür
CAPS	Atmosfer kontrollü hava plazma sprey
CVD	Kimyasal buhar biriktirme
c – TiN	Kübik Titanyum Nitrür
DC	Doğru akım (Direct current)
dk	Dakika
EB PVD	Elektron ışın fiziksel buhar biriktirme
EDS	Enerji dağılımlı spektrometre
НМК	Hacim merkez kübik
НМТ	Hacim merkez tetragonal
HV	Vickers sertlik değeri

Kısaltmalar	Açıklama	
HVOF	Yüksek hızlı oksi yakıt	
kcal	Kilokalori	
L _c	Örnekleme uzunluğu	
LPCVD	Düşük basınç kimyasal buhar biriktirme	
LPPS	Düşük basınç plazma sprey	
LVPS	Düşük vakum plazma sprey	
L _t	Travers uzunluğu	
μm	mikrometre	
mm	milimetre	
Pa	Paskal	
PECVD	Plazmayla desteklenmiş kimyasal buhar biriktirme	
PVD	Fiziksel buhar biriktirme	
Ra	Yüzey pürüzlülüğü	
RF	Radyo frekans	
SEM	Taramalı elektron mikroskop	
sn	Saniye	
SPH	Sıkı paket hegzagonal	
Т	Altlık malzeme sıcaklığı	
TACVD	Termal aktifleştirilmiş kimyasal buhar biriktirme	
TBC	Termal bariyer kaplama	
ТС	Üst kaplama (Top coat)	
TSP	Topolojik sıkı paket	
TGO	Termal büyüyen oksit (Thermally Grown Oxide)	
Tm	Kaplama malzemesinin ergime sıcaklığı	
ZSD	Zaman – Sıcaklık – Dönüşüm	
V	Volt	
ҮМК	Yüzey Merkez Kübik	
XRD	X – ışınları kırınımı	
XRF	X – ışınları florışıması	
ΔG^{o}	Serbest enerjideki değişim	

1. GİRİŞ

Tarihsel süreç içerisinde insanlığın ihtiyaçlarının sürekli olarak değişkenlik göstermesi, teknolojinin de büyük bir ivmeyle gelişmesine yol açmaktadır. Teknoloji geliştikçe de malzemelerin sahip olması beklenen özellikleri artmakta ve özelleşmektedir.

Bazı malzemeler, yüksek sıcaklıklarda sahip oldukları özellikleri sürdürebilirler. Bu malzemelere " yüksek sıcaklık malzemeleri " denir. Çok çeşitli yerlerde kullanılabilirler. Bunlara en iyi örnekler; türbin elemanları, roketler ve eşanjörlerdir. Bunların kullanımları, malzemelerin çalışma koşulları altındaki performans koşulları ile sınırlıdır. Örneğin, modern uçak motorlarında motorun itme kuvveti ve yakıt ekonomisi, motorun en sıcak bölgelerinde kullanılan Ni esaslı süperalaşımlara bağlı ve bu malzemelerin kabiliyetleri ile sınırlıdır.

Süperalaşımlar temel olarak, ergime noktalarına yakın sıcaklıklarda çalışma koşullarına dayanabilme, uzun süre mekanik bozunmalardan etkilenmeden çalışabilme ve ağır çevresel koşullar altında çalışabilme yeteneğine sahip malzemelerdir [1].

Inconel 718 süperalaşımı, yaklaşık seksen yıldır endüstriyel uygulamalar ve uçak motorları uygulamalarında geniş bir yere sahiptirler. Bu alaşım Fe – Ni – Cr (veya Ni – Cr katı çözelti sertleştirmesine sahip) elementlerinden oluşan γ faza sahiptir. Inconel 718' in üç farklı intermetalik çökeltisi vardır. Bunlar kübik yapılı, Ni₃(Al, Ti, Nb) kompozisyonuna sahip γ' ; hacim merkez tetragonal yapılı, Ni₃Nb kompozisyonuna sahip γ'' ; ortorombik yapılı, Ni₃Nb kompozisyonuna sahip δ fazıdır [2].

Malzemelerin yüzeyleri malzemenin pek çok özelliğinde belirleyici rol oynamaktadır. Yüzeydeki malzemenin oksijen afinitesi korozyon özelliğini etkilerken, elektron dizilimi elektrik özelliklerini, ısıl iletkenliğini, yapının kafes sistemi difüzyon karakteristiklerini ve bazı mekanik özelliklerini etkilemektedir.

Malzeme yüzeylerinin çok farklı atmosferlere maruz kalması, hasarlanmaların yüzeyden başlayarak malzeme içlerine doğru ilerlemesine sebep olacaktır. Bu durum yüzey modifikasyonlarının ve kaplama teknolojilerinin geliştirilmesini zorunlu kılmıştır.

Yüksek sıcaklık malzemelerinin yüzey özeliklerinin geliştirilmesi amacıyla günümüzde temel olarak Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD), Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD), Termal Spreyleme Yöntemi ve Termal Bariyer Kaplama Yöntemi (TBC) kullanılmaktadır. Ancak gaz türbin komponenetlerinin korunması amacıyla sıklıkla TBC yöntemi kullanılmaktadır.

TBC yöntemi kullanılarak, Ni esaslı süperalaşımların koruyucu bir tabaka ile kaplanması ilk olarak 1960' larda uygulanmıştır. Yaygın olarak iki tip kaplama çeşidi mevcuttur: β – NiAl fazı ve MCrAlY (M = Ni, Co veya NiCo) arasında difüzyonla birlikte meydana gelen alüminit kaplama, β – NiAl ve γ' - Ni₃Al veya γ fazlarının karışımı ile meydana gelen tabakalı kaplamalardır. Ancak Ni esaslı malzemelerin yüksek sıcaklıklarda kullanılmasıyla birlikte, TBC yönteminde daha düşük termal iletkenliğe sahip seramik esaslı malzemeler kullanılmaya başlanmıştır. Bu tip kaplamalar sayesinde alaşımın yüzey sıcaklığının düşürülmesi hedeflenmiştir. Bu nedenle difüzyonla birlikte meydana gelen alüminit kaplama veya MCrAlY bileşenleri bağ kaplama (bond coat) olarak kullanılırken, düşük termal iletkenliğe sahip yarı kararlı Zr (YSZ: ağırlıkça % 7 – 8 Y₂O₃ – ZrO₂) üst kaplama (top coat) olarak kullanılmaktadır [3].

PVD kaplama yöntemi ise 1760' lı yıllarda Joseph Priestly tarafından geliştirilmiş olup [4], günümüzde çok yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. PVD tekniği, vakum altında bulunan malzemelerin buharlaştırılarak veya sıçratılarak atomların yüzeyden kopartılması ve kaplanacak olan alt malzeme yüzeyine atomik veya iyonik olarak biriktirilmesi esasına dayanır [5]. Bu kaplama yönteminde genel olarak TiAlN, TiN, AlTiN, CrN, CrAlN kaplama türleri kullanılmaktadır. Bu bileşikler geçiş metallerinin nitrürleri oldukları için yüksek sertlik ve yüksek aşınma dayanımına sahip malzemelerdir. CrN kaplamalar, diğer nitrür kaplamalara kıyasla daya yüksek korozyon ve oksidasyon dayanımına sahip bir bileşiktir [6].

Bu kaplamalar içerisinde en sık kullanılan bileşikler ise TiN ve CrN kaplamalardır [7]. TiAlN kaplama türü, TiN kaplamanın bir alternatifi olarak daha yüksek oksidasyon direnci ve daha yüksek sertlik elde edebilmek amacıyla üretilmiştir [8].

Bu çalışmada Inconel 718 süperalaşım malzeme üzerine PVD yöntemi kullanılarak AlTiN ve CrN kaplamalar yapılarak, kaplama tabakalarının oksitlenme sıcaklığı altında, oksitlenme sıcaklığında ve oksitlenme sıcaklığı üzerinde ısıl işlemler uygulanarak;

kaplama, kaplama – altlık malzeme arayüzey ilişkisi ve altlık malzeme üzerinde sıcaklığın etkisi incelenmiştir.

2. SÜPERALAŞIM MALZEMELER

Yüksek sıcaklık alaşımları ya da süperalaşımlar daha iyi dayanım-ağırlık oranı ve aynı zamanda geleneksel alaşımlarla karşılaştırıldığında daha yüksek ısı ve korozyon dayanımı sağladıkları için geliştirilmişlerdir. Süperalaşımlar; uzay, türbin ve firin parçaları, kimyasal taşıma donanımları ve petrol rafineri elemanları imalatı gibi bazı endüstrilerde daha iyi sonuçlar verdiği için tercih edilmektedir. Tüm bu uygulamalar farklı ısı ve basınç altında gerçekleştirilmekte olup bu şartlar altında özelliğini kaybetmeyecek malzemeye ihtiyaç duyulmaktadır [9].

Süperalaşımlar kesin olarak sınır yaratılması güç olan bir malzeme grubunu oluşturmaktadır. Buna rağmen genel itibarıyla kabul gören bir tanıma göre süperalaşımlar genellikle VIII A elementlerinin oluşturduğu yüksek sıcaklık uygulamaları için geliştirilen, diğer uygulamalara kıyasla daha şiddetli mekanik gerilmelerin altında ve yüksek yüzey kararlılığının gerekli olduğu uygulamalarda kullanılan alaşımlardır [10].

Süperalaşımlar, yapılarında bulunan çok sayıdaki alaşım elementi nedeniyle son derece karmaşık bir mikroyapıya sahiptirler. Bu alaşımlar içerisinde bulunan başlıca fazlar Çizelge 2.1' de gösterilmiştir [11].

Faz	Kristal yapı	Formül	Açıklamalar
γ'	YMK (Yüzey Merkez Kübik)	Ni ₃ Al Ni ₃ (Al, Ti)	Birçok Ni ve Ni-demir esaslı süperalaşım içinde belli başlı mukavemetlendirme fazıdır, östenit matris içindeki kristal kafesleri küçüktür, küreselden kübiğe değişik şekillerde, sıcaklık ve zamanın etkisiyle de değişik boyutlardır.
γ"	HMT (Hacim Merkez Tetragonal)	Ni ₃ Nb	Inconel 718 içinde ana mukavemetlendirme fazıdır; kararlı bir fazdır.

Çizelge 2.1. Süperalaşımlar içerisinde bulunan başlıca fazlar

Faz	Kristal yapı	Formül	Açıklamalar
Ni ₃ Nb(δ)	Ortorombik	Ni ₃ Nb	Aşırı yaşlanan Inconel 718 içinde gözlemlenir; 815 ve 980 ^o C arasında şekillendiğinde iğnemsi bir görüntüye sahiptir; yüksek yaşlanma sıcaklıklarında intragranular çökelticiler tarafından ve düşük yaşlanma sıcaklıklarında gözenekli reaksiyonlar tarafından şekillenir.
МС	Kübik	TiC, NbC, HfC	Titanyum karbür nitrojen, zirkonyum ve molibden için çözülebilirliğe sahiptir; bileşimi farklıdır; küresel olarak görülür, "M" elementleri Ti, Ta, Hf, Nb, Th ve Zr olabilir.
M ₂₃ C ₆	ҮМК	Cr ₂₃ C ₆ (Cr,FeW,Mo) ₂₃ C ₆	Çökelme şekli önemli olup; film, küresel, levha, lamelli ve hücresel olarak çökelebilir; genellikle tane sınırlarında şekillenir; "M" elementi genellikle Cr, ancak Ni-Co, Fe, Mo yerine geçebilir.
M ₆ C	ҮМК	Fe ₃ Mo ₃ C,Fe ₃ W ₃ C,Fe ₄ W ₂ C, Fe ₃ NB ₃ C,Fe ₃ Nb ₃ C, Ta ₃ Co ₃ C	Gelişigüzeldağılankarbürlerdir;pembemsigörünebilir;"M"genellikle Mo' dir.
MN	Kübik	TiN, (Ti,Nb,Zr)N, (Ti,Nb,Zr)(C,N), ZrN, NbN	Nitridler, Ti, Nb ve Zr içeren alaşımlarda görülür; bunlar ergime sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda erimezler; parlatıldıklarında kolayca tanınırlar. Dikdörtgen şekilli alana sahipler ve sarı renkten turuncuya kadar çeşitli renkleri mevcuttur.
μ	Rombohedral	Co ₇ W ₆ , (Fe,Co) ₇ (Mo,W) ₆	Genellikle yüksek oranda Mo den ve Tungsten içeren alaşımlarda görülür; kaba, düzensiz Widmanstent plakalar şeklindedir ve yüksek sıcaklıklarda şekillenirler.

Çizelge 2.1. (devam) Süperalaşımlar içerisinde bulunan başlıca fazlar

Faz	Kristal yapı	Formül	Açıklamalar
Laves	Hegzagonal	Fe ₂ Nb, Fe ₂ Ti, Fe ₂ Mo, Co ₂ Ta, Co ₂ Ti	Fe ve Co esaslı süperalaşımlar içinde çok yaygındır; genellikle düzensiz şekillenen küreler olarak görülüp ve yüksek sıcaklıklarda plakalar halindedir.
σ	Tetragonal	FeCr,FeCrMo, CrFeMoNi,CrCo,CrNiMo	En çok Fe ve Co esaslı süper alaşımlar içinde, bir miktar da Ni esaslı süperalaşımlarda görülür şekilleri düzensiz kürelerdir; 540- 980 ^o C arasındaki sıcaklıklarda uzun süre bekletildikten sonra şekillenirler.

Çizelge 2.1. (devam) Süperalaşımlar içerisinde bulunan başlıca fazlar

"İntermetalikler", çeşitli metal bileşenlerinin meydana getirdiği ve malzeme sınıfı olarak çok geniş bir sınıfı oluşturan intermetalik fazlar ve bileşenler için kısa ve özetleyici bir adlandırmadır. Daha basit bir tanımlamayla, intermetalikler kendilerini oluşturan metallerin kristal yapılarından daha farklı kristal yapıya sahip olan, düzenli alaşımlar içinde yer alan fazlardır [12].

İntermetelik fazlar, özel fiziksel ve mekanik özellikleri sayesinde üstün özellikli olarak bilinirler. Bu yapılar yüksek sıcaklıklarda yüksek sıcaklıklarda yüksek mukavemete sahipken, düşük sıcaklıklarda düşük şekil değiştirme (deforme edilebilme) özelliğine sahiptirler [13].

İntermetalikler, birbirine benzemeyen atomların bağlanma mukavemeti birbirine benzeyen atomların bağ mukavemetinden daha yüksek olduğu için meydana gelirler. Buna göre intrermetalikler, belirli kristal yapıya sahip atom dağılımlarının kendilerine benzemeyen atomlar tarafından tercihli çevrelenmesiyle meydana gelirler. Bazı basit kristal yapılar Şekil 2.1 de gösterilmiştir [12].



Şekil 2.1. Bazı basit intermetalik kristal yapı ve örnekleri [12]

İntermetalikler temel olarak şu şekilde sınıflandırılırlar:

- Titanyum Alüminitleri ve ilgili fazlar: Ti₃Al, TiAl, Al₃Ti ve diğer D0 ₂₂ fazları (Al₃M, M = V, Nb, Ta) gibi,
- Nikel Alüminitleri ve ilgili fazları: Ni₃Al, Ni₃Si, Ni₃Ge, Ni₃Ga, Fe₃Ge, Fe₃Ga, Co₃Ti, NiAl,
- Diğer B2 fazları: FeAl, CoAl
- Heusler tipi fazlar: Cu_2AlMn , Cu_2SnMn , Ni_2AlX ve Co_2AlX iken X = Ti, Zr, Hf, Nb
- Demir Alüminitleri ve ilgili fazları: Fe₃Al, Fe₃AlC_x, FeAl
- Bakır esaslı fazlar: CuZn, Cu-Zn-Sn şekil hafızalı alaşımlar, Cu-Al-Ni şekil hafızalı alaşımlar, Cu-Au fazları, Cu amalgamları,
- A15 fazları: V₃Si, V₃Ga, Nb₃Sn, Nb₃Al, Nb₃Si, Cr₃Si
- Laves fazları: Fe₂Nb, Fe₂Ti, Fe₂Mo, Co₂Ta, Co₂Ti
- Silisitler: Cr₃Si, V₃Si, Ni₃Si, Fe₃Si, Mg₂Si, V₅Si₃, Cr₅Si₃, Mo₅Si₃, W₅Si₃, Mn₅Si₃, Ti₅Si₃
 [12]

2.1. Süperalaşımların Sınıflandırılması

Süperalaşım malzemeler genel olarak, Nikel esaslı süperalaşımlar, Demir esaslı süperalaşımlar ve Kobalt esaslı süperalaşımlar olmak üzere üç gruba ayrılırlar.

2.1.1. Nikel esaslı süperalaşımlar

Nikel esaslı süperalaşımlar deneysel olarak yaklaşık 60 yıldan beri basit bir Ni - Cr matrisinin içerisindeki birçok alaşım elementinden ve faz sisteminden meydana gelmiştir. Tamamen östenit ve YMK yapıya sahip olan bu yapı, HMK yapıya göre yüksek sıcaklıklarda çok daha üstün çekme, yorulma ve sürünme özellikleri sağlayabilmektedirler [14].

Bu alaşımlar % 30 – 75 oranında Ni ve % 30'a kadar Cr içerirler. Ni ve Cr birleşimi bu alaşımlara önemli bir oksidasyon direnci kazandırmaktadır. Sınıf olarak Ni esaslı alaşımlar, mekanik mukavemet açısından özellikle 650 °C üzerinde paslanmaz çeliklerden daha üstün özelliktedirler.

Ni esaslı alaşımlar en başta gaz türbin kompartımanları olmak üzere uçak motorlarında kullanılan alaşımların ağırlıkça % 50'lik kısmını kapsayan ve en çok kullanılan süperalaşımlardır. Ni alaşımları, çeliklerle kıyaslandığında daha fazla mukavemet / ağırlık oranı sağlamaktadırlar. Diğer uygulama alanları içerisinde liman donanımları, nükleer reaktörler, petrokimya fabrikaları ve yiyecek üretim donanımları bulunmaktadır. Ni esaslı alaşımların bu tür agresif ortamlarda kullanılması yüksek korozyon direnci, mekanik ve termal yorulma, yüksek sıcaklıklarda sürünme ve erozyon direncine bağlıdır. Ni esaslı alaşımların kullanıldığı bölgelerde bu özellikler etkin bir kullanım performansı açısından gereklidir [10].

Endüstriyel olarak kullanılan bazı Ni esaslı süperalaşımlara şu malzemeler örnek verilebilir: Waspalloy, Hastelloy (C – 22, G - 30), Pyromet 860, Udimet (400, 500, 520, 630, 700, 710, 720), Rene (41, 45, 77,80), Nimonic (75, 80A, 90, 105, 115, 263, 942), Inconel (600, 625, 690, 718, 751, 792).

Udimet 500 ve 700 alaşımları, genellikle gaz türbin parçaları, levhalar, cıvatalar, jet motor parçalarında; Waspalloy alaşımları, jet motor kanatlarında; René alaşımları, jet motor kanatları ve türbin kanat parçalarında kullanılırken; Inconel, genellikle gaz türbin kanatları, contaları ve yakma hücreleri ile turbo şarjör rotorları ve contaları, elektrikli su altı kuyu pompaları motor şaftları, yüksek sıcaklık kilitleri, kimyasal işlem ve basınç kapları, eşanjör boruları, nükleer basınçlı su reaktörlerindeki buhar jeneratörleri, H₂S ve CO₂ gibi safsızlıklar içeren doğal gazın işlenmesi, ateşli silah susturucusu patlama tamponları ve F1 ve NASCAR egzost sistemlerinde kullanılırlar.

Inconel'in atık yakma fırınlarının kazanlarında kullanımı gittikçe artmaktadır. Inconel 718, genellikle, kriyojenik depolama tanklarında, kuyu içi şaftlarda ve kuyu başı parçalarda kullanılır.

Kuzey Amerika Havacılığı, X-15 roket uçak yüzeyini "Inconel X" diye bilinen bir Inconel alaşımıyla kaplamıştır. Rocketdyne, Saturn V ek motorunun ilk aşamasında kullanılan F-1 roket motorunun güç üretme hücresinde Inconel X-750' yi kullanmıştır. Bunların dışında Inconel, yeni süper arabaların McLaren MP4-12C ve Koenigsegg Agera'nın hafif spor egzostlarında da kullanılmaktadır. Ayrıca, yüksek uçlu ateşli silahların susturucuları ve namlu ağzı cihazlarında da kullanılmaktadır. Özellikle, küçük veya makineli tüfeklerle kullanım için tasarlanan susturucularda yaygın olarak kullanılmaktadır. Haddelenmiş Inconel, sıklıkla, uçaklardaki kara kutu kayıt cihazlarında kazıyıcı kayıt ortamı olarak kullanılmaktadır [15].

Inconel 718 Süperalaşım Malzemenin Özellikleri

Inconel 718, YMK kafes yapısında Ni, Cr ve Fe (γ , matris) katı çözeltisinin öncelikli olarak matris tarafından oluşturulan koherant γ'' ve γ' fazları ile sertleştirilir. γ'' Ni₃V'un bir tipi olan HMT (hacim merkezli tetragonal) kristal yapısına sahip ana sertleştirici fazdır. Nb' ca zengin katı çözeltinin formülü Ni₃(NbAlTi) iken, YMK kafes yapısına sahip Al' ca zengin γ' formülü ise Ni₃(AlTiNb) şeklindedir [16].

Inconel 718 süperalaşımında ise temel olarak bulunan intermetalikler ve kimyasal kompozisyonları şu şekildedir:

- γ' : Ni₃(Al,Ti)
- γ'' : Ni₃Nb
- δ : Ni₃Nb

 γ' ve γ'' fazlarının kimyasal kompozisyonları alaşım elementlerinin miktarlarına bağlı olarak değişmektedir. Bu durumda Nb elementinin miktarına bağlı olarak γ' fazı Ni₃(AlTiNb) ; γ'' fazı ise Ni₃(NbAlTi) şeklinde gösterilebilmektedir. Al-Ti-Ni elementlerine ait faz diyagramı Şekil 2.2' de, Ni-Nb elementlerine ait faz diyagramı Şekil 2.3' te gösterilmiştir.



Şekil 2.2. Al – Ni – Ti üçlü faz diyagramının 800°C' de alınan izotermi [17]



Şekil 2.3. Ni – Nb elementlerine ait ikili faz diyagramı [18]

Şekil 2.4' te Inconel 718' e ait Zaman-Sıcaklık-Dönüşüm (ZSD) diyagramı gösterilmiştir. Diyagramda görüldüğü gibi yarı kararlı γ'' ve γ' fazları yüksek sıcaklıklarda ortorombik Ni₃Nb (δ) fazına dönüşmektedir. Matrisle (γ) uyumsuz olan δ fazı, alaşımın dayanımını azaltırken; katılaşma işlemi sırasında tane sınırlarında pinning etkisini ortadan kaldırmaktadır.



Şekil 2.4. Inconel 718' e ait Zaman-Sıcaklık-Dönüşüm (ZSD) diyagramı [19]

 γ'' ve γ' fazları kolaylıkla ayırt edilebilecek kadar farklı morfolojilere sahiptirler. γ'' çökeltileri yaklaşık 20 nm civarında yuvarlak geometriye sahipken; γ' çökeltileri aspekt oranı 5 – 6 ve disk şeklindedirler (Resim 2.1). δ fazı ise çoğunlukla plaka şeklinde (111) düzlemleri üzerinde büyür veya tane sınırlarında çekirdekleştirici halinde bulunurlar [16].



Resim 2.1. Inconel 718 TEM karanlık alan görüntüleri (a)Tane sınırlarındaki pinning beyaz noktalar halinde gösterilmiştir, tane içerisindeki beyaz, küçük küresel şekilli γ' çökeltileridir. (b) γ" çökeltileri [14]

Inconel 718 içerisinde Nb(Ta)C, TiC ve M₆C, TiN, Laves ve sigma gibi fazlar da bulunur. Nb(Ta)C, TiC ve TiN fazları inert yapılarken; Laves ve sigma fazları mekanik özellikler için zararlı olan gevrek intermetaliklerdir. Bu fazlar, kırılmanın kolayca başlayarak yayılması için ideal bir düzlem oluştururlar. Dahası, bu fazlar matristeki Nb' u uzaklaştırarak etkin γ'' çökeltilerinin oluşumunu engellerler [16].

C ve B ise tane sınırlarındaki segragasyon sayesinde karbür ve borürlerin oluşmasıyla tane sınırlarının güçlendirilmesini sağlarlar. Bunların; katılaşma esnasında, yüksek sıcaklıklarda tane sınırlarının güçlendirildiğine ve yaşlandırma ısıl işlemiyle şekillendiğine inanılır. Fakat servis sürecinde ortaya çıkan borür ve karbürler özellikleri bozabilecekleri için mutlaka kontrol edilmelidir [14].

Karbürler geleneksel olarak kimyasal kompozisyonlarına göre sınıflandırılırlar. Temel olarak MC, M_6C ve $M_{23}C_6$ olan yapılarda Ti, Cr, Nb, Hf ve Ta gibi elementler M ile temsil edilirler [14].

MC karbürleri (Resim 2.2) genellikle iri ve yoğun dizilmiş YMK kafes yapısına sahiptirler. Ti, Nb, Hf, ve Ta yüksek çökeltme ve ergime sıcaklıkları nedeniyle yüksek dayanımlı ve doğada en kararlı bileşenler olarak nitelendirilirler ve süperalaşımın katılaşmasının hemen arkasından çökeldikleri düşünülmektedir. Genellikle alaşımın matrisiyle uyumları ya çok azdır ya da hiç yoktur.



Resim 2.2. Inconel 718' deki Nb ve Ti esaslı iri karbürler [14]

 M_6C karbürleri (Resim 2.3) ise daha karmaşık kübik kristal yapıya sahiptirler ve alaşım Mo ve W gibi yüksek oranda refrakter elementler içeriyorsa çökelirler. Bu karbürlerin, servis sırasında MC tipi karbürlerin bozunmasıyla veya göreceli olarak yüksek sıcaklıklardaki (815 – 980 °C arasında) ısıl işlemler sonucunda meydana geldiklerine inanılır [14].



