



**GRAFİT KATI YAĞLAYICI FİMLERİN PLAZMA
DESTEKLİ KİMYASAL BUHAR BİRİKTİRME
(CVD) YÖNTEMİYLE ÜRETİLMESİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Hilal Özge ÖZER

Yüksek Lisans Tezi

Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı

2021

(Her hakkı saklıdır.)

T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**GRAFİT KATI YAĞLAYICI FİLMLERİN PLAZMA DESTEKLİ KİMYASAL
BUHAR BİRİKTİRME (CVD) YÖNTEMİYLE ÜRETİLMESİ VE
KARAKTERİZASYONU**

(Production and Characterization of Graphite Solid Lubricant Films by Plasma-Supported
Chemical Vapor Deposition CVD)

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Hilal Özge ÖZER

Danışman: Prof. Dr. Ayhan ÇELİK

Erzurum
Temmuz, 2021

KABUL VE ONAY TUTANAĞI

Hilal Özge ÖZER tarafından hazırlanan “**GRAFİT KATI YAĞLAYICI FİLMLERİN PLAZMA DESTEKLİ KİMYASAL BUHAR BİRİKTİRME (CVD) YÖNTEMİYLE ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**” başlıklı çalışması 12 / 07 / 2021 tarihinde yapılan tez savunma sınavı sonucunda başarılı bulunarak jürimiz tarafından Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Başkanı:	Prof. Dr. Ayhan ÇELİK <i>Atatürk Üniversitesi</i>	
Jüri Üyesi:	Prof. Dr. Ali Fatih YETİM <i>Erzurum Teknik Üniversitesi</i>	
Jüri Üyesi:	Doç. Dr. Halim KOVACI <i>Atatürk Üniversitesi</i>	

Bu tezin Atatürk Üniversitesi Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği'nin ilgili maddelerinde belirtilen şartları yerine getirdiğini onaylarım.

Prof. Dr. Saltuk Buğrahan CEYHUN
Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildiriş, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ETİK BİLDİRİM VE İNTİHAL BEYAN FORMU

Yüksek Lisans Tezi olarak Prof. Dr. Ayhan ÇELİK danışmanlığında sunulan “GRAFİT KATI YAĞLAYICI FİLMLEİN PLAZMA DESTEKLİ KİMYASAL BUHAR BİRİKTİRME (CVD) YÖNTEMİYLE ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU” başlıklı çalışmanın tarafımızdan bilimsel etik ilkelere uyularak yazıldığını, yararlanılan eserlerin kaynakçada gösterildiğini, Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından belirlenmiş olan Turnitin Programı benzerlik oranlarının aşılmadığını ve aşağıdaki oranlarda olduğunu beyan ederiz.

Tez Bölümleri	Tezin Benzerlik Oranı (%)	Maksimum Oran (%)
Giriş	1	30
Kuramsal Temeller	13	30
Materyal ve Yöntem	1	35
Bulgular	1	20
Tartışma	1	20
Tezin Geneli	16	25

Not: Yedi kelimeye kadar benzerlikler ile Başlık, Kaynakça, İçindekiler, Teşekkür, Dizin ve Ekler kısımları tarama dışı bırakılabilir. Yukarıdaki azami benzerlik oranları yanında tek bir kaynaktan olan benzerlik oranlarının %5'den büyük olmaması gerekir.

Beyan edilen bilgilerin doğru olduğunu, aksi halde doğacak hukuki sorumlulukları kabul ve beyan ederiz.

Tez Yazarı (Öğrenci)	Tez Danışmanı
Hilal Özge ÖZER	Prof. Dr. Ayhan ÇELİK
12.7.2021	12.7.2021
İmza:	İmza:

* Tez ile ilgili YÖKTEZ’de yayınlamasına ilişkin bir engelleme var ise aşağıdaki alanı doldurunuz.

☐ Tezle ilgili patent başvurusu yapılması / patent alma sürecinin devam etmesi sebebiyle Enstitü Yönetim Kurulunun/....../.... tarih ve sayılı kararı ile teze erişim 2 (iki) yıl süreyle engellenmiştir.

☐ Enstitü Yönetim Kurulunun/....../.... tarih ve sayılı kararı ile teze erişim 6 (altı) ay süreyle engellenmiştir.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmasının belirlenmesinde, başlama aşamasında ve tez süresince fikirlerini ve desteğini sakınmayan saygıdeğer tez danışmanım olan Sayın Prof. Dr. Ayhan ÇELİK hocama saygılarımı iletir teşekkürü borç bilirim.

Çalışmam boyunca düşüncelerini ve neyi nasıl yapmam gerektiği konusunda beni bilgilendiren, tezin tamamlanması için ellerinden geleni yapan Sayın Doç. Dr. Halim KOVACI ve Doç. Dr. Özkan BAYRAM' a ilgisi ve yardımları için teşekkür ederim. Ayrıca deneysel çalışmam süresince katkı sağlayan Sayın Arş. Gör. Burak ATİK ve arkadaşım Sayın Arş. Gör. Şükran Merve TÜZEMEN'e teşekkür ederim.

Bütün eğitim/öğretim dönemimde maddi ve manevi yanımda olan canım aileme ve tezi yazmam konusunda motive eden ve her konuda yanımda olan eşime teşekkürlerimi iletirim.

Hilal Özge ÖZER

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

GRAFİT KATI YAĞLAYICI FİLMLERİN PLAZMA DESTEKLİ KİMYASAL BUHAR BİRİKTİRME (CVD) YÖNTEMİYLE ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Hilal Özge ÖZER

Danışman: Prof. Dr. Ayhan ÇELİK

Amaç: Tez çalışmasında plazma destekli kimyasal buhar biriktirme yöntemiyle katı yağlayıcı filmlerden biri olan grafit sentezlenerek malzemelerin yüzey özelliklerini iyileştirmek için sürtünme katsayısı düşük ve aşınma direnci yüksek filmlerin elde edilmesi amaçlanmıştır.

Yöntem: Bu çalışma üç temel aşamadan meydana gelmektedir. İlk olarak numuneler kesilerek hazırlanır. Sonra hazırlanan numuneler plazma destekli CVD (PE-CVD) yöntemiyle farklı sürelerde sentezlenir. Son aşamada ise sentezi tamamlanmış yüzeylerin tribolojik özelliğini tespit etmek için aşınma testleri yapılmış ve filmleri karakterize etmek için Raman, SEM, FTIR ve Temas açısı ölçüm cihazları ile analizler gerçekleştirilmiştir.

Bulgular: Sentezlenen grafit filmler, işlemsiz numuneyle karşılaştırılıp temas açısı ölçümlerine bakıldığında grafit filmlerden yalnızca 60 dakikalık numunenin taban malzemesine hidrofobik özellik kazandırdığı tespit edilmiştir. Kaplama kalınlıkları ise büyütme süresi artmasına bağlı olarak artmıştır. Ayrıca grafitin yağlayıcı etkisi sebebi ile işlemsiz numuneye kıyasla sürtünme katsayısı daha düşük çıkmıştır.

Sonuç: Elde edilen test sonuçlarına göre aşınma direnci yüksek ve sürtünme katsayısı düşük filmler elde edilmiştir. Ayrıca PE-CVD yönteminin grafit film büyütme için güvenilir bir yöntem olduğu ve iyi büyütmeler yaptığı sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Grafit, aşınma, sürtünme, yağlayıcı, PECVD

Temmuz 2021, 70 sayfa

ABSTRACT

MASTER THESIS

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF GRAPHITE SOLID LUBRICANT FILMS BY PLASMA-SUPPORTED CHEMICAL VAPOR DEPOSITION (CVD)

Hilal Özge ÖZER

Supervisor: Prof. Dr. Ayhan ÇELİK

Purpose: In the thesis study, it was aimed to obtain films with low friction coefficient and high wear resistance in order to improve the surface properties of materials by synthesizing graphite, one of the solid lubricant films, by plasma assisted chemical vapor deposition method.