Resim 2.3. M₆C tipi karbürler [20]

 $M_{23}C_6$ tipi karbürler (Resim 2.4) ise göreceli olarak daha düşük sıcaklıklarda (760 – 980 °C) tane sınırları boyunca meydana gelirler. Kompleks kübik kristal yapıya sahiptirler. Latis parametresi γ matrisinkinden üç kat daha büyüktür. Bu nedenle küp-küp oryantasyonu (Her iki kristalin de karşılıklı olarak x, y, z eksenlerinin paralel olması şeklinde tanımlanabilir. Örneğin, HMK yapıya sahip α – Fe içerisinde YMK yapılı Fe₂TiSi çökeltileri meydana geldiğinde; merkezdeki α – Fe yansıması ile (200) düzlemindeki güçlü α – Fe yansımasının tam ortasında yine (200) düzleminden gelen Fe₂TiSi yansıması görülür. Bu durumda (200) Fe₂TiSi || (200) α – Fe şeklinde gösterilir [21]) şeklinde çökelirler[14].

Bu karbürlerin MC veya M_6C karbürlerinin bozunmasıyla veya doğrudan tane sınırlarında çekirdeklenmeyle oluştuklarına inanılır ve yüksek oranda Cr içeriğine sahip oldukları bilinir. $M_{23}C_6$ tipi karbürlerin Ni esaslı süperalaşımlar üzerinde göz ardı edilemeyecek etkileri mevcuttur. Ortalamadan yüksek miktarlara kadar Cr içeriği nedeniyle tartışmalı karbürler meydana gelir. Birincisi; farklı morfolojileri nedeniyle, tane sınırlarındaki blok şeklinde olanlar kırılma mukavemeti üzerinde olumlu etkilere sahipken, film şeklinde olanlar tam tersi bir etki oluştururlar. İkinci olarak, bu karbürler çökelti oluştururken Cr' ca fakirleşmiş bölgeler meydana getirirler. Bu bölgelerde de Cr eksikliği nedeniyle koruyucu bir oksit olan Cr₂O₃ gibi oksit oluşumu meydana gelemez [14].



Resim 2.4. Tane sınırında diyagonal olarak çökelen M₂₃C₆ tipi karbürler [14]

Borun tane sınırları boyunca segregasyonunun tane sınırının kohezyon mukavemetini artırdığı bilinmektedir. Ancak borürlerin görevleri hala devam eden bir tartışma konusudur. Şimdiye kadar belirlenebilenler ise BCT (hacim merkez tetragonal) kristal yapısına sahip olup, M_3B_2 veya M_5B_3 şeklinde formülize edilirlerken, M tipik olarak refrakter elementlerden Mo veya Cr' u temsil eder.

Borürler, yapı içerisinde bloktan yarım aya kadar çok farklı şekillerde bulunabilirler. Resim 2.5' te Ni esaslı süperalaşımın 980 °C' de 1 saat süre tutulmasından sonra elde edilen M_5B_3 tipi borürler gösterilmiştir.


Resim 2.5. M₅B₃ tipi borürler (a) TEM, aydınlık alan görüntüsü, (b) SEM görüntüsü [14]

Mo, W ve Re gibi refrakter elementlerin fazlalığı TSP (Topolojik Sıkı Paket) kristal yapısına sahip sert intermetalik fazların oluşmasına sebep olur. Bu intermetalikler alaşımın sünekliğine ve sürünme ömrüne zarar veririrler [14].

Ni-Cr-Mo gibi süperalaşım elementlerinin üçlü denge diyagramlarında iki faz bölgesi görülür (Şekil 2.5): birincisi, östenit (γ) YMK yapılı, ikincisi ise intermeteliklerin bulunduğu bölgedir. Bu iki temel alan arasında çok sayıda küçük faz bölgeleri (μ , σ , R gibi) öncelikli olarak atomların yüksek ve üniform paketlenme yoğunluklarına, ikinci olarak ise kompleks kristal yapılarına (SPH, hacim merkez tetragonal veya rombohedral) göre tanımlanmıştır [12,22]



Şekil 2.5. Ni – Cr – Mo elementlerine ait izotermal denge diyagramı [22]

Refrakter elementlerin dikkatli kontrolüyle TSP fazları uzun servis sürelerinden sonra veya uzun ısıl işlemlerden sonra oluşurlar. Bazı fazların ise diğer yararlı fazlardan dönüştüğüne inanılmaktadır. Örneğin $\eta(Ni_3X)$, γ'' ın dönüşümü sonucunda oluşurken; σ , $M_{23}C_6$ ile aynı kristal yapıya sahiptir fakat yapısında C yoktur. Resim 2.6' da yapısında Cr, Mo ve Co bulunduran Ni esaslı süperalaşımın 720 °C' de 1100 saat ısıl işleminden sonra elde edilen σ fazına ait görüntü verilmiştir [14].



Resim 2.6. Ni esaslı süperalaşımdaki σ fazı [14]

Inconel 718 süperalaşım malzeme genellikle yüksek sıcaklıkta, çevrimli yüklerin uygulandığı bölgelerde, korozyon ve sürünmeye maruz kalınan yerlerde kullanıldığı için bu malzemenin mekanik özelliklerinin de iyi olması beklenmektedir [23].

Inconel 718 süperalaşımının mekanik özelliklerinin geliştirilmesinde iki tip ısıl işlem uygulanır. Bunların birincisinde, malzeme 926 - 982 °C arasında 1 saat çözeltiye alınır. Daha sonra atmosferik ortamda soğutulur. Sıcaklık 718 °C' ye çıkarılır ve malzeme 8 saat fırında tutulur. Fırın atmosferinde 621 °C' ye soğutulan malzeme 8 saat daha fırında tutulur ve atmosferik ortamda soğutulur. İkinci ısıl işlemde ise malzeme 1037 – 1065 °C arasında 1 saat çözeltiye alınır. Daha sonra atmosferik ortamda soğutulur. Sıcaklık 760 °C' ye çıkarılır ve malzeme 10 saat fırında tutulur. Fırın atmosferinde 621 °C' ye soğutulan atmosferinde soğutulur. Sıcaklık 760 °C' ye çıkarılır ve malzeme 10 saat fırında tutulur. Fırın atmosferinde yaklaşık 650 °C' ye soğutulan malzeme toplam ısıl işlem süresi 20 saat olacak şekilde tutulduktan sonra atmosferik ortamda soğutulur [23].

Inconel 718 alaşımında kırılma ömrü, çentik darbe dayanımı ve süneklik özelliklerinin optimum seviyede olması isteniyorsa, çözeltiye alma işleminin 926 – 982 °C ' lerde yapılması tavsiye edilir. Oda sıcaklığındaki en yüksek akma ve üst akma mukavemetleri bu işlemlerle ilgilidir. Bunlara ek olarak ince taneli bir yapının geliştirilmesi sonucunda da yüksek yorulma dayanımı eldesi mümkündür. 926 – 982 °C sıcaklık aralığında elde edilmesi mümkün olan fazlar: γ , Ni₃Nb (δ), ve Laves fazlarıdır [23].

1037 – 1065 °C' lerde uygulanan çözeltiye alma ısıl işlemi ise çapraz kırılma dayanımı özelliği nedeniyle basit gerilimli uygulamalarda, darbe dayanımı ve düşük sıcaklıktaki çentik darbe dayanımı istenildiğinde uygulanır. Ancak bu uygulama stress altında kırılganlık özelliğini artırma eğilimi yaratabilir [23].

Çekme özelliği için tavsiye edilen en iyi kombinasyon 718 ve 621 °C' lerde iki defa yaşlandırma işlemi yapılmasıdır. Bu işlem sırasında süneklik bir miktar azalır ancak bu durum akma ve üst akma mukavemetlerinin gelişmesiyle telafi edilir.

Şekil 2.6' da bir önceki çözeltiye alma sıcaklığının akma ve üst akma mukavemetleri üzerindeki büyük etkisi görünmektedir.



Şekil 2.6. Çözeltiye alma sıcaklığına bağlı olarak değişen akma ve üst akma mukavemet değerleri [23]

1037 °C ve 926 °C' de çözeltiye alma işlemi uygulandığında yapıda yalnızca östenit fazı vardır. 676 °C – 10 saat ve 579 °C – 10 saatte yapılan ısıl işlemler sonucunda elde edilen yapıda yalnızca γ yapısı mevcuttur. Bu nedenle her iki koşulda da akma mukavemeti yaklaşık olarak 827 Mpa civarındadır [23].

1037 °C ve 926 °C' de çözeltiye alındıktan sonra 718 °C - 10saat ve 621 °C - 10 saatte yapılan ısıl işlemler sonucunda elde edilen yapıda ise γ , γ' , γ'' , Ni₃Nb (δ) fazı oluşmaktadır. Bu fazlardan γ' ve γ'' fazları Inconel 718 alaşımı için temel mukavemetlendirici fazlar olmaları sebebiyle en yüksek akma ve üst akma mukavemetleri bu ikili yaşlandırma parametrelerinde görülmektedir.

1037 °C ve 926 °C' de çözeltiye alındıktan sonra 760 °C – 10 saat ve 648 °C - 10 saat ısıl işlem uygulandığında ise yapıda yine γ , γ' , γ'' , Ni₃Nb (δ) fazları mevcuttur. Ancak yaşlandırma işlemleri sırasında Ni₃Nb (δ) fazının irileşmesi ve yapı içerisine homojen olarak dağılmaması ve buna bağlı olarak yapıdaki tane büyümesinin kontrol edilememesi sonucunda γ tanelerinde de büyüme meydana gelmektedir. Matris fazda meydana gelen bu tane irileşmesi sonucunda ise mukavemet değerlerinde düşüş meydana gelmektedir.

Ayrıca yüksek çözeltiye alma sıcaklıklarının hem akma hem de üst akma mukavemetlerini azalttığı Şekil 2.7' de gösterilmiştir.



Şekil 2.7. Yüksek çözeltiye alma sıcaklığına bağlı olarak değişen akma ve üst akma mukavemetleri [23]

Çözeltiye alma sıcaklığının önemli bir etkisi de Şekil 2.8' de gösterilmiştir. Buna göre düşük çözeltiye alma sıcaklıklarında çentik darbe dayanımı oldukça düşüktür. Kayda değer bir gelişmenin elde edilebilmesi için yüksek sıcaklıklar kullanılmalıdır. 926 – 982 °C gibi düşük sıcaklıklarda çözeltiye alma işlemi uygulandığında tane sınırlarında sürekli bir film tabakası meydana gelir. Herhangi bir kırılma başladığında ise kırılma tane sınırlarını takip ederek ilerler. Ancak 1037 – 1065 °C gibi yüksek sıcaklıklarda yapılan çözeltiye alma işleminde tane sınırlarında kırılgan çökeltiler ya süreksizdir ya da yoktur ve çatlama tane içlerinde meydana gelir. Ayrıca suda soğutmanın, tane sınırı çökeltilerinin morfolojilerini etkileyeceği düşünülmesine rağmen, mikroyapıda ve darbe dayanımında çok az değişiklik olduğu J. Gordine tarafından gözlenmiştir [23].



Şekil 2.8. Çözeltiye alma sıcaklığındaki değişime bağlı olarak değişen darbe dayanımı [23]

Ni östenit formundadır ve Ni' ce zengin alaşım ailelerinde de allotropik dönüşüm meydana gelmez. Bu alaşımlar östenit formundaki ergime sıcaklıklarından mutlak sıfır noktasına inebilirler. Karbürler ve çökelti sertleştirici fazlar (γ' ve γ'') meydana gelirlerken, östenit yapıya sahip matriste değişiklik meydana gelmez [24].

940 °C' de çözeltiye alınarak 1 saat ısıl işleme maruz kalıp, suda soğutulan numunenin akma mukavemeti 485 MPa, üst çekme dayanımı ise 775 Mpa iken; 1040 °C' de çözeltiye alınarak 1 saat ısıl işleme maruz kalıp, suda soğutulan numunenin akma mukavemeti 407

MPa, üst çekme dayanımı ise 598 Mpa' dır. 940 °C' de çözeltiye alınan numunenin mikroyapısı intermetalik çökeltiler γ'' , γ' ve δ fazlarını içermektedir. γ'' yarı kararlı fazı hacim merkez tetragonal, Ni₃(Nb) kompozisyonuna sahiptir. γ'' elips morfolojisine sahip, Inconel 718 alaşımının temel sertleştirici fazdır. Denge durumundaki intermetalik çökelti ise δ fazıdır. Bu Nb' ca zengin inkoherant faz, ortorombik kristal yapıya sahiptir ve yüksek sıcaklıkta yapılan ısıl işlemlerde iğne morfolojisinde çökelir. 1040 °C' de çözeltiye alınan numunenin mikroyapısında ise δ fazı bulunmaktadır. Bu faz yapıda bazı intergranüler yapılar görülmesine rağmen öncelikle tane sınırlarında çökelmektedir.

Bu faz, kimyasal kompozisyon olarak matrise göre Nb, Ti' ca zengin; Fe ve Cr' ca fakirdir. Östenit matris tarafından çevrelenen bu faz, bu bölgelerde % 50' ye yakın bir oranda Nb' ca fakirleşmeye sebep olur. δ fazı, γ'' fazının solvüs sıcaklığı üzerinde meydana gelir.

δ fazı, termodinamik olarak γ'' fazından daha kararlı olmasına rağmen, yaklaşık 900 °C' ye kadarki sıcaklıklarda öncelikle γ'' fazı meydana gelir. δ ve γ'' fazlarının her ikisi de Nb esaslı oldukları için δ fazının oluşumu γ'' fazının azalması ile ilgilidir. δ fazı, morfolojisi nedeniyle alaşımı mukavemetlendirmeye katkı sağlamaz. Aksine, yapıda γ'' fazını tüketerek, sertleştirilebilirliği azaltır. Buna ek olarak sıcak kırılganlığa olan yatkınlığı arttırır. Bunların yanısıra yararlı etkileri olarak tane büyüklüğünün kontrolünü sağlamak ve tane sınırı sürünme çatlaklarını önlemek için direnç sağlaması sayılabir [25].

940 °C' de çözeltiye alınarak 1 saat ısıl işleme maruz kalıp, suda soğutulduktan sonra 720 °C' de 8 saat tutularak firinda soğutulan numunenin akma mukavemeti 826 MPa, üst akma mukavemeti ise 1232 MPa' dır. Bu numunede yalnızca östenitik matris mevcuttur. İntermetalik fazlar ve karbürler, Ghosh ve arkadaşları tarafından gözlenmemiştir [24]. 1040 °C' de çözeltiye alınarak 1 saat ısıl işleme maruz kalıp, suda soğutulduktan sonra 720 °C' de 8 saat tutularak firinda soğutulan numunenin akma mukavemeti 824 MPa, üst akma mukavemeti ise 1203 MPa' dır. Bu şekilde oluşan mikroyapıda ise MC karbürleri, γ' , γ'' ve iri δ fazları görünmektedir. Yani 1040 °C' de 1 saat çözeltiye alınıp, suda soğutulan Inconel 718 alaşımında yumuşama meydana gelmektedir. Bu işlemle birlikte 720 °C' de 8 saat yaşlandırıldığında ise akma mukavemeti ve üst çekme dayanımı değerlerinde artış meydana gelmektedir. γ'' fazı Inconel 718 alaşımı için temel sertleştirici fazdır ve δ fazı da tane büyüklüğü kontrolü sağlar [24].

980 °C' de 20 dakika çözeltiye alınarak havada soğutulan, daha sonra 720 °C' de 8 saat fırında tutulup, sıcaklık 620 °C iken 8 saat daha fırında tutulup havada soğutulan ana malzemenin akma mukavemeti 1272 MPa, üst çekme dayanımı ise 1475 MPa olup, mikroyapıda küçük miktarda ince globüler δ fazlı, ince – eş eksenli östenitik tanelerden meydana gelmiştir. Birkaç MC tipi birincil karbürler ve karbonitrürler gözlenmiştir.

Çözeltiye alma işlemi 1080 °C' ye çıkarılıp, bu sıcaklıkta 20 dakika çözeltiye alınarak havada soğutulan, daha sonra 720 °C' de 8 saat fırında tutulup, sıcaklık 620 °C iken 8 saat daha fırında tutulup havada soğutulan ana malzemenin akma mukavemeti 1220 MPa, üst çekme dayanımı ise 1410 MPa olup, önemli ölçüde tane irileşmesi ve δ fazının dağılmasının tamamlanamadığı gözlenirken, bu sıcaklıkta yapılan çözeltiye alma işleminde karbürler ve karbonitrürlerin etkilenmediği gözlenmiştir [26].

2.1.2. Demir esaslı süperalaşımlar

Süperalaşımların özelliklerini geliştirmek için, alaşımlara değişik elementler eklenmektedir. YMK matrisli alaşımlar için en etkili dayanım arttırma Ni, Al, Ta ve Nb ile yapılır. Mo ve W gibi bazı elementler dayanım arttırma aşamalarında katı-eriyik içine eklenir [11].

Demir esaslı alaşımlar, ana element olarak Fe ihtiva edip, ilaveten önemli miktarda Cr, Ni ve çok az miktarda da Mo veya W içermektedir. Bu grup karbür, intermetalik çökelme ve/veya katı eriyik tarafından mukavemetlendirilir. İntermetalik çökelti genellikle Ni₃(Al, Ti) γ ' tipindedir. Bu grubun Ni - Cr oranları ve mukavemetlendirme mekanizmaları, paslanmaz çeliklerden farklıdır. Paslanmaz çelikler % 12 - 25 Cr ve % 0 – 20 Ni içermekte, demir esaslı süperalaşımlar ise %20 den daha fazla Ni içermektedir (%25-35) [11].

Oksidasyon direnci genel olarak krom elementiyle sağlanır. Bununla birlikte Ni ve Mn da oksidasyon direncini artırır. Küçük miktarda bor ilavesiyle yüksek sıcaklık özellikleri de artırılır. Demir esaslı alaşımların 504 °C üzeri sıcaklık uygulamaları için en önemli özellikleri YMK yapıya sahip olmalarıdır. Çünkü kapalı paketli kafes, daha dirençlidir [27].

Demir esaslı süperalaşımlara örnek olarak; Incoloy (800, 801, 802, 807, 825, 903, 907, 909), A - 286, Alloy 901, Distaloy, Haynes 536, H - 155, V – 57 verilebilir [11]. Bu alaşımlar genel olarak, gaz türbin motorları, katalitik konvertör parçaları, türbin diskleri ve türbin kutuları gibi motor parçalarının imalatında kullanılırlar.

2.1.3. Kobalt esaslı süperalaşımlar

Kobalt esaslı alaşımlar uzun yıllardır çeşitli endüstriyel alanlarda, gaz türbinlerinin valf yada yakıt odası parçalarının üretiminde kullanılmaktadırlar. Bu ürünlerin tasarımında öncelikli olarak yüksek sıcaklık dayanımı hedeflenir ve dayanım artırma mekanizması olarak katı çözelti veya karbür sertleştirme mekanizmaları kullanılır. Bu alaşımlar yüksek sıcaklıklarda yüksek sürünme dayanımına, yüksek termal yorulma dayanımına, yüksek sıcak korozyon ve oksidasyon dayanımına sahip malzemelerdir [28].

Spesifik olarak ağırlıkça % 20 – 30 Cr yüksek sıcaklıkta oksitlenme ve korozyon direnci ve katı çözelti sertleşmesi açısından kilit bileşen olmaktadır. Ayrıca karbür çökelme sertleşmesi istenilen durumlarda Cr, çeşitli Cr – C oranlarındaki karbürlerin oluşumunda önemli bir rol oynamaktadır. Co – Cr ikili sistemi % 58 Cr ilavesinde kararlı sigma fazını oluşturduğundan yüksek Cr miktarlarından kaçınmak gerekmektedir. Co alaşım sistemlerinde birincil sertleşme mekanizması çökelme sertleşmesi olduğundan, C en yüksek sürünme ve kırılma mukavemetine ulaşmak için kritik önem taşımaktadır. C miktarının kontrolü, çekme ve kırılma mukavemetleri ve sürünme açısından önemlidir. Bunun nedeni ağılıkça % 0,3-0,6 C aralığında mukavemetin doğrusal olmayan bir artış göstermesidir. Sonuç olarak bu aralıkta süneklik düşmektedir. Daha da önemlisi 650- 927 °C aralığında kullanım sırasında ikincil karbürlerin çökelmesi sonucunda süneklik önemli derecede düşmektedir [10].

Kobalt esaslı süperalaşımlar, katı-eriyik ve karbür fazları tarafından mukavemetlendirilir [11]. Karbür sertleşmesi yapabilen bileşikler ise şunlardır: ötektik M_7C_3 , tane sınırı M_7C_3 , ince yapılı $M_{23}C_6$, Ta içerikli alaşımlarda ise MC karbürleri [28].

Pek çok yüksek sıcaklık Co alaşımı önemli miktarda karbon içermektedir ve mukavemetlerini yalnızca W ve Cr gibi elementlerin sağladığı katı çözelti sertleşmesinden değil aynı zamanda 815 °C üzerinde daha az etkili olan karbür çökelmesinden

kazanmaktadırlar. Ni, Co' ın yüksek sıcaklık formu olan yüzey merkezli kübik (YMK) yapısını kararlı kılmak için sıklıkla ilave edilmektedir.

Kobalt esaslı süperalaşımların hiçbiri tam katı - eriyik alaşımı değildir. Çünkü hepsi ikincil karbür fazları veya intermetalik bileşikleri içerir. Bu durum yaşlanmaya ayrıca oda sıcaklığında süneklik kaybına da neden olur [11].

2.2. Süperalaşımların Kullanım Alanları

Süperalaşımlar, yüksek sıcaklıklıklarda çok iyi mukavemet göstereren, üstün korozyon, oksidasyon ve mekanik özelliklere sahiptirler. Bu özellikler sayesinde endüstriyel alanların birçoğunda kullanılmaktadırlar.

Havacılık ve uzay sanayinde, otomotiv sanayinde, kimyasal madde işlenmesinde, elektrikli ısıtıcılarda, elektronikte ve haberleşmede, denizcilikte, yakıt ve gaz rafinasyonunda, petrokimya işlemlerinde, kirlilik kontrolü ve atık işlemede, güç üretiminde, ısıl işlem ve kaynak sektöründe, kimya endüstrisinde, hava, uzay ve deniz araçlarında, nükleer reaktörlerde, gaz türbinlerinde, endüstriyel ocaklarda, ısıl işlem ekipmanlarında, nükleer enerji sektöründe, türbin kanatlarında ve disklerinde, sıcak iş takımlarında ve yaylarda ve ısıtıcı eleman malzemesi olarak, nükleer denizaltılarda ve deniz yüzeyinde bulunabilecek çeşitli tanklarda, petrokimyasal ortamlarda, çeşitli elektriksel alaşımlar ölçme ve kumanda aletlerinde, elektriksel özellikleri ölçmek ve düzenlemek için (direnç alaşımları) veya ısı üretme (ısıtma alaşımları) amacıyla, güç generatörü uygulamalarında, indüktörlerde, manyetik güçlendiricilerde, teyp kayıt kafalarında ve veri depolama aygıtlarında, Cammetal bağlantılarında, sızdırmazlık istenen lamba endüstrisinde (elektrik ampülü, televizyon tüpleri, flüoresan lambalar gibi) ve elektronikte (entegre devrelerde, yarı iletken kursun çerçevelerde, bimetal termostat şeritlerinde ve termostat çubuklarında) [29], metal işçiliğinde sıcak işleme kalıpları, döküm kalıplar, dişçilik ve protez ekipmanları, ısıl işlem ekipmanı olarak tepsiler, karıştırıcılar ve konveyör bantları [11] yaygın bir kullanım alanı bulmaktadırlar.

3. SÜPERALAŞIMLARA UYGULANAN KAPLAMALAR

Şimdiye kadar yapılan yüksek sıcaklık kaplamaları, altlık malzemelerin alaşım bileşenleri, üretim yöntemleri veya soğuma tasarımları gibi gelişmelerden bağımsız olarak yapılmıştır. Teknolojinin gelişmesiyle birlikte yüksek sıcaklık türbin motorları ve / veya yüksek sıcaklık yapısal malzemelerin kaplama teknolojileri de hızla gelişmektedir. Ancak altlık malzeme olarak kullanılan alışılmamış malzemeler ve hızla gelişen kaplama sistemlerinin, son ürünlerin kullanım ömrünü belirlemede ortak çalışmaları gerekmektedir. Bu amaçla süperalaşım malzemelere temel olarak uygulanan kaplamalar şunlardır:

- PVD (Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi)
- CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi)
- Termal Spreyleme Yöntemi
- TBC (Termal Bariyer Kaplama Yöntemi)

Bu yöntemlerden PVD kaplama yönteminin detayları bir sonraki bölümde anlatılmıştır.

3.1. Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) Yöntemi

Kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi, ısıtılan altlık malzeme üzerinde yada civarında katı katot malzeme buharıyla meydana gelen kimyasal tepkimeler sonucunda meydana gelir. Deney koşullarının değiştirilmesiyle – altlık malzeme cinsi, sıcaklığı, reaksiyon meydana getirecek gaz karışımının kompozisyonu, toplam gaz akış basıncı gibi – farklı özelliklerde kaplamalar elde edilir [30].

Temel olarak ısıtılmış bir altlık malzemenin bulunduğu ortam içerisine kimyasal reaksiyon oluşturacak gaz karışımı gönderilir. Pota içerisinde meydana gelen reaksiyonlar sonucunda gaz fazındaki katı parçacıklar altlık malzeme üzerine çökelirler ve kaplama bu şekilde meydana gelir (Şekil 3.1).



Şekil 3.1. CVD yönteminin şematik gösterimi

CVD yönteminde reaksiyon meydana getirecek olan gaz karışımı reaktör içerisinde gönderilir. Altlık malzeme yüzeyinde ya da çevresinde kimyasal reaksiyonlar meydana gelir.