Method: This study consists of three main stages. First, the samples are prepared by cutting. Then, the prepared samples are synthesized by the plasma assisted CVD (PE-CVD) method at different times. In the last stage, abrasion tests were carried out to determine the tribological properties of the synthesized surfaces and analyzes were carried out with Raman, SEM, FTIR and contact angle measuring devices to characterize the films.

Findings: When the contact angle measurements of the synthesized graphite films were compared with the untreated sample, it was determined that the graphite films gained hydrophobic properties. The coating thicknesses increased as the growing time increased. In addition, the friction coefficient was lower than the untreated sample due to the lubricating effect of graphite.

Result: According to the test results obtained, films with high wear resistance and low coefficient of friction were obtained. In addition, it was concluded that the PE-CVD method is a reliable method for graphite film growth and provides good enlargements.

Keywords: Graphite, wear, friction, lubricant, PECVD

July 2021, 70 pages

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY TUTANAĞI.....	i
ETİK BİLDİRİM VE İNTİHAL BEYAN FORMU	ii
TEŞEKKÜR	iii
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
İÇİNDEKİLER.....	vi
TABLolar DİZİNİ.....	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xi
GİRİŞ.....	1
KURUMSAL TEMELLER.....	4
Triboloji	4
Sürtünme.....	4
Aşınma	5
Aşınma Çeşitleri	6
Yağlayıcı Maddeler	8
Katı Yağlayıcılar.....	9
Molibden disülfür (MoS ₂).....	12
Katı yağlayıcıların önemli avantajları	16
Katı yağlayıcıların önemli dezavantajları	16
Plazma.....	16
Yüzey Kaplama Yöntemleri	17
Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi.....	18
Kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi.....	18
CVD yöntemi avantajları.....	19
CVD yöntemi dezavantajları	20
PECVD diğer yöntemlerden ayıran avantajları	22
PECVD dezavantajları.....	23
MATERYAL VE METOT.....	24
Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme (PECVD) Cihazı	24
Güç kaynağı	25
Eşleştirme ünitesi.....	26
Vakum kontrol ve gaz kontrol ünitesi	26

Vakum odası	27
Fırın ünitesi	27
Grafit Kaplamanın Elde Edilmesi.....	28
Aşınma Testleri.....	30
Numunelerin Karakterizasyon İşlemleri.....	31
Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	31
FTIR Spektroskopisi Analizi	32
Raman Spektrumu Analizi.....	32
Temas Açısı Ölçümleri	33
ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	34
Raman Analizleri	34
FTIR Analizleri.....	36
SEM Analizleri	38
Sürtünme ve Aşınma Analizleri.....	42
SONUÇLAR VE ÖNERİLER	51
KAYNAKÇA	53
ÖZGEÇMİŞ.....	56

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 1. Katı Yağlayıcıların Değişik Şartlarda Elde Edilmiş Sürtünme Katsayıları.....	11
Tablo 2. Tribolojik Uygulamalarda Katı ve Sıvı Yağlayıcıların Karşılaştırılması.....	15
Tablo 3. Yüzey Kaplama Yöntemleri	18
Tablo 4. Aşınma Testi İçin Uygulanan Şartlar	30
Tablo 5. Aşınma Testi Yapılan Numunelerin Aşınma Oranı Sonuçları	43
Tablo 6. Aşınma Testi Yapılan Numunelerin Ortalama Sürtünme Katsayısı Sonuçları	48



ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. Sürtünme kuvvetinin oluşumu	4
Şekil 2. Coulomb tribometrisi	5
Şekil 3. Aşınma çeşitleri gösterimi	6
Şekil 4. Aşınma mekanizması görseller	7
Şekil 5. Tribolojik kaplamaların ve katı yağlayıcıların tarihsel gelişimi	10
Şekil 6. MoS ₂ 'nin kristal yapısı	13
Şekil 7. Grafit görseli	14
Şekil 8. Grafitin kristal yapısı	14
Şekil 9. Plazma oluşumunun üç aşamalı adımı	17
Şekil 10. Maddenin katı sıvı gaz ve plazma temel durumları	17
Şekil 11. CVD çalışma prensibi	19
Şekil 12. PECVD sistem	22
Şekil 13. PECVD kaplama tekniği	22
Şekil 14. İşlemsiz cam(Lam).....	24
Şekil 15. PECVD cihazı	25
Şekil 16. Güç kaynağı	25
Şekil 17. Plazma ünitesi	26
Şekil 18. Eşleştirme ünitesi	26
Şekil 19. Vakum ve gaz kontrol ünitesi	27
Şekil 20. Vakum odası	27
Şekil 21. Fırın ünitesi	28
Şekil 22. İşlem öncesi hazırlanan cam malzemeler.....	29
Şekil 23. Grafit sentezi sonrası numuneler (a) 30 dk sentezlenmiş (b) 60 dk sentezlenmiş (c) 90 dk sentezlenmiş.....	29
Şekil 24. PECVD ile sentezlenmiş cam	29
Şekil 25. Aşınma test cihazı	30
Şekil 26. Altın kaplama işlemleri için kullanılan sistem.....	31
Şekil 27. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	31
Şekil 28. FTIR spektrometre cihazı.....	32
Şekil 29. Mikro Raman cihazı.....	32
Şekil 30. Temas açısı ölçüm cihazı	33
Şekil 31. 30 dakika sentezlenen grafit numunenin Raman spektrumu.....	35
Şekil 32. 60 dakika sentezlenen grafit numunenin Raman spektrumu.....	35

Şekil 33. 90 dakika sentezlenen grafit numunenin Raman spektrumu.....	36
Şekil 34. Bütünleşik FTIR grafikleri.....	37
Şekil 35. Bütünleşik FTIR grafikleri.....	37
Şekil 36. Sentezlenen grafitin kalınlığının SEM görüntüleri (a) 30 dakikalık numune (b) 60 dakikalık numune (c) 90 dakikalık numune.....	38
Şekil 37. Farklı sürelerde (a) 30 dk, (b) 60 dk, (c) 90 dk grafit sentezlenen yüzeylerin 25.00 KX ve 5.00 KX büyütmelemlerindeki SEM görüntüleri	39
Şekil 38. Kaplama yapılmamış işlemsiz cam numune	41
Şekil 39. 30 dakikalık cam numune yüzeyindeki grafiti sıvı (su) (a) çözmeden önce (b) çözdükten sonra	41
Şekil 40. 60 dakikalık numune	41
Şekil 41. 90 dakikalık cam numune yüzeyindeki grafiti su (a) çözmeden önce (b) çözdükten sonra	42
Şekil 42. Numunelerin aşınma oranları	43
Şekil 43. İşlemsiz numuneye ait sürtünme katsayısı-zaman grafikleri	44
Şekil 44. 30 dakikada büyütülen grafit numuneye ait sürtünme katsayısı-zaman grafikleri ...	45
Şekil 45. 60 dakika büyütülen grafitin numuneye ait sürtünme katsayısı-zaman grafikleri	45
Şekil 46. 90 dakikada büyütülen grafit numuneye ait sürtünme katsayısı-zaman grafikleri ...	46
Şekil 47. Numunelerin bütünleşik sürtünme katsayısı- zaman grafikleri	47
Şekil 48. İşlemsiz cam numunenin farklı yüklerdeki aşınma yüzey SEM görüntüleri: (a) 1N yük (b) 2N yük (c) 3N yük.....	49
Şekil 49. 30 dakikalık numunenin farklı yüklerdeki aşınma yüzey SEM görüntüleri: (a) 1N yük (b) 2N yük (c) 3N yük.....	49
Şekil 50. 60 dakikalık numunenin farklı yüklerdeki aşınma yüzey SEM görüntüleri: (a) 1N yük (b) 2N yük (c) 3N yük.....	50
Şekil 51. 90 dakikalık numunenin farklı yüklerdeki aşınma yüzey SEM görüntüleri: (a) 1N yük (b) 2N yük (c) 3N yük.....	50

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Semboller

BN	: Bor nitrür
C°	: Santigrat derece
CaF ₂	: Kalsiyum florür
CH ₄	: Metan
cm	: Santimetre
cm ⁻¹	: Dalga numarası
dk	: Dakika
F	: Sürtünme kuvveti
H	: Hidrojen
K	: Kelvin
km	: Kilometre
MoS ₂	: Molibden disülfür
mTorr	: Militor
nm	: Nanometre
N	: Normal yük
PbO	: Kurşun oksit
PTFE	: Teflon
W	: Watt
g/cm ³	: Yoğunluk
θ	: Temas açısı
%	: Yüzde
°	: Derece
μ	: Sürtünme katsayısı
μm	: Mikrometre
σ	: İletkenlik

Kısaltmalar

CVD	: Kimyasal buhar biriktirme
FTIR	: Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrometresi
OECD	: Ekonomik işbirliği ve kalkınma teşkilatı
PECVD	: Plazma destekli kimyasal buhar biriktirme
PVD	: Fiziksel buhar biriktirme
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
Vb	: Ve benzerleri



GİRİŞ

Triboloji, eski zamanlardan günümüze kadar varlığını sürdüren ve birçok insanın araştırma yaptığı çoğu bilim dalıyla doğrudan veya dolaylı ilişkili olan bir bilim dalıdır. Triboloji bilimi malzemelerin sürtünme, aşınma ve yağlama davranışını inceler. Makinelerin çalışma ömrünü artırmak, araçların verimli çalışması, malzeme kaynaklarının bozulmaması gibi birçok nedenden dolayı sürtünme ve aşınmanın kontrol altında tutulması önemlidir (Stachowiak ve Batchelor 2001).

Malzeme, havacılık, uzay teknolojisi gibi birçok alanda üretilen malzemelerin ya da makinelerin vakum ortamında ve atmosfer ortamında çalışması gereklidir. Bu yüzden iyi bir tasarım yapılabilmesi için malzemelerin sürtünme ve aşınma özelliklerinin bilinmesi gerekir. Aşınma, birbiriyle temas halinde olan yüzeylerde oluşan ve istenmeyen malzeme kaybıdır. Malzemedeki kaybın fazla olması ve veriminin düşmesinin en büyük nedeni aşınmadır. Sürtünme, izafi hareketteki yüzeylerin birbirlerine karşı göstermiş oldukları dirençtir. Enerji kaybının sebebi sürtünme iken geri getirilemeyen malzeme kaybının sebebi ise aşınmadır. Malzeme ve enerji tasarrufu sağlanabilmesi için sürtünme ve aşınmayı azaltacak etkenler gereklidir. Çok sıcak, soğuk veya radyasyonlu ortamlarda istenilen sonucu vermemesinden ayrıca kirlenmeye ve bozulmaya uğrayabileceğinden dolayı sıvı yağlayıcıların yerine sürtünme ve aşınmayı en aza indirebilmek için katı yağlayıcılar tercih edilerek malzeme yüzeyleri kaplanmaktadır (Stachowiak ve Batchelor 2001).

Doğada en çok bulunan ve yüzyıllardır en bilindik olan elementlerden biri karbondur. Yaşayan organizmaların ana elementi karbon; sanayide yaygın olarak malzeme imalatında kullanılan ve endüstri açısından ekonomik olan bir elementtir. Malzemelerde elastiklik, dayanıklılık gibi özellikler istenildiğinden 1800'lü yıllardan sonra karbon malzemeler dikkat çekmiştir. Başka elementlerle karışarak uygulanabilir olması en önemli özelliklerinden biridir (Durgun 2003).

Üç tane hibrit orabitali, uyarılmış olan karbon atomuna ait 2s orbitali iki tane 2p orbitalinin birleşmesiyle meydana gelir. Karbonun hibritleşmesinin sonucunda meydana gelen üç tane sp^2 bağının başka karbon atomları ile σ bağını yapar. Zayıf olan π bağını ise hibritleşme yapmayan 2p orbitali yapar. Dolayısıyla grafit sp^2 hibritleşmesi yapmış bir karbondur. Kısacası grafitteki bütün karbon atomları güçlü üç tane σ bağı hem de bir tane zayıf π bağıyla birbirine bağlıdır.

Grafit kararlı, amorf ve üç boyutlu bir yapıdadır. Ayrıca kimyasal ve fiziksel durumlara karşı çok dayanıklı değildir. Grafen; üç tane σ bağı ve p orbitalinden dolayı bir tane π bağının bağlanması sonucu oluşur. Paralel grafen yüzeylerin üst üste gelerek birbirleriyle van der Waals bağlarıyla bağlanması sonucunda grafit oluşur. Yumuşak olmasının yanı sıra yağlayıcı özelliği vardır. Grafitin kayganlaştırıcı özelliğinin nedeni ise kolay kırılan van der Waals zayıf bağları sayesinde grafenlerin birbirleri üstünde rahatça hareket etmesidir. Grafit; mat, kimyasal açıdan aktif ve mekanik açıdan yumuşaktır (Zerrin 2014).

Yaşadığımız dönemde kullanılan gözlükler, araç gereçler ve elektronik aygıtlarda film kaplamalar yapılmaktadır. Malzemeyi dış etkenlere karşı korumak, yüzey özellikleri değiştirip iyileştirmek amacıyla yüzeyin ince tabakayla kaplanması işlemine film kaplama denilmektedir. Teknolojide kaplamaların verimlerini artırmak ve katı yağlayıcılara duyulan ihtiyacın fazla olmasından dolayı son zamanlarda vakumlu katı yağlayıcı kaplama yöntemleri ileriye taşınmıştır. Bu yöntemler endüstriye ait birçok alanda kullanılmaktadır. Kaplamanın hava ortamına nazaran vakum ortamında yapmanın üstünlükleri vardır. Bu üstünlüklerden bazıları; oluşan kaplama olması gereken kimyasal orana hemen hemen benzer olması, düşük sıcaklıklarda kaplama yapılabilir olması ve atmosfer şartlarının neden olduğu kir, toz gibi partikülleri bulundurmaması nedeniyle avantaj sağlamaktadır (Sönmezoğlu ve ark 2012).

Temel olarak kaplama yöntemleri fiziksel buhar biriktirme (PVD) ve kimyasal buhar biriktirme (CVD) şeklindedir. Film oluşturmak için en çok kullanılan yöntem CVD yöntemidir. CVD yöntemlerinden biri olan plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (PECVD) yönteminde çözücüye gerek olmadan ve malzemeye zarar vermeden mikron kalınlıklarında filmler oluşur. Bu yöntemle oluşan filmlerde amorf yapı, mekanik açıdan dayanıklı ve termal kararlılık gibi özellikler gösterir (Özenir 2016).

PECVD yöntemi 1950'li yıllara kadar değer verilmemiş fakat 1870'li yıllar ve sonrasında dikkat çekip kullanılmaya başlanmıştır. Diğer yöntemlere göre daha temiz olması, homojen filmler oluşturması yanı sıra düşük biriktirme sıcaklığı, yüksek kaplama hızı, kaplama kalınlığı kontrolü ve malzeme yüzeylerine hidrofobik/hidrofilik gibi özellikler kazandırması gibi avantajları vardır (Feizi Khanghah 2014).