Bu reaksiyonlardan bazıları şunlardır [31]:

- Termal ayrışma reaksiyonları: $AX_{(g)} \rightarrow A_{(k)} + X_{(g)}$ $SiH_{4(g)} \rightarrow Si_{(k)} + 2H_{2(g)}$ $B_2H_{6(g)} \rightarrow B_{(k)} + 3H_{2(g)}$ $Ni(CO)_{4(g)} \rightarrow Ni_{(k)} + 4CO_{(g)}$ $Si(CH_3)Cl_{3(g)} \rightarrow SiC_{(k)} + 3HCl_{(g)}$
- İndirgene reaksiyonları: $2AX_{(g)} + H_{2(g)} \rightarrow 2A_{(k)} + 2HX_{(g)}$ $WF_{6(g)} + 3H_{2(g)} \rightarrow W_{(k)} + 6HF_{(g)}$ $2BCI_{3(g)} + 3H_{2(g)} \rightarrow 2B_{(k)} + 6HCI_{(g)}$ $SiCI_{4(g)} + 2H_{2(g)} \rightarrow Si_{(k)} + 4HCl_{(g)}$
- Yer değiştirme reaksiyonları: $AX_{(g)} + E_{(g)} \rightarrow AE_{(k)} + X_{(g)}$ $Zn_{(g)} + H_2S_{(g)} \rightarrow ZnS_{(k)} + H_{2(g)}$ $SiCl_{4(g)} + CH_{4(g)} \rightarrow SiC_{(k)} + 4HCl_{(g)}$ $SnCl_{4(g)} + O_{2(g)} \rightarrow SnO_{2(k)} + 2Cl_{2(g)}$

Bu yöntemde gaz akışının yanı sıra sıcaklık da kullanıldığından dolayı beş önemli reaksiyon bölgesi (Şekil 3.2) meydana gelir. Kaplama tabakasının özellikleri bu reaksiyon bölgesindeki etkileşimlerden etkilenirler. Öncelikle temel gaz karışımı, altlık malzeme üzerinden geçer. Birinci reaksiyon bölgesinde temel gaz akımının yanı sıra, buhar içerisinde homojen reaksiyonlar meydana gelebilir. Bu reaksiyonlar da istenmeyen homojen çekirdeklenme sonucunda yassı ve yapışmayan çekirdekler oluşturabilirler. Bazı durumlarda, bu reaksiyonlar, homojen çekirdeklenme ile birlikte olmadıklarında; olumlu olabilirler.

Heterojen reaksiyonlar ise ikinci bölgede, buhar ve kaplama arayüzeyinde meydana gelirler. Bu reaksiyonlar birçok sistemde kaplama hızını ve kaplama özelliklerini belirlerler.

Uygulama sürecinde nispeten yüksek sıcaklıklar da kullanılabilir. Bu durumda üçüncü ve beşinci bölgelerde faz dönüşümleri, rekristalizasyon, çökelti oluşumu ve tane büyümesi gibi katı hal dönüşümleri meydana gelebilir.

Dördüncü bölge difüzyon bölgesidir ve burada ara fazlar meydana gelebilir. Burada meydana gelen reaksiyonlar ise kaplama tabakasının altlık malzeme yüzeyine yapışması açısından önemlidir [31].



Şekil 3.2. CVD kaplama yönteminde meydana gelen bölgeler

CVD yönteminin, termal aktifleştirilmiş CVD (TACVD), termal atmosferik CVD (APCVD), düşük basınç CVD (LPCVD), plazmayla desteklenmiş CVD (PECVD) gibi pek çok çeşidi vardır.

Bu yöntem mikroelektrik endüstrisi, pasivasyon tabakaları, oksit bariyerleri, optik fiberler ve aşınma, korozyon ve termal dayanımın istendiği üretimlerde kullanılmaktadır.

3.2. Termal Sprey Yöntemleri

Termal sprey, tasarlanmış parçaların kaplama ya da tamir nedeniyle yeniden kaplama işlemlerinin uygulandığı endüstriyel bir uygulamadır. Metaller, alaşımlar, metal oksitler, metal / seramik karışımları, karbürler, çubuk ve teller, kompozitler geometrilerine uygun biçimde kaplanabilirler. Termal sprey kaplamaları fonksiyonel yüzey koruma veya altlık malzeme davranışlarını değiştirebilecek özellikler sağlarlar. İyileştirme ve onarım, korozyona karşı koruma, aşınma, elektrikli iletken ve yalıtkanlar, nete yakın biçim üretimde, sızdırmazlık uygulamalarında, dekoratif amaçlar gibi pek çok uygulamada kullanılırlar.

Termal sprey yöntemi uygulanmaları kolay, uygulanan işleme göre göreceli olarak düşük maliyetli ve neredeyse pek çok endüstride yararlı niteliklere sahip bir uygulamadır. Bu yararlar çevre dostu olması, genel olarak düşük maliyetli olması, parça ömrünü ve / veya performansını artırmasıdır [32].

Termal sprey yöntemleri, elektrik arkı veya gaz kullanılarak elde edilen yoğun ısının kullanılmasıyla, besleyici hammaddenin ergitilerek yüzey pürüzlülüğü arttırılmış altlık malzeme üzerinde biriktirilmesidir. Partiküller kaplama yüzeyine ulaştıklarında hızlı bir şekilde katılaşırlar. Daha sonra yüzeye ulaşan partiküller ise kaplama tabakasının kalınlaşmasına neden olurlar (Şekil 3.3).



Şekil 3.3. Termal spreyleme yönteminin genel şematik gösterimi

Yöntemin; toz alev sprey, tel alev sprey, detonasyon tabancası, yüksek hızlı oksi yakıt (HVOF), elektrik ark spreyi, plazma sprey, atmosfer kontrollü plazma sprey (CAPS), hava plazma sprey (APS), düşük basınçlı hava plazma sprey / düşük vakum hava plazma sprey (LPPS / LVPS), soğuk sprey, şeklinde ticari kullanımları mevcuttur.

Ancak süperalaşımlara uygulanan kaplamalarda genellikle plazma sprey ve yüksek hızlı oksi yakıt (HVOF) yöntemleri kullanılmaktadır.

3.2.1. Plazma spreyleme yöntemi

Plazma ile yüksek ısı elde imkanı sağlanması yüksek ergime noktasına sahip seramik ve metal esaslı alaşım tozlarının kaplama uygulamalarında kullanılmasın mümkün kılar. Seramikler, yüksek aşınma ve sertlik özellikleri, hammaddesinin yaygınlığı ve ucuzluğu, korozyon, oksitlenme ve düşük termal iletkenlikleri ve yüksek termal çevrim sayısı özelliklerinin avantajıyla önemli bir kaplama malzemesi konumundadırlar.

Plazma sprey işleminde, suni bir plazma oluşturularak yüksek sıcaklığa ulaşılır. Plazma, kaplama tabancası içerisinde su soğutmalı bakır anot ile toryumlu tungsten katot arasında oluşturulan doğru akım ile oluşturulur. Anot ve katot arasındaki elektrik arkı, bu gaz içerisinde plazma arkı yaratır. Böylece yüksek sıcaklıklar meydana gelir. Isınan gazlar genleşir. Kaplama tozlarını plazma huzmesinin içerisine beslemek için argon taşıyıcı gaz olarak kullanılır. İyonize gaz içerisinde ergiyen tozlar, çok hızlı bir şekilde önceden hazırlanmış taban malzeme yüzeyine püskürtülür. Yüzeye çarpan ergimiş veya yarı ergimiş

tozlar / partiküller yassılaşır, lamelli bir hal alır ve çok ani soğuma sonucu katılaşır [33]. Plazma spreyleme yönteminin şematik resmi Şekil 3.4' te gösterilmiştir.



Şekil 3.4. Plazma sprey yönteminin şematik gösterimi

3.2.2. HVOF yöntemi

HVOF termal sprey sistemi alev sprey sisteminin başka bir çeşididir, ancak kaplama malzemesi olarak yalnızca toz formdaki malzemeler kullanılabilir. Bu yöntemle eriyik haldeki partiküller süpersonik hızlara çıkabilirler ve kazandıkları kinetik enerji sayesinde yoğun, düşük gözenekli, yüksek yapışma mukavemetine sahip kaplamalar üretilebilir. HVOF sisteminde oksijen ve sıvı veya gaz haldeki yakıtın karışımı kullanılır.

Propilen, propan, doğal gaz veya hidrojen gibi gaz haldeki yakıtlar kullanılabileceği gibi sıvı yakıtlar da uygun sistemlerde kullanılabilir. Toz haldeki kaplama malzemesi tabanca içerisindeki yanma odasına, taşıyıcı gaz olarak azot kullanılarak iletilir. Yakıt, oksijen ile tabanca içerisinde karıştıktan sonra nozülden dışarıya püskürtülür. Ateşleme işlemi tabanca dışında gerçekleştirilir.

Ateşlenen yakıt kaplama malzemesini çevreleyerek, kaplama tozunu ısıtır ve taban malzeme üzerine iletir (Şekil 3.5). Toz malzemenin kazandığı yüksek kinetik enerjiden dolayı tamamen ergimeye gerek yoktur. Parçacık yarı ergimiş halde ve plastik deformasyona uğramış bir şekilde taban malzeme üzerine çarpar ve yüzeye yayılarak kaplamayı oluşturur. HVOF termal sprey sisteminin en önemli özellikleri şöyle sıralanabilir: Temiz, sert ve yoğun yapıda, yüksek bağ mukavemetine sahip, korozyon ve

aşınma direnci yüksek kaplamalar üretilebilmesi, termal kalıntı gerilmelerin oldukça düşük seviyede olması, karmaşık geometrilerin kaplanmasına olanak vermesi ve sistemin tam otomatik olarak kullanılabilir olması [33].



Şekil 3.5. HVOF yönteminin şematik gösterimi

3.3. Termal Bariyer Kaplama (TBC) Sistemi

Termal Bariyer Kaplama (TBC) sistemleri tipik olarak; bir süperalaşım altlıktan, sıcaklık yalıtımı sağlayan seramik bir üst kaplamadan (Top Coat – TC), seramik üst kaplamanın metalik altlığa yapışmasını sağlayan ve altlığı oksitlenmeye karşı koruyan bir bağ kaplamadan (Bond Coat - BC), ve kaplama işlemi esnasında oluşup, servis esnasında bağ kaplamanın oksitlenmesiyle büyüyen bir "Termal Büyüyen Oksit" ten (Thermally Grown Oxide - TGO) meydana gelir (Şekil 3.6) [34].



Şekil 3.6. TBC yönteminde meydana gelen kaplama tabakaları

Bağ kaplama tabakası TBC sisteminde önemli bir bölümdür. Bu tabaka altlık malzemeyi oksidasyon ve korozyondan korumak zorunda olmakla birlikte, seramik üst tabakanın da altlık malzemeye etkili bir şekilde yapışmasını sağlamalıdır. Günümüzde bağ kaplamalar temel olarak M (Cr, Al, Y) tipi tabakalardan ya da Pt – modifiye Alüminitlerden (NiAl, NiPtAl) meydana gelmektedir. Bu intermetalik bağ kaplamaların oksidasyon dayanımı, onun koruma sağlayan harici alümina kademesinin (TGO) bağ kaplama ve seramik üst tabaka arayüzeyinde oluşturmasını ve sürdürmesini temel alır. Oluşan bu TGO, genellikle birkaç µm kalınlığındadır ve seramik tabakanın metal yüzeye yapıştıran bir tutkal gibi davranır. Bu alümina tabakasının oluşumu ve büyümesi TBC kaplamanın servis ömrünü sınırlandıran temel sebep olduğu düşünülmektedir.

Önceden M (Cr, Al, Y) tipi kaplamalar Hava Plazma Sprey (APS) ile uygulanırken; mümkün olduğu durumlarda LPPS, VPS ve HVOF yöntemleri de kullanılmaktaydı. Ancak EB – PVD TBC geliştirildiğinden beri M (Cr, Al, Y) tipi kaplamalarda bu yöntem kullanılmaktadır.

Seramik üst kaplama tabakasının üretiminde ise geniş ölçüde EB – PVD ve APS yöntemleri kullanılır. EB PVD yöntemi ile üretilmiş kaplamanın mikroyapısı APS yöntemi ile üretilmiş olan kaplamanınkinden farklıdır. APS yöntemi sonucunda lehva şeklindeki partiküllerin mikro çatlaklarla çevrili ve gözenek miktarı % 10 – 20 civarındadır. Bu kaplamaların büyüme mekanizması temelde mekanik ve laminer yapı içerisinde plaka şekilli ve kaplama yüzeyine paralel boşluklar içerir.

EB PVD ile üretilen seramik kaplama tabakası ise sütunsal bir mikroyapıya sahiptir. Ayrılmış doğal her bir sütun, çekme dayanımını artırmakta ve seramik üst tabaka ile ana malzeme arasındaki termal genleşme katsayısının uyuşmasını sağlamaktadır.

Zirkonya (ZrO₂) esaslı seramik kaplamalar düşük termal iletkenlikleri ve seramikler arasında yüksek termal genleşme katsayısına sahip olduğu için ve seramik üst tabaka ile bağ tabaka arasındaki zararlı arayüzey gerilimini azaltması nedeniyle genellikle seramik üst kaplama tabakasında kullanılırlar. ZrO₂, polimorfik bir malzeme olup, 1100 °C' de monoklinik yapıdan tetragonal kristal yapısına dönüşürken; 2370 °C'de tetragonal yapıdan kübik yapıya dönüşmektedir. Yüksek sıcaklıklarda kübik yapıdaki bu fazı kararlı hale getirebilmek için yeterli miktarda Yittria (Y₂O₃), Magnezyum oksit (CaO) ve Seryum oksit (CeO₂) takviyesi yapılır. Düşük konsantrasyonlarda, kısmi kararlılık durumu meydana gelir ve soğuma meydana gelse bile üç fazın tamamı aynı şekilde kalır. Kısmi kararlı Zirkonya, TBC sisteminde daha iyi termal şok direnci ve düşük termal genleşme katsayısına sahip olduğu için, tamamen kararlı hale gelmiş Zirkonya' ya göre daha üstündür [35].

3.4. PVD Kaplama Yöntemleri

PVD tekniği, vakum altında bulundurulan malzemelerin buharlaştırılarak veya sıçratılarak atomların yüzeyden kopartılması ve kaplanacak olan alt malzeme yüzeyine (atomsal veya iyonik olarak) biriktirilmesi esasına dayanır [36].

Faraday' in 1850 yılında metalleri vakum altında buharlaştırarak ürettiği kaplamalar, PVD yönteminin ilk uygulaması olarak kabul edilebilir. 1888 yılında Kundt bu yöntem ile üretilmiş ince filmlerin yansıtma özellikleri üzerine bir takım çalışmalar yapmıştır. Bunu takip eden yıllarda, ince metal film tabakaların kinetiği, gazların difüzyonu ve gaz-metal reaksiyonları üzerine bir takım akademik çalışmalar yapılmıştır. II. Dünya Savaşı yıllarında vakum teknolojisinde elde edilen gelişmeler neticesinde PVD tekniği, endüstriyel uygulamalarda kullanılmaya başlanmıştır [37].

PVD yönteminde kaplama malzemesi katı, sıvı veya gaz kaynağından kimyasal olarak değil de fiziksel olarak elde edilip atomik, moleküller veya iyon şeklinde yüzeye gönderilir. Genellikle CVD kaplama işleminden çok daha soğuk olan (50 – 500 °C) ana malzeme yüzeyinde kimyasal reaksiyonlar meydana gelebilir. Ancak böyle bir reaksiyonun oluşumu gerekli değildir. PVD işleminin nispeten düşük sıcaklıkta uygulanışı, yöntemi ilgi çekici kılmaktadır. Ayrıca, kaplama işlemi tamamlandıktan sonra ana malzemenin mikro yapısı ve özelikleri etkilenmemektedir [37].

PVD yöntemleri bazı üstün özellikleri sebebiyle kaplama teknolojisinde önemli bir yere sahiptirler. Bu özellikler şu şekilde sıralanabilir [38]:

 a) PVD teknolojisiyle teorik olarak tüm metal, alaşım, seramik ve polimer kaplamaları elde etmek mümkündür. Yani hemen hemen her kaplama, her taban malzeme üzerine biriktirilebilir.

- b) PVD teknolojisiyle kaplamaların yanı sıra, saç, folyo, boru gibi parçalar da biriktirilebilir.
- c) Kaplamalar mükemmel yapışma özelliğine sahiptirler.
- d) Biriktirme hızı aralığı oldukça geniştir; bu nedenle yüksek hızda üretim yapılabilir.
- e) Kaplama sonrası yüzey pürüzlülüğü, taban malzemenin yüzey pürüzlülüğüyle yaklaşık aynı olduğu için, kaplama sonrası zımparalama ve parlatma gibi yüzey işlemlerine ihtiyaç duyulmaz.
- f) PVD yöntemlerinin hiçbirinde, çevre problemlerine yol açan zehirli atıklar oluşmaz.
- g) Kontrollü vakum ortamı ve saf kaynak malzemelerinin kullanılması nedeniyle yüksek saflıkta birikimler elde edilir [38, 39]. PVD yöntemleri Şekil 3.7' de gösterilmiştir.



Şekil 3.7. Fiziksel buhar biriktirme yöntemleri

3.4.1. Buharlaştırma teknikleri

Rezistansla buharlaştırma

Rezistanslı ve indüktif buharlaştırma sistemli PVD kaplamalarda, buhar fazının elde edileceği kaplama malzemesi yüksek sıcaklıklara dayanıklı refrakter potalar içerisine yerleştirilir. Rezistanslı sistemde ısıtma, pota veya potalar etrafina sarılmış rezistans telleri ile sağlanır [37]. Pota malzemesi olarak genellikle Molibden (Mo) veya Tungsten (W) gibi

refrakter malzemeler ya da $TiB_2 - BN$ gibi bir metaller arası bileşik kullanılır. Bu yöntem Al, Cu, Ag ve Pb gibi düşük ergime sıcaklığına sahip malzemelerin buharlaştırılmasında kullanılmaktadır [39].

Bu yöntem ile biriktirilen film kalınlığı, gaz fazın elde edildiği potanın merkezinden yanlara doğru azalmaktadır. Bu problemin giderilmesi için numune tutucular, vakum odası içerisinde kompleks olarak hareket ettirilirler. Bu yöntemler ile buhar fazının elde edildiği sistemler daha çok düşük ergime sıcaklıklı malzemeler için kullanılır [37]. Rezistansla buharlaştırma yöntemi taslak olarak Şekil 3.8' de gösterilmiştir.

Bu yöntemde buharlaştırılacak malzemenin yerleştirildiği pota da buharlaşarak filmin saflığını bozabilir [38].



Şekil 3.8. Rezistansla buharlaştırma yönteminin şematik gösterimi

Elektron bombardımanıyla buharlaştırma

Bir elektron kaynağı aracılığıyla sağlanan elektronların, buhar fazın elde edileceği malzeme üzerine yönlendirilmesi neticesinde ısıtma işlemi gerçekleştirilir. Elektronların odaklanması kolayca yapılabildiği için, yüksek güç yoğunlukları elde edilebilir ve yüksek ergime sıcaklığına sahip malzemeler kolayca buharlaştırılabilir. Buharlaştırılan malzemelerin ergime sıcaklığıyla ilgili bir kısıtlama olmadığı için, bu yöntem gün geçtikçe daha yaygın hale gelmektedir. Yöntemde elektronlar, elektron tabancası veya oyuk katot yöntemleriyle üretilebilirler. [39].

Elektron tabancası yönteminde, bir flaman tel üzerinden akım geçirilerek telin ısınması ve elektron yayması sağlanır. Elde edilen elektronlar bir manyetik alan yardımıyla hızlandırılarak yönlendirilirler. Elektronları hızlandırmak için 6-10 kV civarında bir potansiyel kullanılır.

Oyuk katot yönteminde ise, oyuk bir silindir içinde inert gazların kullanımıyla oluşturulan plazma yardımıyla elektron üretimi gerçekleştirilir [38]. Bu yöntemin şeması ise Şekil 3.9' da gösterilmiştir.



Şekil 3.9. Elektron bombardımanıyla buharlaştırma yöntemi

İndüksyonla Buharlaştırma

Elektron ışınımıyla buharlaştırmada olduğu gibi indüksiyonla ısıtmada da, oluşan ısı potaya değil; direkt olarak buharlaştırılacak malzemeye yönelir. Bu nedenle istenmeyen pota reaksiyonları ve pota malzemesinin buharlaşması engellenmiş olur. Bu yöntem özellikle Ti, Al gibi malzemelerin buharlaştırılması için uygundur [39].

Katodik Ark Buharlaştırma

Katodik ark yöntemiyle film oluşturma yöntemi neredeyse en eski PVD yöntemlerinden birisidir. İlk kaplamalar 1760'lı yıllarda Joseph Priestley tarafından tesadüfi bir yolla elde edilmiştir [4]. Ancak Priestley' in tanımlamaları günümüz bilgileri içerisinde önemi sonradan anlaşılan çok sayıda şaşırtıcı detay içermektedir. Priestley, elektrik etkilerini çalışabilmek için bir yığın Leyden şişesi kullanmıştır. O sıralarda, elektrik iletimini sağlamak amacıyla geleneksek olarak pirinçten yapılmış zincirler kullanılırken, akım zincir üzerinde ilerlerken havada kısa arklar meydana geliyordu.

Tesadüfen, Priestley zincirin alt tarafına cam plaka yerleştirmiş ve her oluşan kısa ark cam yüzeyinde bir kaplama tabakası meydana gelmiştir (Şekil 3.10).



Şekil 3.10. Joseph Priestley tarafından 1700' lü yılların ortalarında katodik ark yöntemi ile metal ve oksitlerinin biriktirilmesi . Soldaki metal zincir elektrik iletkenliğini sağlarken, kısa arklar sonucunda oluşan kaplama izleri sağda gösterilmiştir [4]

PVD yönteminde, nötr veya iyonize metal atomları vakum ortamında yoğunlaştırılarak biriktirilir. Katodik ark biriktirme yöntemi de bu yöntemlerden birisidir. Ti – Al esaslı kaplamalarda geniş ölçüde bu yöntemler kullanılmaktadır.

Katodik ark buharlaştırma yönteminde, katı formdaki metalik bileşenin buhar faza geçmesi buharlaştırma kaynağının ısıtılmasıyla gerçekleşir. Katodik ark buharlaştırma tekniği



(Şekil 3.11) Ti ve Al gibi ergime sıcaklıkları farklı bileşenlerden meydana gelen alaşımların buharlaştırılmasına imkan verir.

Şekil 3.11. Katodik ark buharlaştırma yöntemi

Ark buharlaştırma sırasında küçük ve sınırlı bir katodik alan yüksek ark enerjisi ile buharlaştırılır. Ark izininin sıcaklığı 2500 °C civarındadır. Bu sıcaklıkta katı malzeme hemen buharlaşacaktır [40]. Şekil 3.12' de katot yüzeyindeki arkın sebep olduğu ergime ve buharlaştırma gösterilmiştir. Her bir noktadaki elektrik boşalması yaklaşık 10 – 20 ns kadar sürmekte ve ardından hemen komşu bölgede yeni bir ark tetiklenmektedir. buharlaşan hedef malzemesi büyük ölçüde iyonize olmaktadır. İyonlaşma derecesi ise hedef malzemenin türüne göre değişmektedir. Ergime sıcaklığı düşük malzemelerde % 20 iyonlaşma elde edilirken, yüksek ergime sıcaklıklı metallerde % 100 iyonlaşmaya kadar çıkılabilmektedir [41].



Şekil 3.12. Katot yüzeyinde ark nedeniyle meydana gelen ergime ve buharlaşma [41]

Katodik ark yönteminde çok yüksek miktarda katot atomu iyonize olur. Ortaya çıkan iyonlar büyük bir hızla taşınırlar [40]. Biriktirme sırasındaki enerji, kaplamaya katılan iyonize atomların atomik kütlelerine bağlıdır ki bu atomlar aynı zamanda hız aktarımını da sağlarlar. Katodik ark biriktirme yöntemi katotta yüksek oranda iyonizasyon meydana gelmesi nedeniyle, biriktirilen atomların atom kütleleri çok büyüktür. Bu durum da yüksek kaplama oranı (deposition rate) ve yoğun bir kaplama tabakası eldesi sağlar [42].

Vakum kalitesi üstün performansta ark kaplamaların elde edilmesinde en önemli koşullardan birisidir. İyi ayarlanmayan bir vakum ortamında kaplanan malzemelerde birçok problem ile karşılaşılır. Örneğin oksitlenmeye sebep olan oksijen gazı, yüzeye yapışmanın zayıf olmasına ve düşük yoğunlukta filmlerin oluşmasına neden olur.

Isıtma işlemi, ana malzeme sıcaklığını belirli bir değere yükseltmek ve kaplanacak yüzey üzerindeki maddeleri oksit tabakalarını uzaklastırmak organik ve amacıyla uvgulanmaktadır. Ana malzeme sıcaklığı oluşacak filmin mikro yapısını etkileyen baslıca parametredir. Isitma radyasyon, ana malzeme tutucusundan isi iletimi ya da hizlandirilmiş parçacıklar (elektronlar veya metalik iyonlar) yardımıyla gerçekleştirilmektedir. Kaplama malzemesi metalik iyonların ana malzeme yüzeyini dağlamaları (sıçratma) ile hem malzeme ısıtılmakta hem de kaplama ana malzeme arasında yapışmayı artıran ara tabaka oluşturulmaktadır. İyon bombardımanı ısıtması düşük ısı kapasiteli bir ana malzeme ile çalışıldığında yüzey sıcaklığının kolayca artması nedeniyle yeterli olmaktadır. Ancak yüksek ısı kapasiteli bir metal iyon bombardımanına tabi tutulduğunda yüzey sıcaklığı hemen artmayacaktır. İyonlar ve damlacıklar ısıtma başlatıldığında soğuk ana malzeme

yüzeyine harekete geçerler. İyonlar soğuk yüzeye çarptıklarında yoğunlaşarak tane haline gelirler ve daha fazla hareket edemezler. Tane halindeki bu tabaka düşük yapışmaya ve kubbe şeklinde kaba taneli bir mikro yapıya sebep olacaktır (Z1 bölgesi-Bölüm 4' te daha detaylı anlatılmıştır.). Bu tür mikro yapı malzemenin özelikle korozyon direncinin düşük olmasına neden olur. Ana malzeme sıcaklığının yüksek olduğu durumda yapışma çok iyi olacak ve damlacıklar dökülmeyecektir. Sonuç olarak yüksek ısı kapasiteli metaller için sadece iyon bombardımanı ısıtması kullanılması uygun değildir. Bu tip metallerle çalışıldığında ilave ısıtma birimleri kullanılarak, yapışma ve yüzey pürüzlülüğü özelliklerini geliştirecek ana malzemede yüksek sıcaklık elde edilmelidir [40].

Katodik ark biriktirme ile elde edilen kaplamalar, iyon bombardımanı veya iyon oyma sayesinde yüksek oranda yüzeye yapışma özelliğine sahiptirler. Bu bombardıman sırasında, altlık malzemeye 500 – 2000 V arasında negatif bias voltajı uygulandığında katotta yüksek enerjili metal iyonları üretilir. Temizlik ve altlık malzemenin ısıtılmasına rağmen, iyon bombardımanıyla yüksek enerjili metal iyonları altlık yüzeyine çarptıklarında yüzeyi deforme edebilirler ya da angstron seviyesinde kafes içerisine yerleşebilir. Bu durum altlık malzeme yüzeyinde atomik seviyede hatalar ve pürüzlülük meydana getirir. Atomik seviyelerde meydana gelen bu pürüzlülüğün, kaplamanın yüzeye yapışmasını iyileştirdiğine inanılmaktadır [41].

Katodik ark buharlaştırma yönteminin temel dezavantajı ise makro partiküllerdir. Makropartiküller, katot noktasında sıvı yada katı birikintilerdir. "Makro" olarak adlandırılmalarının sebebi ise; iyonlar, atomlar ve elektronlara kıyasla kütle halinde olmalarıdır. Oluşan partikül boyutları malzeme özelliklerine ve uygulanan güç yoğunluğuna bağlı olarak değişiklik göstermektedir. En büyük olarak tanımlanan partikül boyutu 10 µm seviyelerinde iken, bu büyüklük malzemenin düşük ergime sıcaklığına sahip oluğu durumlarda biraz daha büyüyebilmektedir.

Makropartiküller, katottan uzaklaşırlarken genellikle sıvı fazdadırlar. Refrakter malzemeler ve grafit gibi malzemelerin oluşturduğu partiküller doğal olarak akkor hale geldiklerinden gözle görülebilirler.

Bu partiküller kaplama yüzeyine ulaşır ulaşmaz, sanki kaplama yapacaklarmış gibi büyüyen kaplama tabakasına yapışarak birleşirler. Ancak durum bu şekilde değildir [4].

Aslında bu parçacıklar çarpışma öncesinde katı hale gelmiş ve geri sıçrama ihtimali olan parçacıklardır. Makropartiküllerin geri sıçraması ise büyüyen film üzerinde hatalara neden olur.

Bu konik şekilli makropartiküllerin kaplama tabakasına ulaştıktan sonra, kaplamanın büyümesine vereceği olumsuz etki, kaplamayla birleşerek vereceği etkiden daha büyüktür (Şekil 3.13) [4].



Şekil 3.13. Makropartiküllerin kaplama tabakasına etkisi [4]

Makro damlacıklar, düşük ergime sıcaklığına sahip malzemelerin ((Ti, Al)N kaplamadaki Al gibi) ark buharlaştırma yöntemi sırasında damlacık oluşturmaları sonucunda meydana gelirler. Aynı zamanda katodik ark yöntemi esnasında çok hızlı buharlaşan fazla sayıdaki atomların iyonize olamadan altlık malzemeye ulaşması da söz konusudur. Fazla sayıdaki bu nötr atomlar katot ve altlık malzeme arasındaki uçuş sırasında bir araya gelerek makro partikülleri meydana getirebilirler.

Kaplanmış yüzeydeki yüzey pürüzlülüğü dekoratif kaplamalarda, elektrik ve optik uygulamalarında istenmeyen bir durumdur. Bu problemi azaltabilmek adına girişimler mevcuttur [42]. Filtreli ve filtresiz katodik ark yönteminde meydana gelen makro partiküllerin görüntüleri Resim 3.1' de gösterilmiştir.



Resim 3.1. Katodik ark yöntemi yüzey morfolojisi değişimi,(a) Filtreli katodik ark buharlaştırma yöntemi,(b) Filtresiz katodik ark buharlaştırma yöntemi [42]

Bu tez çalışmasında da kullanılacak olan filtresiz katodik ark bukarlaştırma yöntemi genellikle sert kaplamalar (iki, üç, dört bileşenli ve çok katmanlı kaplamalar) ve dekoratif kaplamalar için kullanılmaktadır.

Bu yöntem kullanılarak üretilen en önemli iki bileşenli kaplama sistemi; parlak sarı rengi, mükemmel aşınma ve korozyon dayanımı nedeniyle TiN' dür. Yüksek şarj miktarlardaki kaplayıcı madde olarak kullanılan TiN ile matkap uçları, kesici uçlar gibi kesici takımlar kaplanmıştır.

CrN, ZrN, HfN gibi diğer iki bileşenli sistemler, bazı uygulamalarda TiN' e göre avantajlara sahiptirler. Örneğin, CrN TiN'e göre daha düşük sürtünme katsayısına sahipken, ZrN titanyum esaslı süperlaşaımların işlenmesinde daha üstün özelliklere sahiptir. Yüksek hızla uygulanan işlemelerde kesici uç, oksitleyici bir atmosferde yaklaşık 1000 °C gibi yüksek sıcaklıklara maruz kalır. Bu koşullar altında TiN oksidasyon sebebiyle başarılı olarak çalışamaz. Geçmişte ve günümüzde hala daha gelişmiş malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır [4].

1980' lerin sonlarına doğru Ti_{1-x}Al_xN, (Ti, Al)N yada kısaca TiAlN kaplamaların, yüksek sıcaklıklarda TiN' e göre daha iyi oksidasyon direnci ve sertliğe sahip olmaları nedeniyle kesici takım kaplamalarında daha üstün özelliklere sahip olacağı ortaya çıkmıştır. Ancak dekoratif kaplamalarda grimsi rengi nedeniyle TiN' ün yerini alamamıştır [4].

TiAlN kaplamalarda katot olarak ya alaşımlı malzeme kullanılır, ya da biri Ti diğeri Al olmak üzere iki katot kullanılır. Ancak çift katot kullanıldığı durumda oluşacak kaplamanın Ti – Al oranın istenilen düzeyde tutulması zordur.

Çeşitli Ti_{1-x}Al_x katotlar kullanılarak elde edilen ve başka bir işleme maruz kalmamış kaplamaklar yoğun ve kolonsu yapıda bir mikroyapıya sahiptirler. Al içeriği olan $x \le 0.66$ olduğunda yapı yarı kararlı kübik fazda iken; daha yüksek Al içeriğinde (x = 0.74' e ulaştığında) ikinci bir hegzagonal faz meydana gelir. Yüksek Al oranı (200) düzlemine kayar ve kaplamadan sonra islem görmemis durumlarda sertlik değerleri 32 GPa' a kadar artış gösterir. TiAlN kaplamalar 900 °C'de ısıl işlem gördüklerinde faz kompozisyonları ve tane büyüklükleri değişmez. Ancak, sıcaklık 1100 °C' ye ve Al içeriği %67 üzerinde bir katotla kaplama yapıldığında c-TiN ve h-AlN arasında spinodal ayrışma ile c-TiN ve c-AlN şeklinde faz ayrışmaları meydana gelir [4, 43]. Faz sayısının iki veya daha fazla olması yapı içerisindeki dislokasyon hareketliliğini arttırdığı için mukavemette artış görülür. Bu nedenle yüksek sıcaklıklardaki nanoyapılı bu yapı, kaplama sertliğini arttırır ve kaplamanın yük altındaki üstün özelliklerine katkı sağlar. Hörling ve arkadaşları, kafes kusurlarının yok edilmesi vasıtasıyla kalıntı gerilim gevsemesinin yaklasık olarak c-TiN ve c-AlN uyumlu nanokompozit yapıların oluşumuyla meydana gelen sertlik ile dengelendiğini ortaya koymuşlardır ve bu nedenle sertliğin ısıl işlem ile değişmediği tahmin edilmektedir.

Araştırma ve geliştirmelere bağlı olarak yapısında Ti, Al, Cr içeren üç bileşenli sistemler de meydana getirilmiştir. Örneğin, Ti – Cr – N sistemi, Cr içeriği % 10' dan daha az olduğunda tek faza, c – (Ti Cr)N, sahipken; Cr içeriği % 17 - % 58 aralığında olduğunda kübik (TiCr)N' ün yanısıra hegzagonal β - (CrTi)₂N yapısı da meydana gelir. İki fazlı bu nanoyapılı kaplamalar, Cr içeriği % 25 - % 30 aralığındayken, 0,5 N yük altında maksimum 3700 – 3900 Vickers sertliğe ulaşırlar.

Üç bileşenli sistemlerle yapılan kaplamalardan $Ti_{0.94}Hf_{0.06}N$ ve $Ti_{0.92}Nb_{0.08}N$ gibi nitrürler, sinterlenmiş karbür uçlara uygulanırlar.

Ancak üç bileşenli sistemlerde her zaman iki bileşenin de metal olmasına gerek yoktur. İşlem gazları sistemdeki diğer iki kaynağı oluşturabilir. Karbo – nitrürler bu konuda öne çıkan örneklerdir. Ti C_xN_{1-x} bileşeninin eldesi için N₂ ve CH₄ gazları kullanılır [4].

3.4.2. Sıçratma teknikleri

Diyot Sıçratma

Şekil 3.14' te şematik olarak gösterilen diyot sıçratma sistemi, biri anot diğeri katot olmak üzere karşılıklı yerleştirilmiş bir çift düzlemsel elektrottan oluşmaktadır. Katodun plazma ile teması halinde olan üst yüzeyinde kaplama malzemesi, katodun altında ise su soğutmalı hazne bulunmaktadır. Kaplanacak malzeme anoda yerleştirilmektedir. Sıçratma haznesi vakum altına alındıktan sonra basınç 13.3 Pa (10 – 1 torr) olacak sekilde argon gazı gibi soy bir gaz hazneye verilip, elektrotların arasına birkaç kV luk gerilim ve $1 - 10 \text{ k}\Omega$ luk direnç uygulandığında, parlama deşarjı (glow discharge) oluşmaktadır. Parlama deşarjındaki pozitif iyonlar katot yüzeyine çarpmakta ve buradan kaplama malzemesini sıçratarak kaplanacak yüzey üzerinde ince bir film oluşturmaktadır. Kaplama malzemesi iletken ise parlama deşarjı oluşturmak için doğru akım (DC, direkt current) uygulanmaktadır. DC diyot sıçratma denilen bu sistemde kaplama malzemesi yalıtkan olması durumunda parlama deşarjını oluşturabilmek için doğru akımdaki voltaj yerine radyo frekans (RF, radio frequency) voltaj kullanılmaktadır. Bu sistem ise RF diyot sıçratma olarak isimlendirilmektedir. Diyot sıçratma yöntemi kolaylığı nedeniyle yaygın şekilde kullanılmasına rağmen ikincil elektronların kullanılmaması, düşük biriktirme hızı, yüksek enerjili partiküllerin bombardımanına bağlı olarak alt malzemenin fazla ısınması ve oldukça sınırlı biriktirme yüzey alanı gibi birçok dezavantaja sahiptir [44].



Şekil 3.14. Diyot sıçratma sistemi a) DC, b) RF [44]

Triyot Sıçratma

Bu yöntemde düşük basınçlarda iyonlaşmayı arttırmak ve parlama deşarjını sürdürmek için diyot sistemine ilave olarak ısıtıcı ve pozitif potansiyelli bir elektrot bulunmaktadır. Isıtıcı ve elektrot, gaz iyonizasyon derecesini arttırarak sıçratma verimini yükseltmektedir. Katodun karşısına yerleştirilen birincil anot, plazmanın oluşmasını sağlayan gaz iyonizasyonu potansiyeline yakın bir potansiyele sahiptir. Bu şartlar altında düşük basınç değerlerinde dahi homojen bir plazma elde etme imkanı sunmaktadır.

En çok kullanılan triyot sistemi Şekil 3.15'te görülen sıcak katot triyot sistemdir. Sıcak katot termoiyonik emisyon süresince elektron yaymaktadır ve bu elektronlar parlama deşarjı sisteminin içine atılmaktadır. Bu durumda iyonizasyon etkinliği artmaktadır.

Böylece parlama deşarjı daha düşük basınçlarda (6.6-0.13 Pa /5.10-2-10-3 torr) ve daha düşük voltaj (50-100V) uygulanarak oluşmaktadır. Bu nedenle triyot sıçratma ile biriktirme hızı (bir kaç yüz nm/dak) diyot sıçratma ile biriktirme hızına göre daha yüksektir. Triyot sıçratma yöntemin temel dezavantajı reaktif gaz varlığında filamanların ömrünün kısalmasıdır [44].



Şekil 3.15. Triyot sıçratma sistemi [44]

Manyetik Alanda Sıçratma

Manyetik alanda sıçratma yönteminde kalıcı mıknatıslar ve elektrik enerjisi etkisi ile hedef malzeme önünde plazma oluşturulur. Kalıcı mıknatıslar aracılığı ile oluşan manyetik alan, hedef malzeme yüzeyine yakın elektronların toplanmasını, bu şekilde iyonlaşma ve sıçratma hızında artış gerçekleşmesini sağlamaktadır. Plazma içinde hızlandırılan iyonlar, hedef malzeme yüzeyinden atom ve moleküllerin sıçratılmasını ve daha sonra altlık malzemesi üzerine birikmesini sağlamaktadır. Manyetik alanda sıçratma yönteminin prensibi Şekil 3.16' de görülmektedir [38].



Şekil 3.16. Manyetik alanda sıçratma yöntemi [38]

Yüksek Frekanslı Sıçratma

Bir doğru akım güç kaynağı ile yalıtkan bir hedef malzemesinin sıçratılması mümkün değildir. Böyle bir sistemde herhangi bir şekilde dışarıdan plazma ateşlenebilse dahi hedef yüzeyine ivmelenen artı iyonlar burada nötr hale geçebilecekleri elektron bulamayacaklar ve yüzeyde bir artı yük oluşturacaklardır. Oluşan bu artı yük yüzeye yeni iyonların ivmelenmesini engelleyecek ve sıçratma işlemine devam etmeyecektir. Diyot düzeneğine alternatif akım kaynağı bağlanarak hedef malzemesi yalıtkan olsa dahi sistemden akım geçirilmesi ve ışıltılı bir boşalma oluşturulması mümkündür.

Ancak bu şekilde elde edilecek bir plazma sisteminde plazmanın elektrik direnci, yalıtkan hedefteki elektrik direncinden çok düşüktür ve gerilim düşüşünün büyük bir kısmı plazma

üzerinde değil, aksine yalıtkan elektrotta meydana gelecektir. Bu şartlar altında plazma içinde elde edilecek iyonlaşmaya rağmen bu hedefte iyonların hedefe yeterince yüksek bir hızda ivmelendirilmesi mümkün olmamaktadır [41].

3.4.3. PVD yöntemleri kullanılarak üretilen çeşitli kaplamalar

TiN Kaplamalar

Endüstriyel uygulamalarda aşınmaya karşı yapılan kaplamaların başında TiN (titanyum nitrür) gelmektedir. Bu kaplamaların avantajları ve özellikleri şöyle sıralanabilir:

• Yüksek sertliği (2800 – 3100 HV) ve düşük ısıl geçirgenliği nedeniyle talaşın takıma ısı transferini engeller ve takımın ısınarak, yumuşamasını önler. Krater oluşumunu ve serbest yüzey aşınmasını minimuma indirir. Bu sebep ile kesme ve ilerleme hızları %20 kadar arttırılabilir.

• Kimyasal kararlılığı yüksek bir malzeme olduğundan iş parçasına yapışmaz, kayganlık özellikleri yükselir. Kesme anında uç birikintilerinin büyümesini engelleyerek iş parçası yüzeyinin temiz çıkmasını sağlar.

• Sürtünme katsayısı düşük olduğu için kesme ve sürtünme kuvvetleri azalır ve buna bağlı olarak takımın ısınmasını önleyerek plastik deformasyonu geciktirir.

• Kimyasal reaksiyonlara girmediğinden iş parçasının çalışma yüzeyleri daha uzun süre aktif kalır. Özellikle paslanmaz çelik iş parçalarında takımdan, iş parçasına demir transferi olmadığı için paslanmayı önler.

• Kaplama yüzeye mükemmel yapıştığından sıvama kenarlarında ve kesici kenarlarda kaplama dökülmesi olmaz. Yüksek tonajlı preslerde dahi yüzeyden dökülmezler.

• Kalınlığı 1-4 µm arasında olduğundan takımların toleranslarını değiştirmezler. Kaplama sonrası ilave bir işlem gerektirmeden takım kullanılır.

• İnce film olduklarından ısıl genleşme katsayıları takımların ısıl genleşme katsayılarını alırlar. Bu nedenle ısıl genleşme ve eğilme ile takım yüzeyinden dökülmezler.

• Renkleri takımlardan farklı olması nedeniyle takımın aşınma miktarı kolaylıkla görülebilir.

TiN kaplama takımların, kalıpların ve diğer makina elemanlarının aşınmalarını engellemesine karşın her türlü aşınma probleminin çözümü değildir. PVD teknikleri ile daha başka birçok metal ve metal bileşiği kaplama yapmak mümkündür. Bu kaplamaların TiN' ün fiziksel özelliklerini taşıması yanı sıra ayrıca ilave değişik özelliklere de sahiptirler [39]. Şekil 3.17' de TiN kaplanmış zımbalar gösterilmektedir.



Şekil 3.17. TiN ile kaplanmış malzemeler [45,46]

<u>AlTiN Kaplamalar</u>

Zafir kaplamalar, özellikle yüksek sıcaklıklarda çalışan kalıp ve takımlar için idealdir. Yüksek kesme sıcaklığında iyi ısıl iletkenliği ve kimyasal kararlılığı ile kesici uçta oluşan ısıyı talaş parçalarına aktarır. Böylece daha yüksek hızlarda çalışmaya olanak vererek daha hızlı üretim, daha az bakım, daha az bileme, daha az ayar sağlayarak üretimin daha verimli olmasını ve parça ömrünün uzun olmasını sağlar. Oksidasyon sıcaklıkları yaklaşık olarak 800 °C civarında olup, sürtünme katsayısı 0,42, sertliği (HV 0,05) 3600 \pm 400 olarak bilinmektedir.

Özellikle sürekli talaş kaldıran takımlarda iyi performans göstermekte, yüksek ömür artışı sağlamaktadır [47].

AlTiN kaplamanın yüksek alüminyum içeriği, çalışma sırasında yüzeyde alümina (Al₂O₃) katmanı oluşumuna yol açarak, takımın ısıl dayanım özelliğini arttırır [38].

TiAlN Kaplamalar

TiN sağladığı tüm avantajlara karşın nikel bazlı süper alaşımlar, titanyum ve titanyum alaşımları, paslanmaz çelikler ve dökme demirler gibi malzemelerin işlenmesi için kullanımında başarısız sonuçlar vermektedir. Bu tür malzemelerin işlenmesi için yüksek hızda çalışmak gereklidir. Yüksek hızda çalışmanın sonucu olarak sıcaklık yükselmektedir. TiN' ün oksidasyon direncinin düşük olması yeni alternatif filmlerin araştırılmasında itici güç olmuştur. TiN filmlere ilave edilen alüminyum, vanadyum gibi elementler kaplamanın oksidasyon davranışını etkilemektedirler [38].

Kaplı filmlere alüminyum ilavesinin temel amacı filmin oksidasyon davranışını geliştirmektir. TiN 300-400°C' de oksitlenmeye başlarken alüminyum içerikleri % 50' ye varan TiAlN filmlerin oksidasyon direnç sıcaklığı 750°C üzerine çıkmaktadır. TiAlN filmlerin yüksek oksidasyon dirençlerinin açıklaması, yüzeyi daha fazla oksidasyondan koruyan refrakter karakterli Al₂O₃ tabakasının oluşumudur [38].

Şekil 3.18'de TiAlN ile kaplanmış kesici takımlara örnek gösterilmiştir.



Şekil 3.18. TiAlN ile kaplanmış kesici takımlar [48,49]

CrN Kaplamalar

Kağıt, tekstil, plastik ve metal enjeksiyon endüstrisinde olduğu gibi abrasif aşındırıcı etkiler mevcut ise kaplama kalınlığı önem kazanır. TiN kaplamaların kalınlıkları 5 μm üstüne çıktığı zaman iç gerilimler artmaktadır. Bu nedenle kalınlıkları maksimum 5-7 μm

kalınlığa kadar yapılabilmektedir. CrN iç gerilimlerin düşük olması nedeniyle 10 μm kalınlığa kadar çıkabilmektedir [39].

Kimyasal kararlılığı TiN kaplamadan daha yüksektir, asidik ve bazik ortamlarda kesinlikle çözünme göstermezler. CrN tabakaların tutunma mukavemetleri düşük sıcaklıklarda TiN' e oranla daha düşüktür. Bunun yanında abrasif aşınmaya karşı yüksek mukavemet gösterdiklerinden ve kalın kaplanabildiklerinde TiN' e göre daha iyi korozyon mukavemeti gösterirler [39].

Oksidasyon sıcaklıkları yaklaşık olarak 700 °C civarında olup, sürtünme katsayısı 0,55, sertliği (HV 0,05) 2800 \pm 400 olarak bilinmektedir. Şekil 3.19' da CrN kaplama uygulanmış mamüller verilmiştir [47].



Şekil 3.19. CrN kaplama uygulanmış mamüller [50,51]

ZrN Kaplamalar

ZrN kaplamalar endüstriyel alanda yaygın uygulaması olan diğer PVD kaplamalar ile kıyaslandığında, düşük sürtünme katsayısına (~0,4) ve yüksek sertliğe (2500-2700 HV) sahip olmakla birlikte, ve kötü adhezyon (yapışma) mukavemeti sebebiyle yaygın uygulama alanına sahip değildir. Genel kullanım alanı demir dışı yumuşak metal ve alaşımların (alüminyum, bakır, bronz, pirinç vb.) iyi soğutmalı ortamlarda kesilmesi ve talaşlı şekillendirilmesi yöntemleriyle kısıtlıdır [39]. ZrN ile kaplanmış ürünler Şekil 3.20' de gösterilmiştir.


Şekil 3.20. ZrN kaplanmış bazı ürünler [52,53]

4. KAPLAMA OLUŞUMU VE YAPISI

Atomik film büyümesi, bir yüzey üzerinde hareketli atomların (adatomlar) yüzeye yoğuşmasının bir sonucudur. PVD yöntemiyle üretilen bir filmin özellikleri dört etkene bağımlıdır. Bu etkenler hem filmin büyüme yapısını hem de elde edilen filmin özelliklerini ve etkiler.

- Taban malzemenin yüzey koşulları; örneğin yüzey morfolojisi (pürüzlülük, inklüzyonlar, istenmeyen partiküller vb.), yüzey kimyası (yüzey bileşimi, yüzey temizliği), yüzeydeki kılcal çatlaklar, gaz salma, tercihli çekirdeklenme merkezleri ve yüzey kararlılığı.
- 2. Biriktirme işleminin detayları ve sistem geometrisi; örneğin adatomların geliş açısı, taban malzeme sıcaklığı, biriktirme hızı, kirletici gazlar ve iyon bombardımanı.
- 3. Taban malzeme yüzeyinde film büyüme detayları; örneğin adatomların yüzeydeki hareketliliği, çekirdeklenme, arayüzey oluşumu, arayüzey çatlağı oluşumu, büyüyen filme enerji girişi, iyon bombardımanı, filmin büyüme yapısı, biriktirme ortamıyla reaksiyon, biriktirme sırasında film ve arayüzey özelliklerindeki değişimler.
- 4. Biriktirme işlemi sonrası meydana gelen reaksiyonlar; ortamla film yüzeyinin reaksiyonu, ısıl ve mekanik çevrimler, korozyon, arayüzeyin bozulması, yumuşak yüzeylerin deformasyonu, kaplama üzerine kaplama [38].

4.1. Kaplamaların Oluşma ve Büyüme Mekanizmaları

Kaplamanın oluşma ve büyüme aşamaları şu şekildedir:

- 1- Adsorpsiyon (Fiziksel ve kimyasal)
- 2- Yüzey difüzyonu
- 3- Çekirdeklenme ve çekirdek büyümesi
- 4- Kaplama büyümesi

4.1.1. Adsorpsiyon

Vakum ortamda yüzeye çarpan atomların izleyebileceği üç farklı yol vardır (Şekil 4.1). Bunlardan ilki yüzeye çarpan atomun hemen geri sıçraması, ikincisi belli bir kalma süresi sonunda geri buharlaşması, üçüncüsü de yüzeye adsorbe olmasıdır (yoğuşma). Eğer atomlar yüzeyle hemen reaksiyona girmezlerse, yoğuşma öncesi yüzey üzerinde belli bir derecede yüzey hareketliliğine sahip olacaklardır. Yüzey üzerindeki hareketli atomlar "adatom" olarak isimlendirilir. Geri buharlaşma olayı, adatom ile yüzey arasındaki bağ enerjisine, yüzey sıcaklığına ve hareketli atomların hareket enerjisine bağlı bir olaydır [38].

Genel olarak, bir atom yüzeye tutunmaksızın geri yansısa bile, çok kısa bir süre için yüzeye yerleşir. Fiziksel adsorpsiyon ile yüzeye bağlanmış bir molekül, çok düşük taban malzeme sıcaklıkları haricinde yüzeyde hareketlidir ve yüzey atomik merkezleri arasında bir difüzyon gerçekleşir [38].



Şekil 4.1. Adsorbsiyon sürecinin şematik gösterimi [54]

Kimyasal yoğuşmanın tamamlanmasından sonra gerçekleşecek olan çekirdeklenme, tüm yüzey bölgelerinin kinetiğiyle ilgili karmaşık bir modeldir. Çekirdeklenme süreci esnasında, sadece çekirdeklenme merkezi olarak nitelenen belli bazı aktif taban malzeme yüzey merkezleri üzerinde film birikme hızı sıfırdan büyüktür.

Çekirdeklenme merkezlerini oluşturabilmek için birkaç yöntem mevcuttur. Kuvvetli bağlara sahip, uygun bir çekirdeklenme sürecinin başarılabilmesi için, oluşan öncü bağların birbirleriyle değil, taban malzeme yüzeyiyle bağ yapma eğilimi fazla olmalıdır. Aksi takdirde, homojen olmayan filmler meydana gelir. Bu gibi durumlarda, atomların taban malzemeye kimyasal bağlar yapması için gerekli aktivasyon enerjisi çok yüksektir; çünkü altlık malzeme atomlarının arasındaki bağ mukavemeti çok yüksektir.

Sonuç olarak, diğer adatomlarla birlikte altlık malzeme ile bağ yapamayan film atomları çekirdek oluşturamayarak, geri buharlaşabilirler. Ancak gerekli aktivasyon enerjisine sahip olan ve bağ oluşturarak meydana gelen çekirdek, kütle malzeme gibi davranmaya yetecek kadar büyürse, altlık malzeme sıcaklığı yeterince düşük olduğu sürece çekirdek buharlaşmayacaktır. Altlık malzeme sıcaklığının çok düşük seviyede olması durumunda ise bu altlık malzemeler üzerinde çok daha istenmeyen, "benekli" tabir edilen bir film yapısı oluşacaktır. Bu yapı, çekirdek oluşumunun meydana gelmediği boş bölgelerle ayrılmış olan adacıklardan oluşmuştur [38].