Bu tez çalışmasında grafiti sentezlemek için plazma destekli kimyasal buhar biriktirme yöntemi (PECVD) kullanılmıştır. Cam altlık üzerine grafitin büyütülmesi CH_4 ve H_2 gazlarıyla sağlanmıştır. Büyütme işlemi 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika olmak üzere üç farklı büyütme sürelerinde gerçekleştirilmiştir. Yağlayıcı özelliğinden dolayı grafit tercih edilerek sentezlenmiştir. Tez çalışması kapsamında sürtünme ve aşınma direnci yüksek grafit filmlerin üretilmesi amaçlanmıştır. Ayrıca farklı sürelerde grafiti büyütmenin etkileri kıyaslanıp

karşılaştırma yapılmıştır. Sentez sonucunda elde edilen yüzeylerin tribolojik özellikleri aşınma cihazında incelenmiş ayrıca karakterizasyon işlemleri için SEM, Raman, FTIR cihazları kullanılmış ve temas açısı ölçümleri yapılmıştır. Çıkan her sonuç incelenerek açıklanmıştır.



KURUMSAL TEMELLER

Triboloji

İki yüzey arasında genellikle bir sürtünme ve aşınma varsa bunlar temas halinde ve birbirlerine nazaran izafi hareket halindedir. Sürtünmenin test edilebilmesi ve aşınmanın azalması triboloji biliminin temelidir. Bilim ve teknoloji dalı olan triboloji özellikle aşınma yağlama ve sürtünme konularını araştırır (İmece 2013).

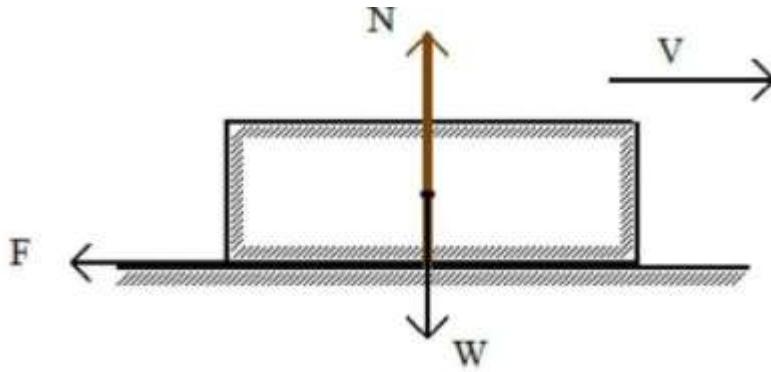
Tribos sözcüğünden türetilen triboloji kelimesi Yunan dilinde sürtünme ya da kayma anlamına gelir. 1967 senesinde bir bilim alanı olarak OECD (Organization for Economic Cooperation and Development) vasıtasıyla açıklanmıştır. Ayrıca yüzeyleri yağlamak, aşınma ve sürtünmeyi kontrol etmenin etkili yollarından biri olarak kabul edilmektedir (İmece 2013).

Sürtünme

İki yüzeyin birbiri üzerinde hareket yaptığı esnada bu olaya karşı gösterilen direnç sürtünmedir. Şekil 1’de sürtünme kuvvetinin oluşumu gösterilmiştir. Cisimlerin birbirlerine uyguladığı kuvvet ile sürtünme kuvvetinin oranı sürtünme katsayısını verir.

$\mu = F/N$ formülünden oluşan sürtünme katsayısının 0-1 aralığında aldığı değer değişkendir.

Burada ‘W=Cismin ağırlığı, V=Hız, F=Sürtünme kuvveti, N=Normal kuvvet ve μ =sürtünme katsayısıdır.’



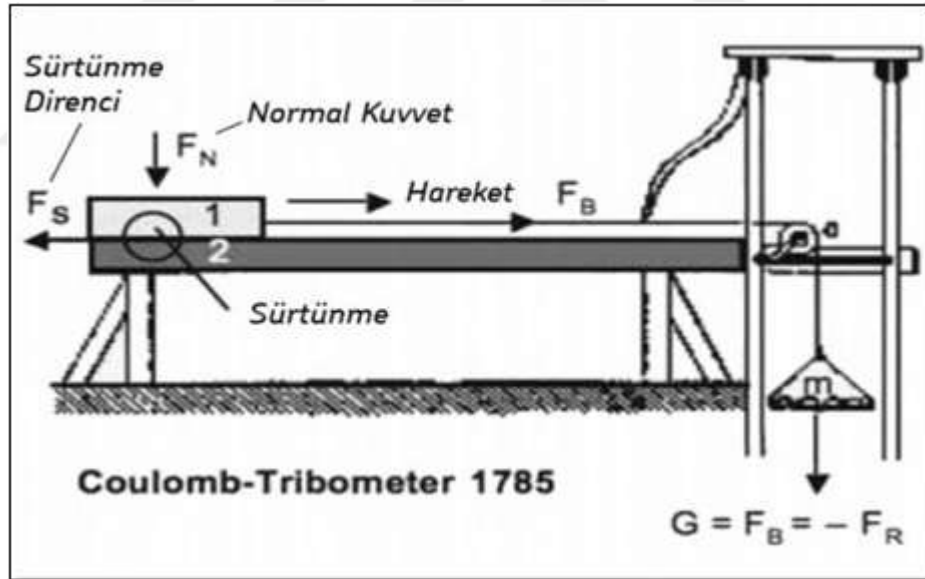
Şekil 1. Sürtünme kuvvetinin oluşumu (Gül 2008)

Bir cisme uygulanan kuvvetin malzemeyi harekete geçirebilmesi için statik (durgun) sürtünme kuvvetini yenmesi gerekir. Harekete başlayan madde devamlılığını sürdürmesi için gerekli olan sürtünme kuvveti ise dinamik (hareketli) sürtünme kuvvetidir. Dinamik sürtünme kuvveti statik sürtünme kuvvetinden küçüktür (Taylan 2009).

İki cisim arasındaki sürtünmeyi en aza indirmek için tekerleğin buluşundan evvel yapılan ilk çalışmalar, fazlaca ağır yükleri oval ya da taşlar üstünde kaydırarak taşıırken, bu yükler su ile ıslatılırdı. Şekil 2’de Coulomb tribometrisi olarak gösterilen günümüzde ise ‘Coulomb-Amontons Sürtünme Kanunu’ diye bildiğimiz kanuna, Ortaçağda Leonardo da Vinci, 1600’lü senelerin son evresinde Fransız mühendis Amontons, 1700’lü senelerin sonunda ise Coulomb sürtünmeyle alakalı esas kurallar üstünde çalışmışlardır. (Babalık 2006, İmece 2013).

"Coulomb-Amontons Sürtünme Kanunu temel olarak dört madde ile ifade edilmektedir:

1. Sürtünme kuvveti, temas yüzeylerine etkiyen normal kuvvetle doğru orantılıdır,
2. Temas yüzeyinin büyüklüğünün sürtünme kuvveti üzerine etkisi yoktur,
3. Hareket halindeki sürtünme kuvveti (dinamik sürtünme), temas yüzeylerinin birbirine göre hızlarından bağımsızdır,
4. Statik sürtünme, diğer koşullar değişmiyorsa dinamik sürtünmeden büyüktür şeklindedir. Statik sürtünme, diğer koşullar değişmiyorsa dinamik sürtünmeden büyüktür şeklindedir (Babalık 2006, İmece 2013).



Şekil 2. Coulomb tribometrisi (Temiz 2017)

Aşınma

Temasta olan malzeme yüzeylerinde veya diğer malzemelerle etkileşimi halinde mekanik sebeplerden ötürü yüzeyden küçük parçacıkların uzaklaşması ya da bağlantılı yüzeylerden malzeme kaybı sonucunda beklenilmeyen yüzey bozulmasına aşınma denir (Kılıçay 2012).