4.1.2. Yüzey difüzyonu

Yüzey difüzyonu, yüzeye adsorbe olan atomların birbirlerini ve en aktif yüzey merkezlerini bulmalarını sağladığından, film yapısı için son derece önemli bir etkendir.

Atomların difüzyon hızları arttıkça, atom hareketliliği artar ve böylece çok sayıda çekirdek oluşumu meydana gelir. Çekirdek yoğunluğundaki artış meydana gelmesi ise çekirdeklerden büyüyen kolonların kalınlığını etkilemektedir. Difüzyon hızının azalması ile yüzeye adsorplanan atomların hareketliliği azalır. Bu nedenle adatomlar bulundukları bölgelerde çekirdeklenmeye çalışacaklar ve bu nedenle oldukça düzensiz bir film yapısı oluşturacaklardır.

Bir atomun yüzey üzerindeki hareketliliği atomun enerjisine, atom-yüzey etkileşimine (kimyasal bağ oluşumu) ve yüzey sıcaklığına bağlıdır. Yüzey üzerindeki hareketlilik yüzey kimyasına ve kristal kafes yapısına bağlı olarak değişebilir. Bir yüzeyin farklı kristal kafes düzlemleri farklı serbest yüzey enerjilerine sahiptir ve bu da yüzey difüzyonunu etkiler. Örneğin YMK bir malzemede (111) düzlemi en yoğun düzlemdir ve serbest yüzey enerjisi (100) düzleminden daha azdır. Bu nedenle adatomların yüzey hareketliliği (111) düzleminde (100) düzlemine göre daha yüksektir. Bunun anlamı farklı adatom yoğuşma oranlarında, farklı kristal kafes düzlemlerinde büyüme gerçekleşir [38].

Aynı zamanda, taban malzeme sıcaklığının düşmesi yüzey difüzyonunu kısıtlar ve böylece çekirdeklenme ve film büyümesi süreçleri durmaya zorlanır. Bu gibi durumlarda yüzeye ulaşan iyonlar yeterli termal enerjiye sahip olamadıklarından dolayı ne geri saçılabilirler ne de yüzeye gömülebilirler. Yüzey difüzyon aktivasyon enerji bariyeri nedeniyle bu süreç kinetik olarak kısıtlanmıştır [38].

4.1.3. Çekirdeklenme ve çekirdek büyümesi

Atomun yüzeyde tutunma süresi ve bunun sonucunda yüzeyde yayındığı mesafe atomun yüzeye tutunma aktivasyon enerjisine ve difüzyon aktivasyon enerjisine yakından bağlıdır. Gaz fazdan yüzeye yönelen atomların sayısının az olması durumunda yüzeye adsorbe olan ve yüzeyden ayrılarak gaz faza dönen adatomlar arasında denge oluşabilir. Bu durumda yüzeyde bir çekirdeklenmeden ve film oluşumundan söz etmek mümkün değildir [34].

İki tip çekirdeklenme söz konusudur. Birincisi homojen çekirdeklenme iken bir diğeri heterojen çekirdeklenmedir. Serbest enerjinin çekirdek yarıçapına bağlı olarak değişimi Şekil 4.2' de gösterilmiştir.

Homojen çekirdeklenme sırasında gaz halindeki atomların serbest enerjisi, çekirdeklenme durumundan daha küçüktür. Heterojen çekirdeklenme ise PVD kaplamalarda oluşumu daha çok istenen, altlık malzeme üzerinde katı formda çekirdeklenirken, yüzey alan miktarını düşürerek yüzey enerjisini düşürür [55].



Şekil 4.2. Serbest enerjinin çekirdek yarıçapına bağlı olarak değişimi ile kritik çekirdek yarıçapı r* ile buna karşılık gelen kritik serbest enerji değişimi ΔG^* değerlerinin şematik olarak gösterimi [56]

Altlık yüzeyinde gelişigüzel oluşan kararlı çekirdekler yüzey difüzyonu ile kendisine eklenen atomlar aracılığıyla büyüyebilirler. Bu tarz bir büyüme aşırı doymuşluk sonucu oluşan bir yoğuşma durumunda gözlenen bir büyüme tarzıdır. İkinci bir olasılık ise buhar fazındaki bir atomun, bir çekirdek veya birikinti üzerine yoğuşarak ona katılmasıdır. Bu mekanizma, aşırı doygunluğun olmadığı durumlarda ortaya çıkan bir durumdur. Bir diğer olasılık küçük bir çekirdeğe katılan bir atomun yüzey difüzyonu ile daha büyük bir çekirdeğe geçmesi şeklindedir [41].

Çekirdek büyümesi; katman büyüme modeli, adacık büyüme modeli ve katman + adacık büyüme modeli olmak üzere üç temel model ile açıklanmaktadır (Şekil 4.3). Katman büyümesi modelinde (Frank van der Merwe) altlık ve buhar arasındaki yüzey enerjisi diğer modellere göre daha yüksektir ve daha pürüzsüz bir yüzey tabakası meydana gelmektedir, biriktirilen malzemenin katmanlar şeklinde büyüdüğü gözlenmekte ve bu modelde, oluşan kaplama tabakası altlık malzeme yüzeyini daha düşük bir yüzey enerjisiyle ıslatmaktadır. Adacık büyümesi modelinde (Volmer Weber) daha çok metaller yalıtkan bir yüzey üzerine biriktirildiğinde; film atomları arasındaki kuvvetlerin, film ve altlık malzeme atomları arasındaki bağlardan daha kuvvetli olduğu yerlerde gözlenir. Difüzyon daha yavaş olur ve büyüme düzensiz bir şekilde gerçekleşir. Ancak bu model aracılığıyla yüzey kusurlarının çekirdeklenmeye etkisi, ikili bileşimlerin yoğuşması ve epitaksiyel büyüme (altlık oryantasyonuna bağlı büyüme) rahatlıkla açıklanabilmektedir. Katman ve adacık büyümesinin karışımı olan büyüme modelinde ise (Stranski- Krastanov modeli), başlangıçta epitaktik bir büyüme ile tabaka büyümesi ve ardından tabakadaki hata yoğunluğunun artmasıyla adacık büyümesinin ortaya çıktığı karma bir büyüme mekanizması öne sürülmektedir [41, 55, 57].



Şekil 4.3. Çekirdek büyümesi modelleri

4.1.4. Kaplamanın büyümesi

Çekirdeklenme ve çekirdek büyümesi evrelerinden sonra kaplamanın büyüme evresi gelmektedir ki, bu aşama kaplamaların pek çok özelliklerinin belirlendiği aşamadır. Yüzeye varan ve burada yoğuşan adatomların yaşadığı süreç kaplama büyümesi aşamasına da benzerdir. Kısacası yüzeye varan bir atom, enerjisini yüzeye vererek burada gevşek bir bağla tutunur. Ardından bu atom yüzey kafesleriyle ve yüzeye varan diğer parçacıklarla enerji alışverişinde bulunarak yüzeyde yayınma yoluyla hareket eder. Bu işlem adatomun tekrar yüzeyden ayrılarak buhar faza dönmesine veya çoğunlukla yüzeyde kararlı bir kafes noktası bulup buraya kalıcı yerleşmesine kadar devam eder. Bu şekilde yoğuşan bir atomun bu aşamadan sonra başına gelebilecek tek oluşum kütlesel difüzyon yoluyla bulunduğu pozisyonu değiştirmesidir [41].

Kaplama büyümesi işlemi esnasında dört ana büyüme mekanizması ortaya çıkmaktadır. Bunlar: gölgelenme, yüzey difüzyonu, kütlesel difüzyon ve yeniden yüzeyden kopma. Bu mekanizmaların büyüme işlemine katkılarını yüzey pürüzlülüğü, yüzey ve kütle difüzyonu için gerekli aktivasyon enerjileri, ve süblimasyon enerjisi cinsinden hesaplamak mümkündür. Pek çok saf metal için bu enerji değerleri ergime sıcaklığıyla (Tm) bağıntılı ve doğru orantılıdır. Dolayısıyla farklı kaplama sıcaklıklarında kaplama büyümesindeki baskın mekanizmaları ve bunlar sonucunda ortaya çıkacak kaplama yapılarını T / Tm değerine göre bölgelere ayırmak mümkün olabilir [41].

4.2. PVD Yönteminde Kaplama Yapısı (Bölge Modelleri)

PVD yöntemiyle yapılan kaplamaların bölge modelleri Şekil 4.4' te gösterilmiştir. Buradaki ilk soru hangi malzemelerin amorf hangi malzemelerin ise kristal yapıya sahip olacağıdır. Silisyum ve diğer kovalent bağlı malzemelerde ve çok bileşenli, farklı büyüklükteki tanelere sahip olan bazı metal alaşımları amorf yapılı film oluşturabilirler. Saf metal biriktirmeleri ise genellikle çok kristalli yapı meydana getirirler. Biriktirilen filmin kristallenmesi altlık malzeme ile büyüyen kaplama arasında meydana gelen karmaşık etkileşimlerle tanımlanabilir (altlık malzemenin kimyasal, yapısal özellikleri ve sıcaklığı gibi).

Kaplama işlemi sırasında altlık malzeme sıcaklığı (T) ve altlık malzemenin ergime sıcaklığı (Tm), kaplama tabakasının oluşturacağı tane büyüklüklerinde etkilidir.



Şekil 4.4. T / Tm oranının kaplamanın tane büyüklüğüne olan etkisi [57]

Z1 bölgesi küçük taneli ve gözenekli, Z2 bölgesi daha geniş ve sütunsal tanelere sahiptir, Z3 ise büyük tanelerden meydana gelmiştir. Arada oluşabilen geçiş bölgesine ise ZT adı verilir.

Z1 bölgesi, düşük sıcaklığa rağmen yavaş kimyasal süreçlerle çarpan atomun düşük momentumlu olduğu bölgedir. T / Tm oranının 0,3' ten küçük olduğu durumlarda meydana gelir. Kaplama atomları hedeflerine ulaştıklarında dururlar ve hareket etmezler. Bu yapı adatom difüzyonunun yüzey pürüzlerini aşmaya yetemeyecek kadar az olduğu durumlarda ortaya çıkmaktadır. Bu durum hem amorf hem de kristalli yapılarda kendini gösterebilir. Yüzeyde büyüyen noktasal çekirdeklerin tepe kısımları vadilerden daha çok madde akısı almakta ve vadiler gölgelenmektedir. Gölgelenme etkisi Şekil 4.5' te gösterilmiştir. Gölgelenme etkisi daha çok madde akışının yüzeye eğimli geldiği durumlarda kendini belli etmekte ve yükseltiler çukur kısımları gölgeleyerek yeterli madde akışı alamamasına sebep olmaktadır. Gölgelenmeye sebep olacak pürüzlülük, altlık yüzeyinin topografisinden, altlık yüzeyinde tercihli çekirdeklenme sonucu belirli noktalarda olusan yoğun çekirdeklenmeden ve / veya tercihli olarak diğerlerinden hızlı büyüyen bir kaplama tanesinden kaynaklanabilmektedir. Bu sekilde gözenekli bir yapıya sahip kaplama düşük çekme gerilimine sahiptir. Ayrıca taneler arasındaki bu nano boyutlu gözenekler ölçülebilir yoğunluğun düşmesine yol açarlarken; nem ve oksijen absorbsiyonuna sebep oldukları için kaplamanın kararlılık göstermesine neden olurlar [41, 55, 57].



Şekil 4.5. Gölgelenme etkisi

Geçiş bölgesi (ZT) Thornton tarafından yüzey pürüzlülüğünün sonsuz küçük olduğu ideal altlık yüzeyinde T / Tm değerinin sıfır olduğu anda oluşan 1. bölge türü yapının sınırı olarak tanımlanmaktadır. Bu geçiş yapısı aslında kristal boyutlarının tespitinin güç olduğu, tanelerin kolonsu ve taneler arasında boşluk bulunmayan yeterince yoğun olduğu 1. bölge yapısıdır. Bu yapı nedeniyle elde edilen mekanik özellikler çoğu zaman tatminkardır. Geçiş bölgesi 1. bölge kristalleri arasında oluşan bir ara yapıdır. Yüzey pürüzlülüğünün az olduğu homojen altlık malzemeleri üzerinde ve yüzey difüzyonunun pürüzlerden kaynaklanan gölgelenmeyi ortadan kaldıracak şekilde yüksek olduğu T / Tm değerlerinde geçiş yapısı oluşumu ortaya çıkmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda meydana gelecek olan difüzyon Eş. 4.1' den hesaplanabilir.

$$x^2 = \sqrt{4} Dt \tag{4.1}$$

 $D = D_0 \exp(-6.5 \text{ Tm} / \text{T})$ formülünde ise difüzyon sabiti olan $D_0 \ 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$, t ise bir sonraki atomik katmanın biriktirilme süresidir. Atomların difüzyon mesafesi ise gözenek büyüklükleriyle (nanometre düzeyinde) aynıdır. Eş. 4.1 Z1'den geçiş bölgesinin oluştuğu bölgedeki tahmini sıcaklıkların hesaplanmasında da kullanılabilir [41, 55, 57].

Z2 bölgesi, T / Tm değerinin 0,3' ten büyük olduğu durumlarda meydana gelir. Yapı daha yoğun kolonsaldır ve tanelerin yüzey rekristalizasyonu ile büyüdükleri öne sürülmüştür. Bu bölgede yüzey difüzyonu daha önemli olmaya başlar. Yüzey difüzyonuyla büyüme mekanizmasına göre, çekirdeklenme evresi sona ermiş kristaller, yüzey difüzyonu yoluyla içinde bulundukları yüzey koşullarına ayak uyduracak manevralarla büyümeye devam etmektedirler. Bu bölgedeki büyümenin kristal kafes yüzeylerinin büyüme olasılıklarıyla, kafes absorpsiyonu olasılıklarıyla ve yüzey difüzyonu özellikleriyle bağlantılı olduğu bilinmektedir.

Yüzey difüzyonunun hiç olmadığı ve yoğuşma katsayısının bir olduğu durumlarda, atom altlık malzemeye yapışıp kalır. Herhangi bir kristal yüzeyinin tercihli oluşumu söz konusu olmadığından başlangıç çekirdek yapısı küreseldir. Kaplamaya doğru madde akısı büyük oranda dik doğrultuda ve saçılmalar sonucu bir miktar küçük sapmalar olmaktadır; bu nedenle kristal büyümesi tek boyutlu değildir. Kristallerin oryantasyonları çekirdeklenme aşamasında ortaya çıkmaktadır. HMK, YMK, SPH kafes yapılarına sahip malzemelerle yapılan kaplamalarda düşük T / Tm değerlerinde kristallerin, en yoğun kafes düzlemleri altlık yüzeyine paralel olacak şekilde büyüdükleri gözlenmiştir [41, 55, 57].

Z3 yapısı kütlesel difüzyonun hakim olduğu sıcaklık aralığında (T / Tm > 0,5) ortaya çıkan yapıdır ve nihai kaplama yapısı bu mekanizma tarafından belirlenmektedir. Rekristalizasyon işlemi bir çekirdeklenme süreçi içerdiğinden, böyle bir oluşum zaman gecikmesi gerektirecektir. Soğutulan bir altlık üzerine yapılan çok hızlı bir yoğuşturma, altlık kaplama arayüzeyi dışında da rekristalizasyon işlemini başlatmaya sebep olabilir. Rekristalizasyonun oluşacağı T / Tm sıcaklık oranı kaplama içerisindeki hata yoğunluğuna bir başka deyişle kaplamanın gerinim enerjisine göre değişecektir [41, 55].

3. bölgede oluşan tanelerin küresel ve eş eksenli tanelerden oluşmuş olduğu kabul edilmesine rağmen yapı içerisinde eş eksenli ve kolonsu yapılar da gözlenebilmektedir. Bu durum hala araştırılmaktadır. Çekirdeklenmenin sadece arayüzeyde oluşmayıp, kaplama büyümesi sırasında da sürekli eş eksenli rekristalizasyon çekirdeklerinin ortaya çıkması; tüm kaplama kalınlığınca yüksek kafes gerinmesine sahip bölgelerin oluştuğuna işarettir. Buna karşın geniş taneli, kolonsal yapının ise, yoğuşan kaplamada yüksek hata yoğunluğunun tane sınırı hareketliliğini arttırması nedeniyle oluşturduğu ileri sürülmektedir [41].

T / Tm sıcaklık oranına bağlı olarak elde edilebilecek tane morfolojilerinin şematik gösterimi Şekil 4.6' da gösterilmiştir.



Şekil 4.6. T / Tm sıcaklığına bağlı olarak oluşabilecek tane yapıları, (a) Rekristalize olan taneler, (b) Tanesel epitaksiyel büyüme başlangıcı, (c) Tane irileşmesi [55]

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. Malzeme Ve Metod

Bu çalışmada özellikle uzay ve havacılık sanayi başta olmak üzere pek çok alanda yüksek sıcaklık, korozyon, akma dayanımı, iyi kaynaklanabilirlik ve yüksek sürünme özellikleri sebebiyle kullanılan Inconel 718 alaşımı üzerine, bu malzemenin yüksek sıcaklıklardaki kullanım ömrünü artırma amacıyla PVD yöntemi ile AlTiN ve CrN kaplamalar uygulanmıştır.

Kaplanmış numuneler, kaplama malzemelerinin oksitlenme sıcaklığının altında, oksitlenme sıcaklığında ve oksitlenme sıcaklığının üzerinde olmak üzere üç farklı ısıl işlem şartına maruz bırakılmışlardır. Elde edilen numunelerin yüzey pürüzlülükleri, kaplama kalınlıkları, mikro ve makro sertlikleri, kristal yapıları, elektriksel iletkenlikleri ve kaplama arayüzeyi ile kaplama tabakalarının ve altlık malzeme olan Inconel 718' in mikroyapıları incelenerek, sonuçlar değerlendirilmiştir.

Bu çalışmada kullanılan Inconel 718 malzemeye ait kimyasal bileşim, Çizelge 5.1' de verilmiştir.

Kütlece % Element Miktarı										
Al	Si	Ti	Cr	Mn	Fe	Со	Ni	Cu	Nb	Mo
0,704	0,422	1,097	17,761	0,180	17,068	0,113	52,009	0,605	5,274	4,767

Çizelge 5.1. Inconel 718 süperalaşımına ait kimyasal kompozisyon

5.2. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada kullanılacak olan Inconel 718 süperalaşım malzeme, Teknikel CNC Savunma Metal Kalıp San. Tic. Ltd. Şti. firmasında tel erezyon sistemi kullanılarak 30 x 18 x 7 mm boyutlarında 8 adet numune kesilerek hazırlanmıştır. Hazırlanan numunelerin şematik gösterimi Şekil 5.1' de gösterilmiştir.



Şekil 5.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan numunelerin boyutları

5.3. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümleri

Numunelerin yüzey pürüzlülükleri, Mahr Perthometer M1 tipi yüzey profilometre cihazı ile kaplama öncesinde, kaplama işleminden sonra ve ısıl işlem uygulandıktan sonra ölçülmüş ve ısıl işlem parametrelerinin kaplamalar üzerinde meydana getirdiği değişimler incelenmiştir. Her numuneden üçer pürüzlülük değeri alınarak, bu değerlerin ortalamaları belirlenmiştir. Tüm ölçümlerde travers uzunluğu (Lt) 5,6 mm, örnekleme uzunluğu (Lc) 0,8 mm olarak alınmıştır.

5.4. PVD Kaplama İşlemi

Inconel 718 süperalaşım numuneler Titanit Ultra Sert Kaplamalar San. Ve Tic. Ltd. Şti. firmasında filtresiz katodik ark buharlaştırma fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi ile 4 µm kalınlığında AlTiN ve 8 µm kalınlığında CrN ile kaplanmıştır. Kaplama parametreleri Çizelge 5.2' de verilmiştir.

	AlTiN	CrN		
Süre (dk)	10 + 60 + 10 + 60	120		
Azot Akışı (%)	60 - 40 - 30	90-85		
Bias Voltajı (V)	400 - 100 - 200 - 100	400 - 150		
Buharlaştırma Akımı (A)	60	63 - 50		
Isıtma Süresi (dk)	120	400		
Kaplama Sıcaklığı (°C)	120	400		

Çizelge 5.2. Kaplama parametreleri

5.5. Kaplanmış Numunelerin Isıl İşlemi

Bu çalışmanın temeli kısmi yüksek sıcaklıklara çıkıldığında altlık malzeme Inconel 718' in ve kaplama tabakalarının bu sıcaklıklardaki davranışları üzerine oturtulduğundan, ısıl işlem sıcaklıkları kaplama tabakalarının oksidasyon sıcaklıklarının altında, oksidasyon sıcaklığında ve oksidasyon sıcaklığı üzerinde seçilmiştir. Atmosfere açık ortamda 90 dakika süresince bekletilen numuneler, havada soğutulmuştur. Uygulanan ısıl işlem parametreleri Çizelge 5.3' te verilmiştir.

	AlTiN Kaplamaların Isıl	CrN Kaplamaların Isıl		
	İşlem Sıcaklıkları (°C)	İşlem Sıcaklıkları (°C)		
Oksidasyon sıcaklığı altı	700	600		
Oksidasyon sıcaklığı	800	700		
Oksidasyon sıcaklığı üzeri	900	800		

Çizelge 5.3. Kaplama çeşidine bağlı olarak uygulanan ısıl işlem parametreleri

5.6. Mikroyapı İncelemeleri

Isil işlemsiz ve isil işleme tabi tutulan numunelerde meydana gelen değişimleri gözlemleyebilmek amacıyla öncelikle bakalite alınan numuneler, daha sonra 120, 240, 320, 400, 600, 800 ve 1200 meshlik zımparalarla zımparalanıp, 6 ve 3 μ m' lik elmas solüsyonla parlatma işlemi tamamlanmıştır. Tüm bu işlemler ATM Saphir 320 otomatik zımparalama ve parlatma cihazı kullanılarak yapılmıştır. Uygun bir dağlayıcı hazırlanmıştır ve dağlama işlemi yaklaşık 90 – 120 saniye boyunca yapılmıştır. Yapılan bu işlemlerin ardından numunelerin mikroyapıları Leica DM 4000 M Optik Mikroskop ve JEOL marka JMS-6060LV Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

5.6.1. Optik mikroskop incelemeleri

Görüntü analizleri yapılırken, görüntüler farklı bölgelerden ve farklı büyütmelerde alınmıştır. Görüntü incelemelerinin yapıldığı bölgeler ise Şekil 5.2' de gösterilmiştir.



Şekil 5.2. Optik mikroskop incelemelerinde görüntülerin alındığı bölgeler

5.6.2. SEM incelemeleri

Taramalı elektron mikroskobu incelemelerinde kaplama kalınlığı ölçümü, noktasal ve bölgesel EDS ölçümleri yapılmıştır.

5.7. Sertlik Ölçümleri

Sertlik, malzemelerin plastik deformasyona karşı gösterdiği direncin bir fonksiyonudur. Bu nedenle malzemelerin makanik özellikleri açısından büyük öneme sahiptir.

Bu çalışma içerisinde kaplama tabakasından mikrosertlik ölçümleri alınmışken, ana malzemeden makrosertlik ölçümleri alınmıştır.

5.7.1. Mikrosertlik ölçümleri

Sertlik ölçümleri alınırken; hem yüzey pürüzlülüklerinin sertlik değerlerini etkilemesini engellemek, hem de kaplama tabakalarının yalnızca ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimini görebilmek amacıyla yüzeydeki oksit tabakaları 1 µm' lik elmas pasta ile temizlenmiştir.

SHIMADZU Micro Hardness Tester HMV – 2 marka cihaz kullanılarak HV 0.05 / 10 sn. parametreleri kullanılarak, kaplama tabakası üzerinden mikrosertlik değerleri alınmıştır.

5.7.2. Makrosertlik ölçümleri

Altlık malzeme olan Inconel 718' e ait sertlikler ise, DuraVision emcoTEST markalı cihaz kullanılarak, HV – 1 yöntemi ile alınmıştır.

5.8. XRD Analizleri

Isıl işlem öncesinde ve ısıl işlem sonrasında numunelerin, Gazi Üniversitesi Fotonik Araştırma Merkezi' nde bulunan XRD cihazı ile analizleri yapılmış, kaplamaların ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak kafes sistemlerinde meydana gelen değişimler incelenmiştir.

5.9. Elektriksel İletkenlik Ölçümleri

Isıl işlem öncesinde ve ısıl işlem sonrasında numunelerin, Gazi Üniversitesi Fotonik Araştırma Merkezi' nde bulunan LakeShore 75014 markalı cihaz ile Wan der Pauw yöntemi kullanılarak, oda sıcaklığındaki elektriksel iletkenlikleri karakterize edilmiştir.

6. SONUÇLARIN İRDELENMESİ

6.1. Yüzey Pürüzlülüğü Sonuçları

Kaplama işlemi öncesinde Inconel 718' e ait yüzey pürüzlülük değeri ortalama 3,656 µm olarak ölçülmüştür. Numunelere kaplama işlemi uygulandıktan sonra ve ısıl işlem sonrasındaki ortalama pürüzlülük değerleri Çizelge 6.1' de gösterilmiştir.

	AlTiN		CrN			
Isıl işlem sıcaklığı (°C)	Isıl işlemsiz Ra değerleri (µm)	Isıl işlem sonrası Ra değerleri (µm)	Isıl işlemsiz Ra değerleri (µm)	Isıl işlem sonrası Ra değerleri (µm)	Isıl işlem sıcaklığı (°C)	
-	0,238	-	0,261	-	-	
700	0,238	0,194	0,261	0,203	600	
800	0,238	0,198	0,261	0,245	700	
900	0,238	0,245	0,261	0,194	800	

Çizelge 6.1. Ortalama yüzey pürüzlülük değerleri

AlTiN kaplamalarda sıcaklığa bağlı olarak değişen yüzey pürüzlülük değerleri Şekil 6.1' de gösterilmiştir. Buna göre; 700 °C' de yapılan ısıl işlem sonrasındaki yüzey pürüzlülük değeri başlangıç değerine göre bir düşüş göstermiş, 800 °C ısıl işlem sonrasındaki yüzey pürüzlülük değeri 700 °C' deki değere göre artış göstermiş olmasına rağmen, başlangıç pürüzlülük değerinin altında ölçülmüştür. Ancak ısıl işlem sıcaklığı 900 °C' ye çıktığında bu sıcaklıkta elde edilen değer, başlangıç yüzey pürüzlülük değerinin üzerindedir.



Şekil 6.1. 4 µm kalınlığındaki AlTiN kaplamaların yüzey pürüzlülük değerlerinin ısıl işlem parametrelerine göre değişimi

Pürüzlülük değerlerindeki bu değişim, başlangıç değerine göre 700 °C' deki ısıl işlem sırasında pürüzlülük uçlarının sıcaklık etkisi ile deforme olarak, kaplama malzemesinin pürüzlülük diplerini doldurması ve böylece pürüzlülük değerlerinde azalmaya sebep olması etkili olmuştur. Ancak bu sıcaklıktan sonra 800 °C' de oksitlenmenin başlamasıyla birlikte pürüzlülük değerinde tekrar bir artış gözlenmiş, 900 °C ısıl işlem sonrasındaki yüzey pürüzlülük değeri ise başlangıç değerine göre % 2,941 oranında artarak 0,245 değerine yükselmiştir. Bu artış sonucunda AlTiN kaplamanın oksitlenmeye olan eğiliminin yüksek olduğu düşünülmektedir.

CrN kaplamalarda sıcaklığa bağlı olarak değişen yüzey pürüzlülük değerleri ise Şekil 6.2' de gösterilmiştir. Grafik ve ortalama değerler incelendiğinde, 600 °C' deki pürüzlülük değerinde, başlangıç pürüzlülük değerine göre % 22,22 oranında azalma görülmüştür. 700 °C' deki pürüzlülük değeri, başlangıç pürüzlülük değerinden az olmakla birlikte, 600 °C' deki değere göre artış göstermiştir. Ancak 800 °C' de yapılan ısıl işlem sonrasındaki yüzey pürüzlülük değeri tekrar azalarak başlangıç yüzey pürüzlülük değerine göre % 25,67 oranında düşüş meydana gelmiştir.



Şekil 6.2. 8 µm kalınlığındaki CrN kaplamaların yüzey pürüzlülük değerlerinin ısıl işlem parametrelerine göre değişimi

AlTiN kaplamalarda olduğu gibi CrN kaplamlarda da ısıl işlemle birlikte yüzey pürüzlülüklerinde benzer mekanizmalar ile azalma olduğu gözlenmiştir. Ancak, CrN kaplamalarda oksitlenme sıcaklığı üzerinde yapılan ısıl işlem sıcaklığı olarak; 800 °C seçildiğinden dolayı, 900 °C' de ısıl işlem yapılmamıştır. Bu nedenle CrN kaplamanın 900 °C' deki yüzey pürüzlülük davranışı hakkında bir şey söylemek doğru olmayacaktır.

Mekanizmalar dikkate alındığında, yüzey pürüzlülükleri yüzey difüzyon mekanizması ile boyun oluşturup, düzleştikten sonra yeni yüzey büyümeleri, büyüme hızı, büyüme kinetiği gibi faktörlerin yüzey pürüzlülüğünü etkileyeceği söylenebilir.

6.2. Mikroyapı Sonuçları

Isıl işlemsiz ve ısıl işleme tabi tutulan numunelerin optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu ile görüntüleri alınmış ve ısıl işlem sıcaklıklarının, kaplama tabakalarına ve altlık malzemeye olan etkisini incelenmiştir.

6.2.1. Optik mikroskop sonuçları

4 μm AlTiN kaplama kalınlığına sahip numunelerin kaplama tabakasına ait görüntüleri Resim 6.1' de gösterilmiştir.



Resim 6.1. AlTiN kaplama tabakasının 20 μm' lik büyütme skalasına sahip optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune.

Resim 6.1' de görüldüğü gibi AlTiN kaplamaların her iki kaplama tabakası da görülebilmektedir. İki katman halinde AlTiN kaplanmış numunelerin kaplama kalınlıkları 4,003 µm ile 4,105 µm arasında değişmektedir. Isıl işlemsiz, 700 °C ve 800 °C' de ısıl işlem görmüş numunelerin arayüzeyleri birbirine benzemekte iken, 900 °C' de ısıl işleme maruz kalan numunede kaplama tabakasının alt bölgesinde farklı kontrasta sahip yeni bir bölge oluşmuştur. Oluşan bu yeni bölge Resim 6.8' de daha detaylı olarak anlatılmıştır.

AlTiN kaplamanın oksitlenme sıcaklığı üzerinde (900 °C) yapılan ısıl işlemde ise, kaplama tabakasının üzerinde oksit filmi görünmektedir. Bununla birlikte kaplama tabakaları içerisinde siyah ve beyaz kontrasta sahip boşluk ve / veya makropartikül olduğu düşünülen

yapılar görünmektedir. Ancak optik mikroskoptaki büyütme miktarları bu yapıların analiz edilmesine imkan vermemektedir.

Kaplamanın alt bölgesinden alınan 50 µm skalaya sahip mikroyapı görüntüleri Resim 6.2' de gösterilmiştir.



Resim 6.2. AlTiN kaplama tabakasının alt bölgesine ait 50 µm' lik optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune

Resim 6.2' de görüleceği gibi numunelere uygulanan ısıl işlem sıcaklığı arttıkça tane boyutları küçülmektedir. Bununla birlikte tane sınırlarında ve tane köşelerinde meydana geldiği gözlenen çökeltilerin etrafındaki tanelerde yoğun ikizlenmeler mevcuttur. İkizlenme bölgeleri ve çökeltiler Resim 6.2' de gösterilmiştir.

Altlık malzeme olan Inconel 718 malzemeden alınan 50 µm skalaya sahip mikroyapı görüntüleri Resim 6.3' te gösterilmiştir.





Resim 6.3. Altlık malzeme olan Inconel 718 bölgesine ait 50 µm' lik optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune

Resim 6.3 (a)' da küçük ve çok sayıdaki Nb ve Ti esaslı çökeltilerin bir hat halinde sıralandığı ve bu çökeltilerin bulundukları bölgelerdeki tane sınırlarında ve tane içlerindeki enerjiyi yükselterek yoğun ikizlenme bölgeleri oluşturdukları görülmektedir. Resim 6.3 (b) ve (c)' de ise çökelti miktarının ısıl işlemsiz numuneden alınmış olan görüntüye göre daha az miktarda olmasına bağlı olarak, bu görüntüde tespit edilebilen ikizlenme miktarı daha düşüktür. Ancak 900 °C' de ısıl işlem numune Şekil 2.1' de de görüleceği gibi soğuma esnasında $\gamma + \gamma' + \gamma''$ bölgesine girmekte ve γ matrisle uyumlu γ' fazının yanısıra yarı kararlı γ'' fazı oluşmakta, böylece tane boyutu azalmaktadır. Tane boyutu azalmasına rağmen, görüntünün alındığı bölgede yoğun çökelti oluşumuna bağlı olarak görüntünün neredeyse tamamında ikizlenme bölgeleri görülmektedir.

8 μm CrN kaplama kalınlığına sahip numunelerin kaplama tabakasına ait görüntüleri Resim 6.4' te gösterilmiştir.



Resim 6.4. CrN kaplama tabakasının 20 μm' lik büyütme skalasına sahip optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune

Resim 6.4' te görüldüğü gibi CrN kaplamalar da iki katman halinde kaplanmış olmalarına rağmen, AlTiN kaplamlardaki gibi ayırt edilebilen bir sınırları yoktur. AlTiN kaplamalar farklı kimyasal kompozisyona sahip iken, CrN kaplamalarda aynı kimyasal kompozisyon devam etmekte olduğundan bu kaplama tabakaları tek parça olarak görünmektedirler. İki katman halinde CrN kaplanmış numunelerin kaplama kalınlıkları 7,302 µm ile 8 µm arasında değişmektedir.

Resim 6.4' te görüleceği üzere kaplama tabakası ve altlık malzeme arayüzeyleri birbirine benzemekte iken; CrN kaplamanın oksidasyon sıcaklığı (700 °C) ve oksidasyon sıcaklığı üzerinde (800 °C) yapılan ısıl işlemlerde kaplama tabakası üzerinde deformasyonlar gözlenmektedir.

CrN kaplama tabakalarında da, Resim 6.1' deki AlTiN kaplamalardakine benzer şekilde, kaplama tabakası içerisinde siyah ve beyaz kontrasta sahip boşluk ve / veya makropartikül olduğu düşünülen yapılar gözlenmektedir.

Kaplamanın alt bölgesinden alınan 50 µm skalaya sahip mikroyapı görüntüleri Resim 6.5' te gösterilmiştir.



Resim 6.5. CrN kaplama tabakasının alt bölgesine ait 50 μm' lik optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune

Resim 6.5' te görüldüğü gibi ısıl işlem sıcaklığı arttıkça tane boyutu küçülmektedir. Isıl işlemsiz numunede hat halinde gözlenen çökeltilerin etrafındaki tanelerde yoğun ikizlenmeler görülürken, 600 °C' de ısıl işlem gören numunenin mikroyapısında hem çok yoğun ikizlenme bölgeleri hem de tane küçülmesi gözlenmektedir. 800 °C' de ısıl işlem görmüş numunede ise optik mikroskop incelemelerinde beyaz kontrasta sahip çok iri tane yapısı gösterilmiştir. Düzensiz bir morfolojiye sahip bu tanelerin sayıları ve büyüklükleri ısıl işlem sıcaklığının artmasına bağlı olarak artmaktadır.

Ana malzeme olan Inconel 718 malzemeden alınan 50 µm skalaya sahip mikroyapı görüntüleri Resim 6.6' da gösterilmiştir.



Resim 6.6. Altlık malzeme olan Inconel 718 bölgesine ait 50 μm' lik optik mikroskop görüntüleri (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune

Resim 6.6' de görüleceği gibi ısıl işlemsiz numunede Nb ve Ti esaslı çökeltilerin oluşumu, tane sınırlarında ve tane içlerinde ikizlenmelerin başlamasına sebep olmuş, ancak süreç tamamlanamamış olarak görünmektedir. Ancak ısıl işlem sıcaklığı 600 °C' ye çıkarıldığında tane boyutunun azaldığı ve ikizlenme oluşumunun devam ettiği görülmektedir. Isıl işlem sıcaklığı 700 °C ve 800 °C olarak uygulandığında, tane boyutunun daha da azaldığı ve ikizlenmelerin yoğunlaştığı görülmektedir. 800 °C' de ısıl işlem görmüş numunede meydana gelen yapı Resim 6.13' te daha detaylı olarak anlatılmıştır.

<u>Isıl işlem sıcaklığına bağlı olarak Inconel 718 süperalaşım malzeme mikroyapısında</u> meydana gelen değişimlerin incelenmesi

Bu bölümde ise ısıl işlem sıcaklığında meydana gelen değişimlere bağlı olarak, çökelti boyutlarında ve göreceli olarak yüksek sıcaklıklarda meydana gelen yeni tane yapısı hakkında incelemeler yapılmıştır.

Bu tez çalışmasında Inconel 718 süperalaşım 600°C, 700°C, 800 °C ve 900 °C sıcaklıklarda 90 dakika tutulmuş ve numuneler havada soğutulmuştur. Yapılan bu işlemlerin şematik gösterimi Şekil 6.3' te gösterilmiştir.



Şekil 6.3. Inconel 718 süperalaşımına uygulanan ısıl işlem parametrelerinin şematik gösterimi

Slama ve arkadaşları yaptıkları çalışmada 750 °C' ye eşit veya daha yüksek sıcaklıklarda yapılan ısıl işlemler sonrasında γ'' çökeltilerinin hızlı bir şekilde büyüdüğünü, büyüyen bu fazların kararlı ortorombik δ – Ni₃Nb fazının yapı içerisinde çözünmeye başladığını ve bunun sonucunda, alaşımda aşırı yaşlanma meydana gelerek kırılganlığın artmasına neden olduğunu belirtmişlerdir [58].

Yapılan ısıl işlemler sonrasında Nb ve Ni içerikli olduğu düşünülen çökelti mikroyapıları Resim 6.7' de, çökelti boyutlarındaki değişim ise Şekil 6.4' te gösterilmiştir.



Şekil 6.4. Isıl işlem sıcaklığına bağlı olarak Nb – Ni esaslı çökeltilerin büyüklüklerinde meydana gelen değişimler

Yapılan bu çalışmada da Slama ve arkadaşlarının elde ettiği sonuçları destekler nitelikte, ısıl işlem sıcaklığının artmasına bağlı olarak Nb ve Ni esaslı çökeltilerin boyutlarında artış gözlenmektedir (Şekil 6.4). Bu artışlar, optik mikroskoptaki ölçümler sonucunda, bu ölçümlerin ortalamaları alınarak hesaplanmış ve ısıl işlemsiz numunedeki çökeltilerin ortalama büyüklüğü 3,81 µm iken; ısıl işlem sıcaklığı 900 °C' ye çıkarıldığında bu çökeltilerin ortalama büyüklüğü de 7,27 µm' ye çıkmıştır.



Resim 6.7. Isıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak değişen çökelti boyutları, (a) ısıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (e) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune

Resim 6.7' de görüldüğü gibi çökelti oluşumu öncelikle tane sınırı ve / veya tane köşelerinde başlamaktadır. Bu oluşumların başlamasıyla birlikte çökeltilerin etrafında ikizlenme miktarlarında artış gözlenmektedir.

Şekil 6.3' te gösterilen ısıl işlem parametrelerinde 600 °C, 700 °C ve 800 °C' lerde yapılan ısıl işlemler sonrasında ana matris γ formunda iken, sıcaklık 900 °C' ye çıkarıldığında γ matris içerisinde γ' ve γ'' fazları meydana gelmektedir.

 γ' fazı Ni₃(Ti,Al) kompozisyonunda ve YMK kristal sistemine sahip iken; γ'' fazı Ni₃Nb kompozisyonunda yarı kararlı HMT kafes sistemine sahiptir [51]. Paulonis ve arkadaşları Inconel 718 alaşımının temel sertleştirici fazının yarı kararlı γ'' fazı olduğunu belrtmişlerdir [59].

900 °C' de yapılan ısıl işlemler sonucunda oluşan bu yarı kararlı faz, matrisin tane yapısı ile uyumsuz olacağından, matrisin sahip olduğu serbest enerji miktarını artıracaktır. Böylece matris sertleşmesi meydana gelecek, ikizlenme oluşumu tetiklenecek ve pinning etkisi ile tane büyümesi engellenecektir.

Resim 6.5 (d) ve Resim 6.6 (d)' de gösterilmiş olan optik mikroskop incelemeleri sırasında beyaz kontrasta sahip aşırı büyümüş taneler gözlenmiştir. Isıl işlem sırasında çökeltiler irileşerek, çökeltiler arası mesafe artmakta ve buna bağlı olarak çökeltilerin tane büyümesini engelleyici etkileri azalmaktadır. Bu aşırı büyüyen tanelerin ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak büyüklüklerinde meydana gelen değişimler Şekil 6.5' te gösterilmiştir.



Şekil 6.5. Isıl işlem sıcaklığına bağlı olarak değişen tane büyüklükleri

Şekil 6.5' te görüldüğü üzere bu tanelerin büyüklükleri ısıl işlem sıcaklığının artmasına bağlı olarak artış göstermektedir. Isıl işlemsiz numunedeki bu yapıların ortalama büyüklükleri 128,5 µm iken, ısıl işlem sıcaklığı 900 °C' ye çıkarıldığında bu yapının

büyüklüğü 298,8 µm' ye çıkmaktadır. Bu artışlar, optik mikroskoptaki ölçümler sonucunda, ölçümlerin ortalamaları alınarak hesaplanmıştır.

6.2.2. SEM sonuçları

AlTiN kaplanmış olan numunelerin ısıl işlemsiz ve ısıl işlem görmüş durumdaki SEM görüntüleri Resim 6.8' de gösterilmiştir.



Resim 6.8. AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlemsiz ve ısıl işlem parametrelerine bağlı olarak değişimi, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune



Resim 6.8. (devam) AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlemsiz ve ısıl işlem parametrelerine bağlı olarak değişimi, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune



Resim 6.8. (devam) AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlemsiz ve ısıl işlem parametrelerine bağlı olarak değişimi, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 _oC' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune

Resim 6.8' de de görüldüğü gibi tüm numunelerde kaplama tabakası ve altlık malzeme arasında yaklaşık 1 µm kalınlığında difüzyon bölgesi meydana gelmiştir. Tüm numunelerde ikizlenmeler görülebilmektedir. Ancak ısıl işlem sıcaklığı 900 °C' ye çıkarıldığında difüzyon bölgesinin altında yaklaşık 7,561 µm kalınlığında yeni bir bölge meydana gelmiştir. Bu yeni oluşan bölgenin ikincil rekristalizasyon bölgesi olduğu düşünülmektedir.

Kasai ve arkadaşları ikincil rekristalizasyon bölgesinin yüksek yoğunluklu ve ince taneli topolojik sıkı paket (TSP) yapısına sahip ve ana malzeme ile yüksek açılı tane sınırlarına sahip bir bölge olduğunu, diğer bir deyişle, ikincil rekristalizasyon bölgesi ana malzemedeki rekristalize olmuş TSP yapılı çökeltilerin bulunduğu bir bölge olduğunu, bu bölgenin oluşmasının temel sebeplerinden birisinin de altlık malzemenin kaplama öncesindeki yüzey pürüzlülüğü olduğunu belirterek, ikincil rekristalizasyon bölgesinin kalınlığının en fazla kumlanmış numunelerde, en az elektro parlatma yapılan numunelerde olduğu sonucuna ulaşmışlardır [60].

Isil işlem yapıldığında kaplama tabakasından esas metale doğru difüzyonun meydana gelip gelmediği, geldi ise difüze olan elementlerin oranını belirlemek amacıyla, ısıl işlemsiz ve farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış numunelerin, Resim 6.9' da görüldüğü gibi farklı noktalarında elementel analizler yapılarak, difüzyon eğrileri oluşturulmuştur. Difüzyon eğrileri oluşturulurken, AlTiN kaplanmış numuneler için kaplama tabakasının elementleri olan Al, Ti ile altlık malzeme Inconel 718 alaşımının esas elementi olan Ni verileri kullanılmıştır. İnceleme bölgeleri Resim 6.9' da, ısıl işlem koşullarına bağlı olarak oluşturulan difüzyon eğrileri Şekil 6.6' da gösterilmiştir.



Resim 6.9. AlTiN kaplanmış numunelerde noktasal EDS verilerinin alındığı bölgeler

Şekil 6.6' da görüleceği üzere, AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlemsiz, 700 °C, 800 °C ve 900 °C' de yapılan ısıl işlemler sonrasında kaplama tabakası ve altlık malzemedeki Al (kaplama tabakasını oluşturan temel elementlerden biri) ve Ni (altlık malzemeyi oluşturan temel element) oranlarındaki değişim gösterilmiştir.



Şekil 6.6. AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak belirlenmiş noktalardan alınan EDS verileri göre Al – Ni oranlarındaki değişim, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune


Şekil 6.6. (devam) AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak belirlenmiş noktalardan alınan EDS verileri göre Al – Ni oranlarındaki değişim, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune

Şekil 6.6 (a)' da görüleceği gibi kaplama tabakasından (Bölge 1) alınan element analizinde % 45,676 oranında Al ölçülürken; kaplama tabakasından altlık malzemeye doğru Al oranının azalan bir eğime sahip olduğu ve altlık malzeme içerisindeki noktada (Bölge 7) % 1,543 oranında Al olduğu görülmüştür. Şekil 6.6 (b), (c) ve (d)' de de görüldüğü üzere, kaplama tabakasının ana elementlerinden birisi olan Al, kaplama tabakasından altlık malzeme Inconel 718 alaşımına doğru azalmaktadır. Bölge 7' deki en düşük değer % 0,698' olarak ölçülmektedir.

Şekil 6.7' da görüleceği üzere, AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlemsiz, 700 °C, 800 °C ve 900 °C' de yapılan ısıl işlemler sonrasında kaplama tabakası ve altlık malzemedeki Ti (kaplama tabakasını oluşturan temel elementlerden biri) ve Ni (altlık malzemeyi oluşturan temel element) oranlarındaki değişim gösterilmiştir.



Şekil 6.7. AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak Ni – Ti oranlarındaki değişim, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune



Şekil 6.7. (devam) AlTiN kaplanmış numunelerin ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak Ni – Ti oranlarındaki değişim, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune

Isıl işlem yapılmamış numunenin kaplama tabakasından altlık malzemeye doğru olan Ti difüzyonu ve altlık malzemeden kaplama tabasına doğru olan Ni difüzyonu Şekil 6.7 (a)' da verilmiştir.

Şekil 6.7 (a)' da görüleceği gibi kaplama tabakasından (Bölge 1) alınan element analizinde
% 36,963 oranında Ti ölçülürken; kaplama tabakasından altlık malzemeye doğru Ti oranının azalan bir eğime sahip olduğu ve altlık malzeme içerisindeki noktada (Bölge 7) %

1,546 oranında Ti mevcuttur. Altlık malzeme olan Inconel 718 alaşımından kaplama tabakasına doğru da Ni difüzyonu olduğu gözlenmiş ve kaplama tabakasına difüze olan Ni oranının (% 0,000), kaplama tabakasından altlık malzemeye doğru olan Ti difüzyon oranından (% 1,546) daha düşük olduğu gözlenmiştir. Bu durumun, Ti' un hegzagonal sıkı paket (SPH) ve Ni' in yüzey merkez kübik (YMK) yapıya sahip olması ve SPH yapılı Ti içerisinde aynı atomik dolgu faktörü değerine sahip Ni' in difüze edebilmesi için daha yüksek aktivasyon enerjisi gerektirmesi nedeniyle meydana geldiği düşünülmektedir.

700 °C' de ısıl işleme tabi tutulan numunenin Ti – Ni elementlerine ait difüzyon eğrisi Şekil 6.7 (b)' de gösterilmiştir. Şekilde de görüleceği üzere ısıl işlemsiz numunenin kaplama tabakasında (Bölge 1) Ti oranı % 36,963 iken, 700 °C' de ısıl işlem görmüş numunenin aynı bölgesinde bu değer % 35,569' a düşmüş ve kaplama tabakasından altlık malzeme Inconel 718 alaşımına doğru azalan bir eğim göstermiştir. Arayüzeyden en uzak noktada (Bölge 7) ısıl işlemsiz numunenin Ti oranı % 1,546 iken; 700 °C' de ısıl işlem görmüş numunede bu değer % 1,44 olarak ölçülmüştür. Kaplama tabakasındaki (Bölge 1) Ni oranı ise % 1,942 olarak ölçülmesine rağmen, altlık malzeme Inconel 718 alaşımından bu değer % 55,387 olarak ölçülmüştür.

800 °C'de ısıl işlem uygulanan numunenin Ti – Ni elementlerine ait difüzyon eğrisi Şekil 6.7 (c)' de gösterilmiştir. Bu numunenin ölçümlerinde kaplama tabakası boyunca Ti oranının azaldığı ve altlık malzeme olan Inconel 718 alaşımı içerisinde Ti oranının arttığı görülmüş; benzer şekilde altlık malzeme Inconel 718' den kaplama tabakasına difüze olan Ni oranında artış gözlenmiştir.

Isil işlem sıcaklığı arttıkça kaplama tabakasından, altlık malzeme Inconel 718 alaşımına difüze olan element miktarı artarken, buna karşılık kaplama tabakasının elementlerinde azalma olduğu gözlenmiştir. 900 °C' de kaplama tabakasında % 30, 336 Ti ölçülmüş ve altlık malzemeye doğru azalan bir eğim göstererek, en uzak mesafe olan Bölge 7' de bu değer % 2,290 olarak ölçülmüştür.

CrN kaplanmış olan numunelerin ısıl işlemsiz ve ısıl işlem görmüş durumdaki SEM görüntüleri Resim 6.10' da gösterilmiştir.



Resim 6.10. CrN kaplanmış numunelerin ısıl işlemsiz ve ısıl işlem parametrelerine bağlı olarak değişimi, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune



Resim 6.10. (devam) CrN kaplanmış numunelerin ısıl işlemsiz ve ısıl işlem parametrelerine bağlı olarak değişimi, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune

CrN kaplanmış tüm numunelerde kaplama – altlık malzeme arayüzeyi arasında yaklaşık 1 µm kalınlığında bir geçiş bölgesi gözlenmiştir. Geçiş bölgesi kalınlığının ısıl işlem sıcaklığındaki artışa bağlı olarak bariz bir değişimi olmamıştır.

Resim 6.10' da ısıl işlemsiz ve 600 °C' de ısıl işlem uygulanmış numunelerde tane sınırlarında ve / veya tane köşelerinde Nb esaslı çökeltiler görülmektedir. Bununla birlikte tüm numunelerde altlık malzeme içerisinde ikizlenmeler mevcuttur. 700 °C' de ısıl işlem görmüş numunenin kaplama tabakasında yaklaşık 2 μ m büyüklüğünde bir makropartikül gözlenmekte iken, altlık malzeme içerisinde bir hat halinde sıralanmış çökeltiler ile küresel bir çökelti gözlenmiştir. Bu çökeltiler Resim 6.16' da daha detaylı olarak incelenmiştir.

CrN kaplanmış numunelerden noktasal EDS verileri alınmış ve ısıl işlem sıcaklığının Cr ve N elementlerinin kaplama tabakasından altlık malzeme olan Inconel 718' e kadar olan difüzyon değişimleri incelenmiştir. İnceleme bölgeleri Resim 6.11' de, ısıl işlem koşullarına bağlı olarak oluşturulan difüzyon eğrileri Şekil 6.8' de gösterilmiştir.



Resim 6.11. CrN kaplanmış numunelerde noktasal EDS verilerinin alındığı bölgeler



Şekil 6.8. CrN kaplanmış numunelerin ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak belirlenmiş noktalardan alınan EDS verileri göre Ni - Cr oranlarındaki değişim, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune



Şekil 6.8. (devam) CrN kaplanmış numunelerin ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak belirlenmiş noktalardan alınan EDS verileri göre Ni - Cr oranlarındaki değişim, (a) Isıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune

CrN kaplanmış; ısıl işlemsiz, 600 °C, 700 °C ve 800 °C' de ısıl işlem görmüş numunelerin kaplama tabakası ve altlık malzeme Inconel 718 alaşımına ait element değişimleri Şekil 6.8' de gösterilmiştir. Element değerlendirmeleri için kaplama tabakasının temel elementi olan Cr ve altlık malzeme Inconel 718'in temel elementi Ni kullanılmıştır.