Aşınma Çeşitleri

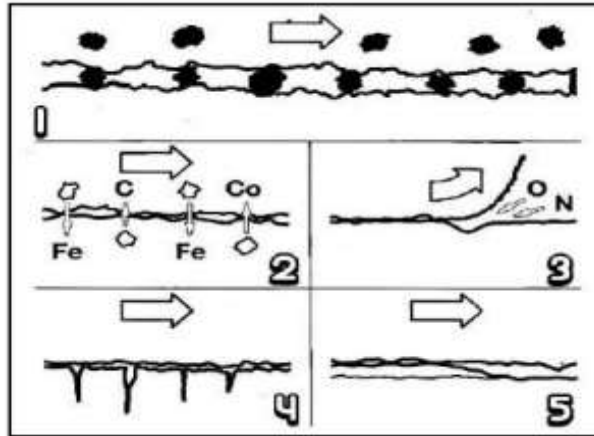
1-Abraziv (abrazyon) aşınma: Maddenin yumuşak yüzeyinin çıkıntıları kendisinden daha sert bir yüzeyin çıkıntılarının etkileşimiyle meydana gelir. Etkileşim sonucunda yumuşak yüzeyde plastik deformasyon görülür (Çakır 2006).

2-Difüzyon aşınması: Tungsten karbür ve çelik birleşme eğilimine sahip oldukları için aşınma mekanizmasını oluştururlar. Aşınma mekanizması sonucunda talaş yüzeyinde çukur meydana gelir. Ayrıca bu mekanizma sıcaklığa bağlı olduğundan dolayı yüksek kesme hızlarında daha büyüktür (Çakır 2006).

3-Oksidasyon aşınması: Oksidasyon meydana getiren etkenlerden bazıları yüksek sıcaklık ve havadır. Temas eden yüzeylerden biri veya ikisi çalışırken korozyona uğraması ve oluşan korozyon tabakasının izafi hareket sebebiyle ayrılarak aşınması olayıdır (Çakır 2006).

4-Yorulma aşınması: Sürekli tekrarlı yüklemeler neticesinde, genellikle yuvarlanma olayı gerçekleştiren (dişli çark, rulman vb.) makine elamanlarında meydana gelen ve temas eden kısımlarda küçük çukurlukların meydana gelmesi sonucu oluşan aşınma çeşididir (İmece 2013).

5-Adhezyon (adezif) aşınması: Adhezyon aşınması neticesinde genellikle kayan düzeneşlerde çok çabuk hasar meydana gelir. Temasta bulunan yüzeyler eğer küçükse burada çok yüksek basınçlar meydana gelir. Yüksek basınç sonucunda da temas eden malzeme yüzeylerinde bölgesel mikro kaynaklar meydana gelir ayrıca malzeme akma sınırına varır. Ayrıca iki malzeme devam etmekte olan bağıl hareket neticesinde kaynak bağı koptuğunda malzeme eksilmeleri meydana gelir. Malzemelerdeki eksilmeler adhezyon aşınmasını meydana getirir. Bu aşınma en çok görülen aşınma türüdür (Buckley 1981). İlk beş aşınmaya ait görseller Şekil 3'te gösterilmiştir.



Şekil 3. Aşınma çeşitleri gösterimi (Çakır 2006)

6-Korozif aşınma: Elektrokimyasal ve kimyasal şekilde temas yüzeylerinin zarar görmesi korozyondur. Temas eden yüzeydeki tabakalar kolay bir şekilde parçalanarak yüzeyden uzaklaştırılmasına korozif aşınma denir (Buckley 1981).

7-Erozyon aşınması: Sıvı ya da gaz ortamında malzeme yüzeyinin bağıl hızının fazla olduğu şartlarda erozyon oluşur. Gaz ya da sıvı ortamda iletken abrazif parçalar yüzeye bilinen bir açıda çarptığında enerji meydana gelir. Bu enerji yüzeyin basınç direncini geçtiğinde yüzeyde plastik deformasyonlar oluşarak kırılmalara sebep olur. Bu durum erozyon aşınmasıdır (Buckley 1981).

8-Kavitasyon aşınması: Bu aşınma çeşidi birbirleriyle izafi harekette olan katı cisim ile bir sıvı arasında oluşur. Pompaya benzer hidrolik sistemlerde sıvı tanecikleri sıvı basıncının buharlaşma basıncından az olduğu noktalardan geçerken maddenin gaz haline dönüşür. Eski haline yani sıvı hale dönerken patlama oluşturur, bunu yaparken su tanecikleri ortamdaki metal yüzeye hızla çarpar bu da aşınmaya neden olur. Bu aşınma kavitasyon aşınmasıdır (Buckley 1981). Aşınma mekanizmasına ait görseller Şekil 4'te gösterilmiştir.



Abrazif aşınma



Adhezyon aşınma



Yorulma aşınması



Oksidasyon aşınması

Şekil 4. Aşınma mekanizması görselleri (Sarı 1998, Temiz 2017)



Kavitasyon aşınması

Şekil 4. Aşınma mekanizması görselleri (Devamı)

Yağlayıcı Maddeler

Aşınmayı mümkün olduğunca önlemek, sürtünme direncini azaltmak, sürtünen kısımlardaki artan sıcaklığı önlemek ve ayrıca da dış etkilere karşı yüzeyleri korumak amacıyla yağlayıcı maddeler kullanılmaktadır. Bu amaçları gerçekleştirebilmesi için yağlayıcının yüzey ve koşullara uygunluğu etkilidir. Yağlayıcılardan beklenen özellikler şu şekildedir:

- Kir, tortu vb. ile yüzeyi kirletmemeli,
- Uygun maliyetli olmalı,
- Kolay ulaşılabilir olmalı,
- Yağlanan yüzeylerdeki yağlayıcı molekülleri yüzeylere sıkı tutunmalı,
- Yağlayıcılar yüzeyde koruyucu tabaka meydana getirebilmeli ayrıca olumsuz kimyasal etkiler yapmamalı,
- Yağlayıcılar sıcaklığa, atmosfer etkilerine, hıza ve yüke dirençli olmalıdır.

Yağlayıcı maddeler fiziksel özelliklerine göre katı, sıvı, gres ve gaz yağlayıcılar olmak üzere dört sınıfa ayrılır (Bozacı 2005).

Sıvı ve gres yağlayıcılar aşınma ve sürtünmeyi önlemek amacıyla tribolojik uygulamaların büyük bir kısmında tercih edilir. Bazı uygulamalarda katı ve sıvı yağlayıcılar bir arada kullanılır ve bu birlikte kullanım sürtünme ve aşınmayı önlemekte çok iyi sonuçlar verir. Ayrıca katı yağlayıcıların su ve yağ gibi maddelere eklenerek kullanımını tercih edilebilir. Katı yağlayıcılar ve sıvı yağlayıcılar fonksiyonel olarak birbirine benzer. Çok yüksek veya düşük sıcaklıklarda, radyasyon olduğunda, vakum vb. koşullarda sürtünme ve aşınmayı önlemek amacıyla diğer yağlayıcılar yerine katı yağlayıcılar kullanılır. Katı yağlayıcıların birbirleriyle temas eden yüzeyleri sürtünme ve aşınmayı azaltmak amacıyla birbirleriyle olan hareketini basitleştirmeye çalışır (Oktay 2012).