Bu numunelerin kaplama tabakası yaklaşık % 82,1 oranında Cr içerirken, artan ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak, kaplama yüzeyinden, kaplama – altlık malzeme arayüzeyine doğru element değişiminin olduğu gözlenmiştir. Isıl işlemsiz numunenin arayüzeyinde (Bölge 2)

% 45,786 oranında Cr varken, 600 °C' de ısıl işlem gören numunede bu değer % 60,181, 700 °C' de ısıl işlem gören numunede % 82,838' dir. Ancak ısıl işlem sıcaklığı 800 °C' ye çıkarıldığında Cr oranı yaklaşık % 40 civarına düşmektedir. 700 °C ısıl işlemli numunede kaplama yüzeyi ile arayüzey arasında Cr oranının yaklaşık olarak eşit olması bu ısıl işlem sıcaklığının kaplama tabakasına homojenleştirme ısıl işlemi etkisi yaptığı düşünülmektedir. 800 °C' de Cr miktarının düşmesi ise, bu sıcaklığın CrN kaplamanın oksitlenme sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklık olması sebebiyle, kaplama tabakasının üst bölgelerinde Cr' un oksijenle bileşikler oluşturduğu (Cr₂O₃, Cr₂O) ve bu nedenle arayüzeyden altlık malzemeye doğru difüzyonun azaldığı söylenebilir.

Isil işlem sıcaklıklarına bağlı olarak altlık malzeme Inconel 718' in temel elementlerinden olan Ni' in kaplama tabakasına difüze olan oranı da değişiklik göstermektedir. Isil işlem uygulanmayan numunenin arayüzeyinde (Bölge 2) Cr oranı % 27,732 iken, bu değer 600 °C' de isil işlem uygulanmış numunede % 21,776, 800 °C' de isil işlem uygulanmış numunede ise % 32,150 olarak ölçülmüştür. Artan isil işlem sıcaklığına bağlı olarak Ni' in altlık malzeme Inconel 718 alaşımından kaplama tabakasında doğru difüzyonunun artış göstermesi normaldir.

Difüzyon eğrileri yorumları yapılırken, kaplama tabakaları ve altlık malzemeyi oluşturan esas elementlerin ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı değişimleri değerlendirilmiştir. Gösterilen değerler içerisinde tutarsız olanların EDS ölçümlerinin noktasal ölçüm olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Inconel 718 süperalaşım malzemenin SEM incelemeleri

Bu bölümde Inconel 718 süperalaşım içerisinde gözlemlenebilen yapılar hakkında incelemeler yapılmıştır.



Resim 6.12. Inconel 718 süperalaşımının genel görüntüsü

Nikel esaslı süperalaşımlarda matris YMK kristal sistemine sahip γ fazından meydana gelmektedir. YMK kristal sisteminin ikiz düzlemi (111) iken, ikiz doğrultusu [112]' dir [61].

Resim 6.12' de ve mikroyapı incelemelerinde Inconel 718 alaşımının yoğun bir şekilde ikizlenmeye sahip olduğu görülmektedir. Bazı ikizlenmiş taneler resim üzerinde gösterilmiştir.



Resim 6.13. Inconel 718 alaşımındaki aşırı tane büyümesi

Resim 6.13' te Inconel 718 süperalaşım içerisinde iri tane yapısı gözlenmiştir.

Yapılan elementel haritalama ve EDS ölçümleri sonucunda Resim 6.13' te gösterilen 1 ve 2. bölgelerin temel olarak Cr, Fe, Ni, Nb ve Mo içerdikleri, bununla birlikte Inconel 718 alaşımını meydana getiren diğer elementler de mevcuttur. Kütlece % element miktarlarına göre; 1 numaralı bölgedeki Ni oranı 2 numaralı bölgeye göre yaklaşık % 1 kadar daha düşük olmasına rağmen Cr, Fe, Nb ve Mo içerikleri birbirine çok yakındır.

Bu yapının; tane sınırı enerjilerine, tane ve tane sınırı uyumlarına, kafes sistemleri tip ve uyumlarına bağlı olarak elementel değişim sonucunda meydana geldiği düşünülmektedir. Isıl işlem sıcaklığına bağlı olarak bu iri tanelerin hem boyutlarında hem de yapı içerisindeki miktarlarında artış gözlenmektedir.



Resim 6.14. Inconel 718 içerisindeki Ti esaslı çökeltiler

Resim 6.14' te yapı içerisinde difüzyona bağlı olarak meydana geldiği düşünülen çökeltiler oluşmuştur. Bu çökeltilerin kimyasal kompozisyonları Çizelge 6.2' de verilmiştir.

Çizelge 6.2. Çökeltileri oluşturan temel elementlerin kütlece % değerleri ve kristal özellikleri

	Kristal Sistemi [61]	ADF [62]	Atom Yarıçapı (Å) [61]	1. Bölge	2. Bölge	3. Bölge
Ti	SPH	0,74	2	47,206	43,164	48,731
Ni	ҮМК	0,74	1,62	12,177	19,297	7,436
Nb	НМК	0,68	2,08	19,438	14,294	14,135

Bu çökeltiler benzer morfolojide görülmelerine rağmen, farklı kontrasta sahip olan bölgeler olarak meydana gelmişlerdir. Bu bölgelerin kimyasal kompozisyonları karşılaştırıldığında, öncelikli olarak Ti esaslı çökeltilerin oluştuğu, daha sonra sıcaklık ve tanelerin enerjilerine bağlı olarak, atomik dolgu faktörü (ADF) Ni' den daha düşük olan Nb ve ADF' ü birbirine denk olmasına rağmen atom yarıçapı daha düşük olan Ni elementlerinin bu bölgelere difüze olma eğilimi ile birlikte 2. Bölge olarak gösterilen Ti içeriği yüksek bölgenin 3. Bölgedeki daha açık renkli kontrasta sahip olan bölgeyi oluşturduğu ve son olarak difüzyon hızının, bu sıcaklıklar için azalması sonucunda 1. Bölgedeki görüntüyü oluşturduğu düşünülmektedir.



Resim 6.15. Ti esaslı çökeltiler

Resim 6.15'te bir hat halinde sıralanmış Ti esaslı çökeltiler görünmektedir. Bu çökeltiler üzerinden yapılan noktasal EDS ölçüm sonuçları Çizelge 6.3' te gösterilmiştir.

Çizelge 6.3' ten görüleceği gibi, HMK yapıya sahip elementler içerisinde atomik yarıçapı en düşük element Fe' dir. YMK, HMK ve SPH kristal yapısına sahip yapılar içerisinde en kolay difüze olabilen yapı, ADF' nün daha düşük olması sebebiyle HMK yapılar iken; ADF birbirine denk olan elementler difüze olurken atomik yarıçaplarına bağlı olarak bu süreci gerçekleştireceklerdir. Bu nedenle bu elementler içerisinde yapıdaki enerji ve termal değişikliklere bağlı olarak meydana gelebilecek olan difüzyon koşullarında en hareketli olan element Fe olacaktır.

	Kristal Sistemi [61]	ADF [62]	Atom Yarıçapı (Å) [61]	1. Bölge	2. Bölge
Ti	SPH	0,74	2	35,578	73,241
Ni	ҮМК	0,74	1,62	22,716	3,264
Nb	НМК	0,68	2,08	8,843	10,989
Fe	НМК	0,68	1,72	9,887	1,315
Cu	ҮМК	0,74	1,57	2,006	0,371
Cr	НМК	0,68	1,85	12,018	2,968

Çizelge 6.3. Belirtilen bölgelerden alının temel elementlerin kütlece % değerleri ve kristal özellikleri

Her iki bölge arasında karşılaştırma yapıldığında 1. ve 2. bölgelerin kimyasal kompozisyon açısından birbirinden farklı olduğu gözlenmektedir. 2. bölgede atomsal hareketliliği düşük olan Ti ve Nb miktarları yüksek iken; 1. Bölgede Ti, Fe, Ni, Cr ve Cu miktarları nispeten yüksektir. Bu durumda Cu, Ni, Cr ve Fe' in Ti esaslı çökelti içerisine difüze oldukları düşünülmektedir.



Resim 6.16. Nb esaslı çökeltiler

Resim 6.16' da yapı içerisinde Nb esaslı çökeltiler gösterilmiş, bunların kimyasal kompozisyonları Çizelge 6.4' te veriliştir.

Çizelge 6.4. Belirtilen bölgelerden alının temel elementlerin kütlece % değerleri ve kristal özellikleri

	Kristal Sistemi [61]	ADF [62]	Atom Yarıçapı (Å) [61]	1. Bölge	2. Bölge	3. Bölge	4. Bölge
Ti	SPH	0,74	2	4,169	4,669	4,953	4,635
Ni	ҮМК	0,74	1,62	2,112	8,672	4,478	2,720
Nb	НМК	0,68	2,08	89,400	72,735	67,680	87,380

Çizelge 6.4' ten görüldüğü gibi her dört bölgede de yapılan EDS sonuçlarına göre Nb konsantrasyonu bu bölgelerde çok yüksektir. Bu çökeltiler oluşurken, Nb' un öncelikle SPH yapıdaki Ti içerisine difüze olarak, buradaki Ti atomlarını ana yapı içerisine doğru ittiği, ancak Nb' un yüksek atomik yarıçapına bağlı olarak meydana getirdiği boşlukların

da yapıdaki Ni tarafından doldurulduğu; difüzyon enerjisinin azalmasıyla birlikte bu çökeltilerin kararlı hale geçtikleri düşünülmektedir.

6.3. Sertlik Sonuçları

6.3.1. Mikrosertlik sonuçları

AlTiN kaplamalara ait mikrosertlik değişim grafiği Şekil 6.9' da elementel haritalama verileri ise Resim 6.17' de verilmiştir.



Şekil 6.9. AlTiN kaplı numunelerden alınan sertlik değerleri

AlTiN kaplanmış olan numunelerde ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak mikrosertlik değerlerinde azalma gözlenmiştir. Şekil 6.11' deki bazı oksitli bileşenlerin sıcaklık – standart serbest enerji değişimine bağlı olarak çizilen; oksitlerin indirgenme ve yükseltgenme tepkimeleri esnasında sıcaklık veya enerji değerlerinin elde edildiği Ellingham Diyagramı' 1 [63] kullanılarak yapılan hesaplamalar Eş. 6.1' de gösterilmiş olup, buna göre 700 °C' de ısıl işlem görmüş numunede Al, Cr_2O_3 ' i redüklemiştir. 800 °C ve 900 °C' de yapılan ısıl işlemlerde de aynı durum beklenmektedir. Böylece Al₂O₃ miktarı artarken; Cr_2O_3 miktarında azalma beklenmektedir. Al₂O₃ sertliği 2600 – 2720 kg / mm²

iken Cr_2O_3 sertliği yaklaşık 2955 kg / mm² olduğundan Cr_2O_3 oksit miktarlarındaki azalışın, sertlik düşüşüne sebep olduğu düşünülmektedir.

$$\frac{4/3 \text{ Al} + \text{O}_2 = 2/3 \text{ Al}_2\text{O}_3}{4/3 \text{ Cr} + \text{O}_2 = 2/3 \text{ Cr}_2\text{O}_3} \qquad \Delta \text{G}^\circ = -218 \text{ kcal}$$

$$\frac{4/3 \text{ Cr} + \text{O}_2 = 2/3 \text{ Cr}_2\text{O}_3}{4/3 \text{ Al} + \text{O}_2 = 2/3 \text{ Al}_2\text{O}_3} \qquad \Delta \text{G}^\circ = -218 \text{ kcal}$$

$$\frac{2/3 \text{ Cr}_2\text{O}_3 = 4/3 \text{ Cr} + \text{O}_2}{4/3 \text{ Al} + 2/3 \text{ Cr}_2\text{O}_3 = 4/3 \text{ Cr} + 2/3 \text{ Al}_2\text{O}_3} \qquad \Delta \text{G}^\circ = -80 \text{ kcal}$$
(6.1)



Resim 6.17. AlTiN ile kaplanmış numunelerin elementel haritalama verileri, (a) ısıl işlemsiz numune, (b) 700 °C ısıl işlemli numune, (c) 800 °C ısıl işlemli numune, (d) 900 °C ısıl işlemli numune



Resim 6.17. (devam) AlTiN ile kaplanmış numunelerin elementel haritalama verileri, (a) ısıl işlemsiz numune, (b) 700 °C ısıl işlemli numune, (c) 800 °C ısıl işlemli numune, (d) 900 °C ısıl işlemli numune

Resim 6.17' de görüleceği gibi Al yeşil, Ti mor, Cr sarı, Mn mavi, Ni kırmızı, Nb gri ve Mo beyaz renklerde görünmektedir. Numunelerde kaplama tabakaları içerisinde yoğun miktarda Al ve Ti görünürken, difüzyon bölgesinde de miktarı az da olsa Al ve Ti' un bulunduğu görülmektedir.

Kaplama işlemi 400 °C' de yapıldığından, hem kaplama işlemi süresince hem de ısıl işlem gören numunelerde ana malzeme içerisinden kaplama tabakası yönünde Cr difüzyonunun meydana geldiği düşünülmektedir. Elementel haritalama analizlerinden de görüldüğü gibi, ana malzeme ve kaplama tabakası arasındaki difüzyon bölgesindeki Cr yoğunluğu, diğer bölgelere göre daha yoğun olarak görülmektedir. Benzer bir davranışı Mn da sergilemekte iken, Mn' ın bir hat veya bölge içerisinde yoğunlaştığı görülmemiştir.

Altlık malzeme olan Inconel 718' i oluşturan temel element Ni ve diğer alaşım elementleri olan Nb ve Mo ise ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak kaplama tabakası içerisine doğru yoğun bir difüzyon hareketine sahip değillerdir.

CrN kaplamalara ait mikrosertlik sonuçları Şekil 6.10' da elementel haritalama verileri ise Resim 6.18' de verilmiştir.



Şekil 6.10. CrN kaplı numunelerden alınan sertlik değerleri

Şekil 6.10' da görüldüğü gibi ısıl işlemsiz numunenin sertliği, ısıl işlem sıcaklığındaki artışa bağlı olarak artmaktadır. Bu durumun sebebi ise, Resim 6.18' deki elementel haritalama sonuçları ile açıklanmıştır. Resim 6.18' de görüldüğü gibi tüm numunelerde altlık malzeme olan Inconel 718'den kaplama yüzeyine doğru Mn göçü meydana gelmektedir.

Şekil 6.11' deki Ellingham Diyagramı' ndan da görüleceği üzere MnO, oluşması mümkün olan Cr₂O₃, NiO gibi bileşiklerden daha düşük standart serbest enerjiye sahip olduğundan dolayı daha geç büyür ve daha kararlıdır. Isıl işlemsiz ve ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak kaplama tabakalarındaki değişen Mn miktarları Çizelge 6.5' te gösterilmiştir.

	Isıl işlemsiz numune	600 °C' de 1s11 işlem gömüş numune	700 °C' de 1s11 işlem gömüş numune	800 °C' de 1s11 işlem gömüş numune
% Mn Miktarı	0,033	0,702	1,055	1,183

Çizelge 6.5. Isıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak gözlenen, kaplama tabakalarının % Mn değeri değişimi

Çizelge 6.5' ten de görüleceği üzere ısıl işlem sıcaklığı arttıkça % Mn miktarında artış meydana gelmiştir. % Mn miktarında artış meydana gelmesi sonucunda, yapı içerisinde oluşması mümkün olan MnO miktarını artacağı ve buna bağlı olarak da CrN kaplamaların ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak sertliklerinde artış meydana geleceği düşünülmektedir.



Resim 6.18. CrN ile kaplanmış numunelerin elementel haritalama verileri, (a) ısıl işlemsiz numune, (b) 600 °C ısıl işlemli numune, (c) 700 °C ısıl işlemli numune, (d) 800 °C ısıl işlemli numune



Resim 6.18. (devam) CrN ile kaplanmış numunelerin elementel haritalama verileri, (a) ısıl işlemsiz numune, (b) 600 °C ısıl işlemli numune, (c) 700 °C ısıl işlemli numune, (d) 800 °C ısıl işlemli numune



Resim 6.18. (devam) CrN ile kaplanmış numunelerin elementel haritalama verileri, (a) ısıl işlemsiz numune, (b) 600 °C ısıl işlemli numune, (c) 700 °C ısıl işlemli numune, (d) 800 °C ısıl işlemli numune

Resim 6.18' de görüleceği gibi Cr elementi sarı, Ni kırmızı, Mn mavi, Nb yeşil ve Mo beyaz renklerde görülmektedir. Buradaki sonuçlara göre, CrN kaplanmış numunelerde Cr oranı en yüksek kaplama tabakası içerisindedir. Bu yoğunluk kaplama tabakası ve ana malzeme arasındaki geçiş bölgesinden aşağı inildiğinde biraz daha azalmıştır. Ni, yalnızca esas metal içerisinde görülmekte ve bu numunelerde altlık malzemeden kaplama tabakasına doğru Mn göçü meydana gelmektedir. Bu göçün ısıl işlem sıcaklığındaki artışa bağlı olarak arttığı aynı zamanda bölgesel EDS analizleri ile ölçülmüş olup daha öncesinde Çizelge 6.5' te gösterilmiştir. Isıl işlem görmemiş numunedeki Mn göçü ise, kaplama işlemi esnasında numunelerin 400°C' ye ısıtılması sonucunda meydana gelmesi ile açıklanmaktadır. Nb ve Mo elementleri de ana malzemeden kaplama tabakasına doğru çok az miktarda difüze olmuştur.



Şekil 6.11. Ellingham Diyagramı [56]

6.3.2. Makrosertlik sonuçları

Inconel 718 süperalaşım malzemeye uygulanan ısıl işlemler sonrasında elde edilen sertlik değerleri Şekil 6.12' de gösterilmiştir. Buna göre ısıl işlemsiz numunenin sertlik değeri 225,9 HV 1 iken, bu değer, ısıl işlem sıcaklığının artmasına bağlı olarak artmaktadır. Ancak ısıl işlem sıcaklığı 900 °C'ye çıkarıldığında 800 °C' deki sertlik değerine göre % 80,41 oranında azalma meydana gelmektedir.



Şekil 6.12. Isıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak Inconel 718' deki sertlik değişimi

Resim 6.19 ' da ısıl işlemsiz, 600 °C, 700 °C, 800 °C ve 900 °C'de ısıl işleme maruz kalan Inconel 718 alaşımının mikroyapıları gösterilmiştir. Buna göre, ısıl işlemsiz numunede, 600 °C, 700 °C ve 800 °C' de ısıl işlem gören numunelerde, MC tipi karbürler (Ti ve Nb esaslı karbürler) tane sınırlarında ve tane köşelerinde görülürken, ısıl işlem sıcaklığı 900 °C' ye çıkarıldığında bu çökeltiler hem tane sınırlarında hem tane içlerinde görülmektedirler. Bu durumda ise malzemenin tane sınırlarındaki dislokasyon yoğunluğu ve mikrogerilmeleri azalacağından, sertlikte de beklenen bir şekilde azalma meydana gelmektedir.



Resim 6.19. Inconel 718 malzemeye uygulanan ısıl işlem parametrelerine bağlı olarak Ti ve Nb esaslı çökeltilerde meydana gelen değişimler, (a) ısıl işlemsiz numune, (b) 600 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (c) 700 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (d) 800 °C' de ısıl işlem görmüş numune, (e) 900 °C' de ısıl işlem görmüş numune

6.4. XRD Sonuçları

AlTiN kaplanmış numunelere ait XRD verileri Şekil 6.13 ve Şekil 6.14' te gösterilmiştir.



Şekil 6.13. AlTiN kaplanmış numunelerin XRD verileri

Şekil 6.12' de de görüleceği gibi ısıl işlemsiz, 700 °C ve 800 °C' de ısıl işlem gören numunelerde 37,3° ve 43,48 °' de AlTiN'e ait (111) ve (200) düzlemlerinden difraksiyon alınmıştır. Bu sonuçlar, benzer çalışmalar tarafından da desteklenmektedirler [64-66]. 50,58 °' deki pik ise Inconel 718'deki γ fazındaki Ni' den gelen difraksiyondur [67,68].

Isıl işlem sıcaklığındaki değişime bağlı olarak, (111) düzleminde yönlenen AlTiN' de ve (200) düzleminde yönlenen, Inconel 718 içerisindeki γ fazındaki Ni' de değişim görülmemiştir.

Ancak AlTiN kaplanmış numune oksitlenme sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklıkta ısıl işlem gördüğünde (900 °C), ısıl işlemsiz koşulda (200) düzleminde yönlenmiş olan c – AlTiN yapısında değişim gözlenmektedir (Şekil 6.13). Bu değişim başlangıç haldeki c – AlTiN' ün spinodal faz ayrışması sonucunda nano – kompozit yapılı c – AlN (200) ve c –



TiN (200) şeklinde ayrışması olarak tanımlanır. Rabinovich ve arkadaşları da benzer sonuçları elde etmişlerdir [69,70].

Şekil 6.14. Isıl işlem sıcaklığına bağlı olarak (200) düzleminde yönlenmiş olan kübik AlTiN' de meydana gelen değişimler

Şekil 6.15' te ise ısıl işlemsiz ve farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış CrN kaplamalara ait XRD grafikleri görülmektedir. Şekil 6.15' te görüleceği gibi ısıl işlemsiz numunede (111) ve (200) düzleminde yönlenmiş CrN görülmekte iken [71-76], (220) düzleminde AlTiN kaplamalarda olduğu gibi Inconel 718 içerisindeki γ fazındaki Ni görülmektedir.



Şekil 6.15. CrN kaplanmış numunelerin XRD verileri

Isıl işlem sıcaklığı 600 °C' ye çıkarıldığında (111) düzleminde yönlenmiş Cr_2O meydana gelirken , (104) düzleminde yönlenen Cr_2O_3 ısıl işlem sıcaklığı 700 °C' ye çıkarıldığında görülmektedir. Çeşitli çalışmalarda da Cr_2O [76] ve Cr_2O_3 [74-77] verileri birbirine benzerdir.

Elde edilen XRD verileri kullanılarak tane boyutu Eş. 6.2, dislokasyon miktarları Eş. 6.3 ve mikrogerilmeler Eş. 6.4' e göre hesaplanmıştır. AlTiN kaplamaya ait sonuçlar Çizelge 6.6' da, CrN kaplamaya ait sonuçlar ise Çizelge 6.7' de gösterilmiştir.

$$D = \frac{k \times \lambda}{\beta \times \cos \theta}$$
(6.2)

$$\delta = \frac{n}{D^2}, n=1 \tag{6.3}$$



Şekil 6.16. AlTiN kaplamaların ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak tane boyutu ve dislokasyon yoğunluğunun değişimi

(6.4)

Şekil 6.16' dan da görüleceği gibi ısıl işlemsiz numunenin tane boyutu 700 °C ve 800 °C' de ısıl işlem yapılan numunelerin tane boyutlarına göre daha büyüktür. Isıl işlem sıcaklığı arttıkça, tane boyutlarında azalma meydana gelirken, ısıl işlem sıcaklığı 900 °C' ye çıkarıldığında tane irileşmesi meydana gelmektedir. Ancak 900 °C' AlTiN kaplamanın oksitlenme sıcaklığın üzerinde ve faz ayrışmasının gözlendiği bir sıcaklık olması itibariyle, tane boyutu başlangıç tane boyutunun da üzerine çıkmıştır.

Çizelge 6.6' dan da görüleceği gibi, dislokasyon miktarları ve mikrogerilme miktarları ısıl işlem ıcaklığına bağlı olarak 800 °C' ye kadar artarken, 900 °C' de azalma göstermişlerdir. Bu durumda da 900 °C'de meydana gelen tane irileşmesinin malzeme içerisindeki dislokasyon yoğunluğunun ve mikrogerilmelerin azalmasına sebep olduğu düşünülmektedir.

AlTiN Kaplama						
Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	Isıl İşlemsiz Numune	700 °C	800 °C	900 °C		
Tane Boyutu (nm)	5,8664	5,6534	4,5177	6,0300		
Dislokasyon Yoğunluğu (x 10 ¹¹ cm ⁻²)	0,0291	0,0313	0,0490	0,0275		
Mikrogerilme (10 ⁻³)	0,0425	0,0441	0,0550	0,0412		

Çizelge 6.6. AlTiN kaplamaya ait tane boyutu, dislokasyon ve mikrogerilme miktarları



Şekil 6.17. CrN kaplamaların ısıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak tane boyutu ve dislokasyon yoğunluğunun değişimi

Şekil 6.17' de de görüleceği gibi, ısıl işelmsiz numunenin tane boyutu yaklaşık olarak 6,2926 nm civarında iken, 600 °C ısıl işlem uygulanan numunede Şekil 6.14' te de görüleceği gibi (111) düzleminde yönlenen Cr_2O meydana gelmektedir. Yeni oluşan bu fazın tane büyümesine sebep olduğu düşünülmektedir. Ancak ısıl işlem sıcaklığı 700 °C'

ye çıkarıldığında Şekil 6.14' te de görüleceği gibi (104) düzleminde yönlenen Cr_2O_3 fazı meydana gelmektedir. Ancak tane sınırlarında ve / veya tane köşelerinde oluşmaya başlayan bu faz tane büyümesine engel olmakla birlikte, tane boyutunun azalmasına sebep olmaktadır. Isıl işlem sıcaklığı, CrN kaplamanın oksitlenme sıcaklığının üzeri olan 800 °C' ye çıkarıldığında ise tane boyutu 700 °C' deki tane boyutunun üzerine çıkmakla birlikte, faz kompozisyonunda herhangi bir ayrışma meydana gelmediğinden dolayı, başlangıç tane boyutu üzerine çıkmamıştır.

CrN Kaplama						
Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	Isıl İşlemsiz Numune	600 °C	700 °C	800 °C		
Tane Boyutu (nm)	6,2926	6,3185	5,4368	5,9079		
Dislokasyon Yoğunluğu (x 10 ¹¹ cm ⁻²)	0,0253	0,0250	0,0338	0,0287		
Mikrogerilme (10 ⁻³)	0,0396	0,0395	0,0459	0,0299		

Çizelge 6.7. CrN kaplamaya ait tane boyutu, dislokasyon ve mikrogerilme miktarları

Çizelge 6.7' den de görüleceği gibi CrN kaplamanın dislokasyon yoğunluğu ve mikrogerilme miktarı, 600 °C' de ısıl işlem gören numunede başlangıç miktarına göre azalmakla birlikte; 700 °C ve 800 °C' de bu değerler artış göstermektedir. Yani dislokasyon yoğunluğu ve mikrogerilme miktarları tane boyutundaki değişime göre beklenilen şekilde değişmektedir.

6.5. Elektriksel İletkenlik Sonuçları



Şekil 6.18. AlTiN kaplanmış numunelerin kaplama tabakalarının oda sıcaklığındaki özdirenç değerleri

AlTiN kaplamanın seramik esaslı olmasına rağmen amorf yapılı değil, kristal yapılı olması sebebiyle elektriksel iletkenliğe sahip olacağı düşünülmektedir. AlTiN kaplanmış numunelerin kaplama tabakalarına ait özdirenç değerleri Çizelge 6.8' de gösterilmiştir.

	Isıl İşlem Sıcaklığı , °C				
	Isıl işlemsiz numune	700	800	900	
Özdirenç x 10^{-3}	1,0575	0,9816	0,5170	-0,1325	

Çizelge 6.8. AlTiN kaplanmış numunelerin kaplama tabakalarının özdirenç değerleri

AlTiN kaplanmış numunelerde yapılan ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak malzemenin özdirencinde azalma meydana gelmiştir (Şekil 6.18), yani malzemenin iletkenliğinde 900 °C'de yapılan ısıl işlem parametrelerine göre artış gözlenmekteyken, 900 °C' de yapılan ısıl işlem sonrasında numune yalıtkan hale gelmiştir. 900 °C' de spinodal faz ayrışmasının, kaplama tabakasının iletkenliğini ortadan kaldırarak; kaplama tabakasını yalıtkan hale getirdiği düşünülmektedir.



Şekil 6.19. CrN kaplanmış numunelerin kaplama tabakalarının oda sıcaklığındaki özdirenç değerleri

Birçok metal oksit yalıtkan olmasına rağmen; Cr₂O₃, PbO, InO₂, SnO₂, CuO, Cu₂O ve RuO gibi bazı metal oksitler elektrik iletkenliğine sahiptir. İletken oksitlerin yanısıra iletken nitrürler, silisidler ve borürler bu özellikleri sayesinde ince metal film kaplamalarda difüzyon bariyeri olarak kullanılmaktadırlar [78].

CrN esasen seramik esaslı olup, AlTiN gibi kristal kafes yapısına sahip bir bileşiktir. Yapılan deneysel çalışmada CrN kaplanmış numunelerin XRD grafiklerinde Cr_2O_3 ve Cr₂O gibi oksitlerin varlığı gösterilmiştir. Bu durumda hem CrN kaplamanın hem de oksitlenmiş numunelerin elektriksel iletkenliğe sahip olmaları beklenmektedir.

Çizelge 6.9. CrN kaplanmış numunelerin kaplama tabakalarının özdirenç değerleri

	Isıl İşlem Sıcaklığı, °C				
	Isıl işlemsiz numune	600	700	800	
Özdirenç x 10^{-5} [ohm / \Box]	1,6050	1,0624	3,8153 x 10 ⁻³	0,0158	

Yapılan ısıl işlemler sonucunda ısıl işlem sıcaklığı arttıkça, kaplama tabakasının özdirencinde azalma meydana gelmiştir. Ancak ısıl işlem sıcaklığı CrN kaplamanın oksitlenme sıcaklığı üzerindeki sıcaklıkta iken (800 °C) kaplama tabakasının özdirencinde artış meydana gelmiştir. Fakat bu artış, başlangıç değerinin üzerine çıkmamıştır. Yani numune ısıl işlemsiz haline göre daha iletken hale gelmiştir.
7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

- AlTiN kaplanmış numunelerde kaplama işlemi sonrasında, ısıl işlem görmemiş numunenin yüzey pürüzlülük değeri, AlTiN kaplamanın oksitlenme sıcaklığının altında ve oksitlenme sıcaklığında ısıl işlem uygulanmış numunelerinkinden daha düşük olmasına rağmen; ısıl işlem sıcaklığı kaplamanın oksitlenme sıcaklığı üzerine çıktığında (900 °C) yüzey pürüzlülük değeri, ısıl işlemsiz numunenin yüzey pürüzlülük değerinden daha yüksek ölçülmüştür.
- CrN kaplanmış numunelerde, yüzey pürüzlülük değerleri oksitlenme sıcaklığına kadar AlTiN kaplamalardaki gibi bir davranış göstermesine rağmen, CrN kaplamanın oksitlenme sıcaklığının üzerindeki sıcaklıkta yüzey pürüzlülük değeri daha da azalmaktadır.
- 3. AlTiN kaplamaların her iki katmanının da ayrı ayrı görülebildiği, ancak CrN kaplama tabakalarının tek bir yapı olarak oluştuğu görülmüştür. AlTiN çok bileşenli, CrN kaplama ise tek katı katot kullanılarak oluşturulduğu için bu yapılar görülmektedir. AlTiN kaplamalarda ısıl işlem sıcaklığının, kaplamanın oksitlenme sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklıkta yapılmasıyla birlikte arayüzeyde yeni bir yapı oluştuğu gözlenmiştir.
- 4. Isıl işlem sıcaklığının artmasıyla birlikte Nb ve Ni esaslı çökeltilerin boyutları artmış ve optik mikroskop incelemelerinde beyaz kontrasta sahip, fakat kimyasal kompozisyonu ana yapıya çok benzeyen iri tanelerin boyutu ve hacimsel oranları artmıştır.
- 5. AlTiN kaplamalarda altlık malzeme ile kaplama tabakası arasında bir difüzyon bölgesi meydana gelirken, CrN kaplamlarda böyle bir bölgeye rastlanmamıştır.
- 6. EDS ölçümleri sonucunda AlTiN kaplamalarda kaplama tabakasını meydana getiren temel elementler olan Al ve Ti konsantrasyonlarının altlık malzeme Inconel 718' e doğru azaldığı, altlık malzemeyi oluşturan Ni konsantrasyonunun ise altlık malzemeden kaplama tabakasına doğru azaldığı görülmüştür.

- 7. CrN kaplamalarda da benzer durum söz konusudur ve CrN kaplamalarda kaplama tabakasını meydana getiren temel element olan Cr konsantrasyonunun altlık malzeme Inconel 718' e doğru azaldığı, altlık malzemeyi oluşturan Ni konsantrasyonunun ise altlık malzemeden kaplama tabakasına doğru azaldığı görülmüştür. Mesafeye bağlı olarak değişen element miktarlarının belirlenebilmesi için çizgisel EDS verileri alan sistemler daha faydalı olacaktır.
- 8. Inconel 718 içerisinde meydana gelen farklı morfolojiye sahip fakat esas olark Ti esaslı çökeltiler gözlenmiştir ve kafes yapıları ve atomik yarıçaplarına bağlı olarak yorumlanmışlardır. Ancak bu çökeltiler ve diğer fazlar SEM incelemelerinin yanısıra, TEM ve XRD analizleri ile birlikte yeniden incelenmeli ve daha detaylı olarak araştırılmalıdır.
- AlTiN kaplamaların mikrosertlik değerlerinde, kaplamalara uygulanan ısıl işlem sıcaklığının artmasıyla birlikte azalma meydana gelmiştir. Ancak kimyasal kompozisyonun önemli olduğu analizler için XRF yöntemi kullanılması daha faydalı olacaktır.
- 10. Inconel 718 alaşımının sertlik değerleri de ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. 900 °C' ye kadar yapılan ısıl işlemlerde (600 °C, 700 °C, 800 °C) sertlik değerleri artarken, 900 °C'de yapılan ısıl işlem sonucunda sertlik değerlerinde azalma meydana gelmiştir. Bu sıcaklıklarda tane sınırı ve / veya tane köşelerinde çekirdeklenmeye başlayan çökeltilerin dislokasyon yoğunluğunu artırması sebebiyle artmaya başladığı, ancak 900 °C' de bu kritik enerji düzeyinin aşılarak dislokasyon yoğunluğuna bağlı olarak sertlikte azalma meydana geldiği düşünülmektedir.
- 11. AlTiN kaplanmış numunelerde (220) düzleminde Inconel 718' e ait Ni piki görülürken, ısıl işlem koşulları değişse de bu pikte herhangi bir değişim meydana gelmemiştir. Ancak ısıl işlemsiz, 700 °C ve 800 °C de ısıl işlem gören numunelerde (111) ve (200) düzlemlerinden AlTiN difraksiyonu alınmakta iken, ısıl işlem sıcaklığı 900 °C' ye çıkarıldığında AlTiN kaplamada spinodal ayrışma sonucunda nano kompozit yapılı c AlN ve c TiN fazları meydana gelmiştir.

- 12. CrN kaplamalarda da ısıl işlem sıcaklığının artmasına bağlı olarak oluşan yeni fazların, tane boyutu büyümesini engellediği bu nedenle de dislokasyon yoğunluğunun arttığı, ancak kaplamanın oksitlenme sıcaklığının üzerine çıkıldığında buradaki kritik enerji düzeyinin aşılmasına bağlı olarak tane boyutunda artışın başladığı düşünülmektedir.
- 13. AlTiN kaplamaların oda sıcaklığındaki özdirenç ölçümlerinde ise, ısıl işlem sıcaklığı arttıkça malzemenin elektriksel iletkenliğinde artış meydana gelmekte iken; ısıl işlem sıcaklığı kaplama tabakasının oksitlenme sıcaklığının üzerine çıkarıldığında, tamamen yalıtkan hale gelmektedir.

KAYNAKLAR

- 1. Reed, R.C. (2006). *The Superalloys Fundamentals and Applications*.(1). New York/United Kingdom: Cambridge University Press, 1-2.
- Amato, K.N., Gaytan, S.M., Murr, L.E., Martinez, E., Shindo, P.W., Hernandez, J., Collins, S., Medina, F. (2012). Microstructures and mechanical behaviour of Inconel 718 fabricated by selective laser melting. *Acta Materialia*, 60, 2229-2239.
- 3. Department of Energy. (2006). *The Gas Turbine Handbook*. Morgantown: National Energy Technology Laboratory U.S. Department of Energy, 419-419.
- Anders, A. (2009), *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings*, P. M. Martin (Ed.), 3.Edition, Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, Elsevier, Oxford, pp.467-510.
- 5. Alpdoruk, D. (1996). Kesici Takımlar Üzerine Yapılan TiN Sert Seramik Film Kaplamanın Kesici Takım Ömrüne Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 10-15.
- Amato, K.N., Gaytan, S.M., Murr, L.E., Martinez, E., Shindo, P.W., Hernandez, J., Collins, S., Medina, F. (2012). Microstructures and mechanical behaviour of Inconel 718 fabricated by selective laser melting. *Acta Materialia*, 60, 2229-2239.
- Warcholinski, B., Gilewicz A. (2013). Effect of substrate bias voltage on the properties of CrCN and CrN coatings deposited by cathodic arc evaporation. *Vacuum*, 90, 145-150.
- 8. Barshilia, H.C., Selvakumar, N., Deepthi, B., Rajam, K.S. (2006). A comperative study of reactive direct current magnetron sputtered CrAlN and CrN coatings. *Surface & Coating Technology*, 201, 2193-2201.
- Motorcu, A. R., (2009). Nikel Esaslı Süperalaşımların Ve Titanyum Alaşımlarının İşlenebilirliği 1. Bölüm: Sinterlenmiş Karbür Takımların Performanslarının Değerlendirilmesi. *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi* 25 (1-2), 302 – 330.
- 10. ÇELİK, A. (2006). Nikel Esaslı Süperalaşımların Talaşlı İşlenmesi İçin Sialon Esaslı Kompozit Malzemelerin Geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 4-12.
- 11. Çay, V. V., Ozan, S. (2005) Süperalaşımlar ve uygulama alanları, *Doğu Anadolu Bölgesi Araştırmaları*, 178-188.
- 12. Sauthoff, G. (1995). Intermetallics. Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft mbH. 1-120.
- 13. Grabke, H.J., Schütze, M. (Eds.).(1997). Oxidation of Intermetallics, Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH., 3.

- 14. Kitaguchi, H. (2012). Microstructure-Property Relationship in Advanced Ni-Based Superalloys, Metallurgy Advances in Materials and Processes, Dr. Yogiraj Pardhi (Ed.), InTech, 19-27.
- 15. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.timet.co m.tr%2Finkonel.asp&date=2015-03-16, Son Erişim Tarihi: 16.03.2014.
- 16. Department of Atomic Energy. (1996). *Weldability of Inconel* 718 A Review. Kalpakkam: Indira Gandhi Centre For Atomic Research, 1-3.
- 17. ASM International. (1992). Volume: 3 Alloy phase diagrams. 3-21.
- 18. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Foregonstate.ed u%2Finstruct%2Fme581%2FExams%2FF05%2FME481F05Final.html&date=2 015-05-06, Son Erişim Tarihi: 06.05.2015.
- 19. Atmaca, E. S., Algan, İ. B., Kurt, A., Köseoğlu, T. (2014, Mayıs). Inconel 718 Süperalaşım Malzemenin TIG Kaynağı ile Kaynaklanabilirliği. 3.Uluslararası Kaynak Teknolojisi Konferansı ve Sergisi'nde sunuldu, Manisa.
- 20. Qin, X.Z., Guo, J.T., Yuan, C., Hou, J.S., Ye, H.Q. (2008). Thermal kararlity of primary carbides and carbonitrides in two cast Ni-base superalloys, *Materials Letters* 62, 2275–2278.
- 21. Hammond, C. (2009). The Basics of Crystallography and Diffraction (Third Edition). New York: Oxford University Press Inc., 280-281.
- 22. Raghavan, M., Mueller, R., Vaughn, G. A., Floreen, S. (1984). Determination of isothermal sections of Nickel rich portion of Ni-Cr-Mo system by analytical electron microscopy. *Metallurgical Transactions A*, 15 (5), 783-784.
- 23. Gordine, J. (1970), Welding of Inconel 718, American Welding Society, *Welding Research Supplement*, 531-533.
- 24. Ghosh, S., Yadav, S., Das, G. (2008), Study of standard heat treatment on mechanical properties of Inconel 718 using ball indentation technique, *Materials Letters* 62, 2619–2622.
- 25. Azadian, S., Wei, L.Y., Warren, R. Delta phase precipitation in Inconel 718, *Materials Characterisation*, 53, 7-16.
- 26. Janaki Ram, G.D., Reddy, A.V., Rao, K. P., Reddy, G.M., Sarin Sundar, J. K. (2005). Microstructure and tensile properties of Inconel 718 pulsed Nd – YAG laser, *Journal of Materials Processing Technology*, 167, 73-82.
- 27. Bahadır, B. (2010). Süperalaşımların Açık Ve Kontrollü Atmosferde Dökümü, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 3-6.

- 28. Coutsouradis, D., Davin, A., Lamberigts, M. (1987). Cobalt-based Superalloys for Applications in Gas Turbines, Streiff, R., Stringer, J., Krutenat, R. C., Caillet, M. (Eds.) *First International Symposium on High Temperature Corrosion of Materials and Coatings for Energy Systems and Turboengines*, Marseille, France, pp. 11-12.
- 29. Kahraman, F. (2008), *Süperalaşımların Nitrürlenerek Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi*, Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 26-32.
- 30. Park, J. H., Sudarshan, T. S. (Editörler). (2001). *Chemical Vapor Deposition*, Ohio:ASM International, 1-4.
- 31. Martin, P. M. (Editörler). (2009). *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings*, Oxford:Elsevier, 400-402.
- 32. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.asminter national.org%2Fweb%2Ftss%2Ftechnical%2Fwhite-paper&date=2015-03-14 Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- Minisker, M. A., (2009). Termal Sprey Yöntemiyle oluşturulan Kaplamaların Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 20-26.
- 34. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=https%3A%2F%2Fprezi.com%2 F lu461kshimb%2Ftermal-bariyer-kaplama%2F&date=2015-03-16, Son Erişim Tarihi: 16.03.2015.
- 35. Roberts, T., (2009). *The Structure and Kararliity of High Temperature Intermetallic Phases for Application within Coating Systems*, Doktora Tezi, Cranfield University School of Applied Sciences, Cranfield, 26-30.
- 36. Doğan, H., Karamolla, M., PVD Fiziksel Buhar Biriktirme ile Yapılan Kaplama Yöntemleri, MakinaTek, Sayı 96, Ekim 2005.
- Dinç, M. (2010). HSS (Yüksek Hız Çeliği) çeliklerinin PVD (Fiziksel Buhar Biriktirme) yöntemiyle AlTiN Kaplanması, Yüksek Lisans Tezi, Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne, 4-20.
- 38. Akbal, T. (2014). Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemiyle yapılan alüminyum krom nitrür (AlCrN) ince film kaplamaların üretimi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 3-39.
- 39. Türküz, M. C. (2006). Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemiyle yapılan zirkonyum nitrür ince film kaplamaların kaplama parametrelerinin incelenmesi ve optimizasyonu, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 3-35.
- 40. Uysal, M. (2006). CrN, TiN kaplanmış ve kaplanmamış AISI 304 paslanmaz çeliğinin korozyon özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 10-20.

- 41. İnternet: Keleşoğlu, Ergün. Sert Kaplamalar Üretim Teknikleri ve Özellikleri, http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.yildiz.edu.tr%2F %7Eergunk%2FSertKaplamalarErgunKelesoglu.pdf&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 42. PalDey, S., Deevi, S.C. (2003). Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review, *Materials Science and Engineering* A342, 58-79.
- 43. Voevodin, A. A., Shatansky, D. V., Levashov, E. A., Moore, J. J. (Editörler). (2004). *Nanostructured Thin Films and Nanodispersion Strengthened Coatings*, Dordrecht, The Netherlands:Kluwer Academic Publishers, 57-69.
- 44. Sönmezoğlu, S., Koç, M., Akın, S. (2012). İnce Film Üretim Teknikleri. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 28(5), 389-401.
- 45. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.gsp.info %2Fgalerie%2Ftin_max_1387459344.jpg&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 46. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Ftr.wikipedia.or g%2Fwiki%2FTitanyum_nitrit&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 47. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.titanit.co m.tr%2F&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 48. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fturkish.square endmill.com%2Fphoto%2Fsquareendmill%2Feditor%2F20140320094614_62078 .jpg&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 49. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fimg.alibaba.co m%2Fkf%2FHTB1KQmaGXXXXXqXXXq6xXFXXXC.jpg&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 50. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.aurorasci corp.com%2Fpvd-coating-equipment%2Fcoatingtypes%2F%23prettyPhoto%2F2%2F&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 51. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fmediaserver.d wpub.com%2Fpress-release%2F26217%2Fsmarthip2a.png&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 52. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.biomedce ntral.com%2Fcontent%2Ffigures%2F1471-2474-10-128-2-l.jpg&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 53. İnternet:<u>http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.amanatool.com%2Fmedia%2Fcatalog%2Fproduct%2Fcache%2F1%2Fimage%2F9df78eab33525d08d6e5fb8d27136e95%2FA%2FM%2FAMS-136-b.jpg&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.</u>

- 54. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.sc.mahid ol.ac.th%2Fscpy%2Fcourses%2Fscpy663%2Flecture2.pdf&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 55. İnternet:<u>http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fusers.wfu.edu</u> %2Fucerkb%2FNan242%2FL11-Thin_Film_Growth.pdf&date=2015-03-14, Son Erişim Tarihi: 14.03.2015.
- 56. Callister, W. D., Rethwisch, D. G. (2013). *Malzeme Bilimi ve Mühendisliği*, (çev. Kenan Genel), Ankara: Nobel Akademik Yayıncılık. (Eserin orijinali 2010' da yayımlandı). 346.
- 57. Franssila, S. (2010). *Introduction to Microfabrication*.(2). Singapore: John Wiley & Amp; Sons Ltd., 73-90.
- 58. Slama, C., Abdellaoui, M., (2000). Structural characterization of aged Inconel 718. *Journal of Alloys and Compounds*, 306, 277-284.
- 59. Paulonis, D. F., Oblak, J. M., Duvall, D. S. (1969). Precipitation in nickel base alloy 718, Trans. ASM, 62 (3), 611-622.
- 60. Kasai, K., Murakami, H., Kuroda, S., Imai, H. (2011). Effect of surface treatment and crystal orientation on microstructural changes in aluminized Ni-based single-crystal superalloy. *Material Transections*, 52 (9), 1768-1772.
- 61. İnternet: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.environ mentalchemistry.com%2Fyogi%2Fperiodic&date=2015-03-16, Son Erişim Tarihi: 16.03.2015.
- 62. Savaşkan, T. (1999). Malzeme Bilgisi ve Muayenesi. (1). Türkiye: Derya Kitabevi, 17,21.
- Mitchell, B.S. (2003). An Introduction to Materials Engineering and Science for Chemical and Materials Engineers. (Birinci Baskı). Canada: John Wiley & Sons Inc., 183.
- 64. Chang, Y.Y., Chang, C.P., Kao, H.Y. (2011). High temperature oxidation resistance of multilayered Al_xTi_{1-x} / CrN coatings. *Thin Solid Films*, 519, 6716-6720.
- 65. Chang, Y.Y., Yang, S.J., Wang, D.Y. (2006). Structural and mechanical properties of AlTiN / CrN coatings synthesized by a cathodic-arc deposition process. *Surface & Coating Technology*, 201, 4209-4214.
- 66. Fox-Rabinovich, G.S., Yamamato, K., Aguirre, M.H., Cahill, D.G., Veldhius, S.C., Biksa, A., Dosbaeva, G., Shuster, L.S. (2010). Multi-functual nano-multilatered AlTiN/Cu PVD coating for machining of Inconel 718 superalloy. *Surface & Coating Technology*, 204, 2465-2471.

- 67. Bunsch, A., Kowalska, J., Witkowska, M. (2012). Influence of die forging parameters on the microstructure and phase composition of Inconel 718 alloy. *Archives of Metallurgy and Materials*, 57 (4), 929-935.
- Chang, S. H., Lee, S. H., Tang, T.P., Ho, H.H. (2006). Influences of soaking time in hot isostatic pressing on strenght of Inconel 718 superalloy. *Material Transections*, 47 (2), 426-432.
- Fox-Rabinovich, G.S., Endrino, J.L., Beake, B.D., Kovalev, A.I., Veldhuis, S.C., Ning, L., Fontaine, F., Gray, A. (2006). Impact of annealing on microstructure, properties and cutting performance of an AlTiN coating. *Surface & Coating Technology*, 201, 3524-3529.
- 70. Fox-Rabinovich, G.S., Endrino, J.L., Beake, Aguirre, M.H., Veldhuis, S.C, Quinto, D.T., Bauer, C.E., Kovalev, A.I., Gray, A. (2008). Effect of temperature annealing below 900 °C on structure, properties and tool life of an AlTiN coating under various cutting conditions. *Surface & Coating Technology*, 202, 2985-2992.
- 71. Sun, P.L., Hsu, C.H., Liu, S.H., Su, C.Y., Lin, C.K. (2010). Analysis on microstructure and characteristics of TiAlN / CrN nano-multilayer films deposited by cathodic arc deposition. *Thin Solid Films*, 518, 7519-7522.
- Münz, W.D., Donohue, L.A., Hovsepian, P.E. (2000). Properties of various large-scale fabricated TiAlN- and CrN- based superlattice coatings grown by combined cathodic arc-unbalanced magnetron sputter deposition. *Surface & Coating Technology*, 125, 269-277.
- 73. Jianxin, D., Fengfang, W., Yunsong, L., Youqiang, X, Shipeng, L. (2012). Erosion wear of CrN, TiN, CrAIN and TiAIN nitride coatings. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 35, 10-16.
- 74. Tien, S.K., Duh, J.G. (2006). Effect of heat treatment on mechanical properties and microstructure of CrN / AlN multilayer coatings. *Thin Solid Films*, 494, 173-178.
- 75. Ming, S.C., Gang., W.T., Liang, P.Z., Jun, G., Chao, S. (2014) effects of the thickness ratio of CrN vs Cr₂O₃ layer on the properties of double-layered CrN/Cr₂O₃. *Journal of Materials Science & Technology*, 30(5): 473-479.
- 76. Chim, Y.C., Ding, X.Z., Zeng, X.T., Zhang, S. (2009). Oxidation resistance of TiN, CrN, TiAlN and CrAlN coatings deposited by lateral rotating cathode arc. *Thin Solid Films*, 517, 4845–4849.
- 77. Esparza, I, Paredes, M., Martinez, R., Couto, A.G, Loredo, G.S., Velez, L.M.F., Dominguez, O. (2011). Solid state reactions in Cr2O3-ZnO nanoparticles synthesized by triethanolamine chemical precipitation. *Materials Sciences and Application*, 2, 1584-1582.
- 78. Society of Vacuum Coaters. (2010). *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*. New Jersey: Noyes Publications, 59-59.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı	: ATMACA, Elif Selen
Uyruğu	: T.C.
Doğum tarihi ve yeri	: 07.06.1989, Kars
Medeni hali	: Bekar
Telefon	: 0 (539) 2088274
E-Posta	: elifselenatmaca@gmail.com

Eğitim

Derece	Okul/Program	Mezuniyet tarihi
Lisans	Kocaeli Üniversitesi/Metalurji ve Malzeme	2011
	Mühendisliği	
Lise	Gölbaşı Anadolu Lisesi	2007

İş Deneyimi

Yıl	Çalıştığı Yer	Görev	
2011-2013	TEKKON Teknoloji ve Kontrol A.Ş.	Eğitim	Sorumlusu
		Mühendis	

Yabancı Dil

İngilizce

Yayınlar

- 1. Atmaca, E. S., Algan, İ. B., Kurt, A., Ayata, A. (2014, Mayıs). *Weldability of Powder Metal Iron Meteilals by Stud Welding*. 3.Uluslararası Kaynak Teknolojisi Konferansı ve Sergisi'nde sunuldu, Manisa.
- Atmaca, E. S., Algan, İ. B., Kurt, A. (2014, Mayıs). Saplama Kaynak Yöntemi İle Inconel 718 Süperalaşım Malzemenin Kaynaklanabilirliği. 3.Uluslararası Kaynak Teknolojisi Konferansı ve Sergisi'nde sunuldu, Manisa.
- Atmaca, E. S., Algan, İ. B., Kurt, A., Köseoğlu, T. (2014, Mayıs). Inconel 718 Süperalaşım Malzemenin TIG Kaynağı ile Kaynaklanabilirliği. 3.Uluslararası Kaynak Teknolojisi Konferansı ve Sergisi'nde sunuldu, Manisa.



GAZİ GELECEKTİR...