Katı Yağlayıcılar

Katı yağlayıcıların temel özellikleri

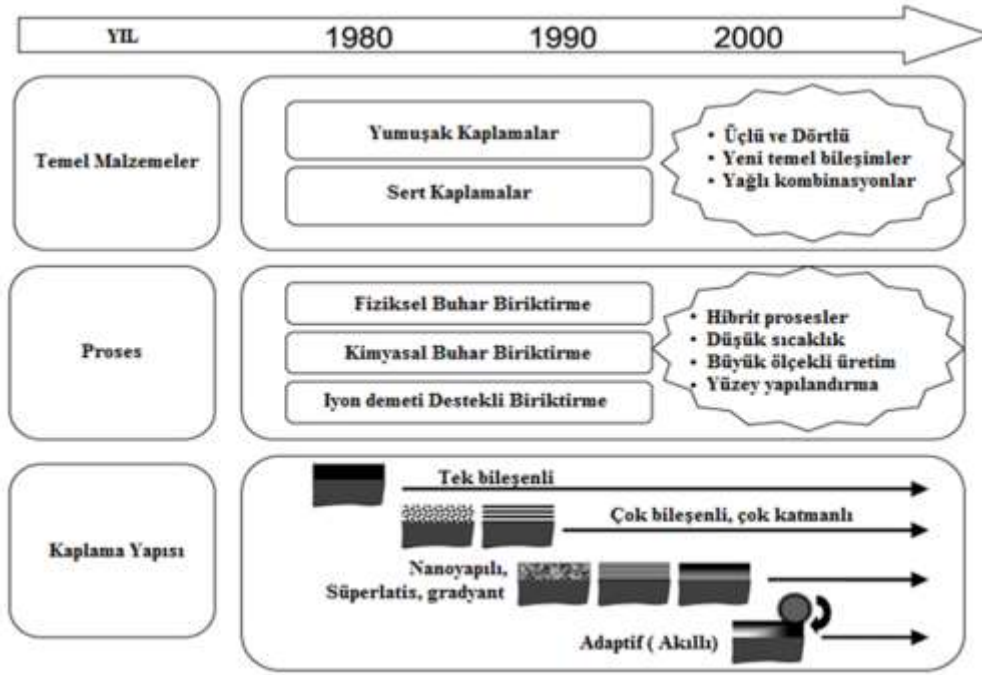
Birbiriyle temas halinde olan yüzeylerin arasına giren katı malzemenin bu temas halindeki yüzeylerinin yağlanması olayına katı yağlama adı verilir.

Doğal olarak iki yüzey arasındaki katı yağlayıcılar sürtünmeyi azaltır ve yüzeylerin zarar görmesine engel olur. Örnek olarak yol üzerinde seyreden bir aracın tekerleği ile zemin arasına giren çakıl, kum ve taş gibi bazı malzemeler tekerleği kaydırabilir. Bu malzemeler tekerlekle zemin arasındaki sürtünmeyi azaltır (Lansdown 2004)

İyi bir katı yağlayıcıda olması beklenen özellikler şu şekildedir:

- Sürtünme düşük olmalı aynı zamanda kontrol edilebilir olmalı,
- Kolay bir şekilde uygulanabilir olmalı,
- Kimyasal kararlılık çalışılan sıcaklık aralığında olmalı,
- Üzerinde bulunduğu malzemeye zarar vermemeli,
- Toksik olmamalı,
- Üzerinde bulunduğu malzemeyle iyi tutunmalı ve zeminden kolay ayrılmamalı,
- Aşınmaya karşı dayanıklı yapıda olmalı,
- Ekonomik olmalıdır (Lansdown 2004).

Şekil 5'te görüldüğü gibi zamanla temel malzemeler, proses ve kaplama yapılarında farklılıklar olmuştur. Çoğu malzemenin ve prosesin aynı zamanda uygulandığı tribolojik uygulamalar yaygın olmuştur.



Şekil 5. Tribolojik kaplamaların ve katı yağlayıcıların tarihsel gelişimi (Donnat ve Erdemir 2004)

Katı yağlayıcıların sınıflandırılması

Katı yağlayıcılar;

- Metaller ve İnorganik Bileşikler;
 - ✓ Tabakalı bileşikler: Grafit, MoS₂, BN
 - ✓ Tabakasız bileşikler: PbO, CaF₂
 - ✓ Yumuşak metaller: Pb, Sn, Au, Ag, Cu
- Organik bileşikler;
 - ✓ Sabunlar, mumlar, lityum stearat, bal mumu
 - ✓ Polimerler: PTFE
 - ✓ Biçimlendirilebilir maddeler (Hironaka 1984)

Katı yağlayıcıların yağlama özelliği, kristal yapısı ve kimyasal yapısı kullanılarak oluşturulan diğer bir sınıflandırma Tablo 1’de verilmiştir. Bu tabloda sürtünme katsayısı değer aralığı geniş alınmıştır. Şartlara ve testlere bağımlı olarak büyük değişim gösterebilen sürtünme katsayısı oldukça duyarlıdır. Ayrıca sürtünme katsayısını etkileyen unsurlardan diğer ikisi de ortam ısısı ve katı yağlayıcının şeklidir.

Tablo 1. Katı Yağlayıcıların Değişik Şartlarda Elde Edilmiş Sürtünme Katsayıları (Bhushan 2001)

Sınıflandırma	Katı yağlayıcılar	Sürtünme katsayısı
Tabakalı katılar	MoS ₂	0,002-0,25
	Tungsten disülfid	0,01-0,2
	hBN	0,15-0,7
	Grafit	0,07-0,5
	Grafit florür	0,05-0,15
	Borik asit	0,02-0,2
Yumuşak metaller	Gümüş	0,2-0,35
	Kurşun	0,15-0,2
	Altın	0,2-0,3
	Kalay	0,2
Oksitler	Bor oksit	0,15-0,6
	Renyum oksit	0,2
	Titanyum dioksit	0,1
	Çinko oksit	0,1-0,6
Oksit karışımları	Kurşun oksit-Bor oksit	0,2-0,1
	Bakır oksit-Renyum oksit	0,3-0,1
Polimerler	PTFE	0,04-0,15
Karbon esaslı katılar	Elmas	0,02-0,1
	Elmasımsı karbon	0,003-0,5
	Fulleren ve Camsı karbon	0,15

Tabakalı yapıda bulunan katı yağlayıcılara grafit, hegzogonal bor nitrür ve MX₂ (M; geçiş elementlerini simgelerken X; sülfür, selenyum ya da tellürü gibi elementleri temsil eder) söyleyebiliriz. Bütün katı yağlayıcılarda atomların oluşturduğu güçlü bağlar ve tabakalar arası kırılma bağları bulunur. Cismin üzerinde meydana gelen kuvvetin etkisiyle tabakalar kolaylıkla birbirini üstünde hareket eder. Bu durum kayganlığı artırarak sürtünmenin azalmasına sebep olmaktadır (Ezirmik 2008).

Katı yağlayıcıların yağlama özellikleri, uygulama sıcaklıkları bağlı olarak farklılık gösterir. Örneğin; grafit 400°C' ye kübik bor nitrür 100°C'ye ve molibden disülfid 500°C'ye varan koruma sağlar. Katı yağlayıcıların sürtünme katsayıları; ortam koşulları, test şartları ve ısıya göre değişkenlik gösterir. Bu değişkenlik Tablo 1'de bulunan katı yağlayıcılardan bazılarının sürtünme değerlerinden görülebilir. Tablo 1' deki değerler farklı test koşullarında

ulařılan sonuçlardır. Örnek olarak geiř metali dikalkogenitlerin (MX₂) srtnme katsayısı ntr atmosferde, vakum ya da kuru kořullarda 0,002-0,05 aralıęında iken nemli havada artıř gstererek 0,2 deęerine kadar ykselebilir (Bhushan 2001).

MoS₂ (molibden dislfr) ve grafit zamanımızda en fazla uygulama alanı bulunan iki katı yaęlayıcıdır. Bu yaęlayıcıların iřlevsellięini oluřturan en belirgin zellięi katmanlı yapıdan oluřmalarıdır.

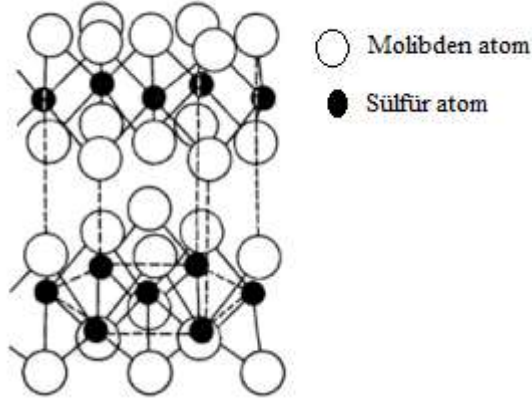
Katmanlı katılar: Kaygan ve birbirleriyle etkileřim halinde olan iki yzeyin arasındaki adezyon (yapıřma) genellikle byk srtnme katsayıları oluřturur. nk yzeyler etkileřim sonucunda ortaya ıkan kesme kuvvetini mukavemet gsterirler, ama birtakım maddeler metallere nazaran dřk kesme gerilmeleri altında grnmn deęiřtirirler. Buda dřk srtnme kuvvetinin meydana gelmesinde etkilidir. Katmanlı katılar dřk kesme gerilmelerinden dolayı kayganlık zellięi gstererek yaęlama meydana getirirler (Stachowiak and Batchelor 2005).

Molibden dislfr (MoS₂)

MoS₂'nin řekil 6'da gsterilen kristal yapısı altıgen řeklinde olan anizotropik (yne baęlı) olan katmanlı kristal yapısı altıgen řeklinde olan anizotropik (yne baęlı) olan katmanlı yaęlayıcı bir bileřiktir. řekil 7'de MoS₂ 'in kristal yapısı grlmektedir. řekil 7'de grldę gibi paralel dzlemdeki atomlar arasında kuvvetli kovalent baęlar bulunur. Ancak katmanlar arasında yalnızca zayıf van der Waals kuvvetleri vardır. Btn bu nedenlerden dolayı MoS₂ katı yaęlayıcı olarak kullanılmaktadır (Renevier and Hamphire 2008).

MoS₂ katmanları arasında peř peře olan slfr arasındaki kristal křelerindeki atomlar oksijeni yeteri kadar almıř olduęundan ve az kesme gerilmesinden dolayı dřk vakum ortamlarında ve nemli ortamlarda MoS₂ dřk srtnme katsayısı zellięi gsterir.

Kullanım alanı olarak elięin yksek sıcaklıklarda dayanımını artırmada, hava tařıtları ve uzay aralarının yapımında, nkleer enerji uygulamalarında, elektrik uygulamalarındaki tellerin yapımında, yksek sıcaklıktaki yaęların yapısı bozulduęu iin kaydırıcı yaę olarak, katalizr olarak ve boya endstrisinde renk verici olarak kullanılır (İmece 2013).



Şekil 6. MoS₂'nin kristal yapısı (Buckley 1981)

Grafit

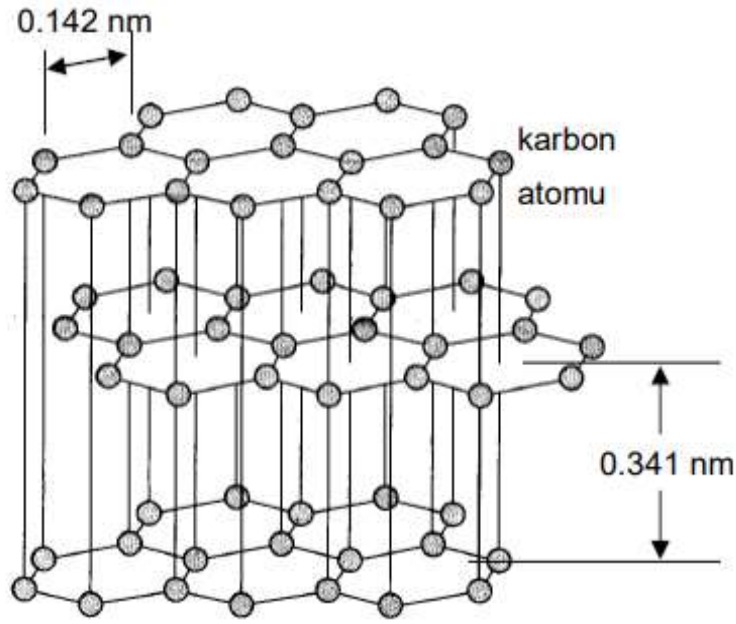
Karbon, doğada farklı türlerde bulunan periyodik tabloda altıncı sırada olan bir elementtir. Siyah ve gri renktedir. Grafit sürtünme katsayısı düşük ve aşınma direnci yüksek olan katı bir maddedir (Bhushan 2001).

Grafit kelimesi Yunanca olan ve yazma anlamında kullanılan '*Grapshein*' sözcüğünden türetilmiştir. Şekil 7'de grafitin doğal hali gösterilmiştir. Grafitin düzlem içi bağ uzunluğu 0,142 nm, düzlemler arası uzaklığı ise 0,341 nm değere sahip olduğu Şekil 8'de gösterilmiştir. Grafit sp² hibritleşmesi yapan karbon atomlarından meydana gelen yatay düzleme paralel olarak birbirini takip ederek sıralanmış hegzagonal kristal yapıdan oluşan üç boyutlu bir yapıdır. Temel özellikleri; mat, yumuşak ve elektriksel açıdan iletken olmasıdır (Pierson 1993).

MoS₂ ile benzer özellikler gösteren grafit katmanlar arasında yalnızca zayıf bağların (van der Waals) mevcut olduğu düzlemdeki atomlar arasında ise güçlü bağların olduğu ayrıca katı yağlayıcı olarak da yararlanılabileceği Bragg vasıtasıyla açığa çıkarılmıştır. Açığa çıkarıldığından şimdiye kadar insanlık için yararlı olacak çoğu alanda kullanılmıştır. Grafit 1950'lerden sonra özellikle elektrik jeneratörlerinde ve uçaklarda kullanılmıştır. Ayrıca makine parçalarında yağlayıcı olarak, döküm sanayinde ve kurşun kalem yapımında kullanılır. Son yıllarda ise kuru pil sanayinde, kurşun kalem ucu yapımında ve katı yağlarda fazlaca grafit kullanılmıştır (William 1992).



Şekil 7. Grafit görseli (Çuhadaroğlu 2018)



Şekil 8. Grafitin kristal yapısı (Zerrin 2014)

Tablo 2’den anlaşılabileceği üzere katı yağlayıcılar yüksek derece sıcaklık, düşük derece sıcaklık, vakum ve fazla basınç gibi durumlarda kararlı yapıdadır. Termal olarak iletkenliği fazla elmas film vb. filmlerde yüksek seviyede ısı kaybı oluşur, radyoaktif alanlarda bozulmaya karşı oldukça dirençlidirler, temiz olmayan ortamlarda aşınmaya karşı dirençlidirler, fazla yükler ve yüksek hızlarda katı olmayan yağlayıcılara nazaran verimli ve periyodiktir, yağlayıcı dağıtım sistemi ve muhafaza benzeri sistemlere ihtiyacı olmadığından ağır olmayan ve kolay ekipmana izin verirler, yarı saydam ve saydam filmler oluşturabilirler (Oktay 2012).

Tablo 2. Tribolojik Uygulamalarda Katı ve Sıvı Yağlayıcıların Karşılaştırılması (Donnet ve Erdemir 2001)

Uygulama Ortamı veya Durumu	Katı Yağlayıcılar	Sıvı ve Gres Yağlayıcılar
Vakum	Bazı katılar (Örneğin; Geçiş metali (alkojenleri) yüksek vakum da çok iyi yağlayıcıdır ve çok düşük buhar basınçları vardır.	Sıvıların çoğu buharlaşır, ancak Perfloropolialkalieter (PFPE) ve Polialfaoletin (PAO) iyi dayanıma sahiptir.
Basınç	Yüksek basınçlara dayanabilirler	İlaveler olmaksızın aşırı basıncı kaldıramayabilirler.
Sıcaklık	Düşük ve yüksek sıcaklıklarda çalışabilirler, kaymadan dolayı düşük ısı üretimi vardır.	Düşük sıcaklıklarda katılaşabilir, Yüksek sıcaklıklarda parçalanabilir ya da oksitlenebilirler, ısı üretimi viskoziteye göre değişir.
Elektriksel iletkenlik	Bazıları mükemmel elektriksel iletkenliğe sahiptir.	Çoğunlukla yalıtıcıdır.
Radyasyon	Nispeten, nükleer radyasyona duyarlıdır	Zaman içerisinde bozulabilir ya da parçalanabilirler
Aşınma	Düşük hızlarda ve sürtünme durumunda mükemmel aşınma dayanımı ve performansı sağlarlar. Yağlayıcı film kalınlığı ve aşınma hızı ömrü belirler	Düşük sıcaklıklarda katılaşabilir, Yüksek sıcaklıklarda parçalanabilir ya da oksitlenebilirler, ısı üretimi viskoziteye göre değişir.
Sürtünme	Son derece düşük sürtünme katsayıları mümkündür	Viskozite, sınır filmleri ve sıcaklığa bağlıdır
Termal İletkenlik ve Isı Kaybı Kapasitesi	Metalik yağlayıcılar için mükemmel, çoğu inorganik ya da katmanlı katı için zayıftır.	İyi
Depolama	Çok uzun süreler depolanabilirler (Çalkojenler nem ve oksijene karşı hassastır	Depolama sırasında buharlaşma, kuruma, sürtünme malzeme göçü görülebilir
Hijyen	Tehlikeli emisyonları yok ya da az olduğundan endüstriyel olarak daha iyi hijyene sahiptirler. Katı haldeyken çevreyi kirletecek tehlikeli döküntüleri yoktur.	Tehlikeli emisyonları vardır. Sıvı yağlayıcılar damlama ya da dökülme yaparak çevreyi kirletebilir. Bazı yağ ve greslerin yangın çıkarma tehlikesi vardır
Tribolojik Yüzeylerle Uyumluluk	Yağlanması zor yüzeylerle uyumludur (Örneğin; Al, Ti, Paslanmaz çelik ve seramikler)	Demir dışı ya da seramik yüzeyler üzerinde kullanımı uygun değildir
Sulu ve Kimyasal Ortamlara Direnç	Sulu ortamlara, kimyasal çözücülere, yakıtlara, bazı asit ve bazlara duyarlıdır	Asidik ve diğer sulu ortamlardan etkilenir ve özelliği değişim gösterebilir.

Katı yağlayıcıların önemli avantajları

- ✓ Akma ve sürünme eğilimleri bulunmaktadır ve bu durum uzun süreli kullanımlarına imkân tanır,
- ✓ Çalıştıkları ortamı diğer yağlayıcılara göre daha temiz bırakırlar,
- ✓ Birtakım katı yağlayıcıların yapısal dirençleri taşıyıcı konumda olan malzemenin bazı elementlerinin ortaya çıkarılmasında etkilidir,
- ✓ Vakumlu ortamlarda daha uygun kullanım alanı bulurlar çünkü uçuculukları çok düşüktür,
- ✓ Çok yüksek ya da düşük sıcaklıklarda kullanılabilirler,
- ✓ Kimyasal olarak kararlı olmaları sebebi ile farklı ortamlarda kullanılabilirler,
- ✓ Genellikle radyoaktif tehlikelere karşı kararlı yapıdadırlar,
- ✓ Yağlayıcı ince filmlerin yüksek hız, titreşim veya yük altında yapıları genellikle bozulmaz (Lansdown 2004).

Katı yağlayıcıların önemli dezavantajları

- ✓ Çoğu katı yağlayıcıların temel iletkenliği oldukça düşüktür. Fakat yumuşak metallerde bu durum söz konusu değildir. Buradan kayma ara yüzeyindeki meydana gelen sıcaklığın uzaklaşmaması sonucuna varılır,
- ✓ Katı yağlayıcıların sürtünme katsayıları, testin yapıldığı ortama ve temasın hangi durumlarda meydana geldiğine bağlı olarak yüksek olabilir veya ciddi farklılık ortaya çıkarabilir,
- ✓ Sıvı yağlayıcılara nazaran aşınma süreleri kısıtlıdır ve tazeleme olayı oldukça zordur,
- ✓ Zaman veyahut birtakım problemlerden dolayı oksidasyon ve yaşlanma kaynaklı bozulma meydana gelebilir,
- ✓ Kimyasal özelliklerinden dolayı oluşan ve geri dönüşü olmayan farklılaşmalar, yüksek ısıya veya oksidatif ortam şartlarına bağlı olabilir, birtakım aşındırıcı ve yağlayıcı özelliği bulunmayan ikinci sınıf ürünler ortaya çıkabilir, yağlama özelliğini kaybedebilir (Donnet and Erdemir 2004).

Plazma

Kısmen en az bir elektronu, atom veya molekül ile bağ oluşturmamış pozitif hal almış atom veya molekül olan yani iyonize halde olan gaz olarak tanımlanabilen plazma maddenin katı, sıvı, gaz hallerinden sonraki hali olarak kabul edilir.

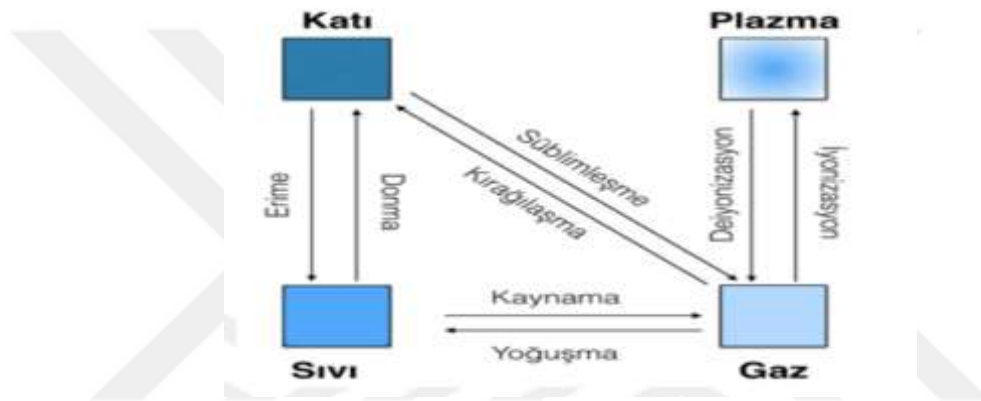
Kısacası plazma fazla ısıda kuvvetli elektrik ya da manyetik alanlar tarafından oluşmaktadır. Kuvvetli yük boşalımı da plazma oluşturabilir. Elektronlar plazma ortamında

enerji elde ederler, çevresindeki başka atom ve moleküller ile temasta bulunarak enerji transferi gerçekleştirirler. Daha sonra birbirleriyle reaksiyon gerçekleştirerek bulundukları ortamda farklı tür ve sayıda moleküller, atomlar, iyonlar vb. açığa çıkar. Böylece plazmanın oluşumu için gerekli mekanizmalar gerçekleşecektir (Şekil 10). Uyarılmanın başlamasıyla plazma hali oluşacaktır. (Fridman 2008).

Uyarılma → Ayrışma → İyonizasyon

Şekil 9. Plazma oluşumunun üç aşamalı adımı (Yıldız 2019)

Moleküller sıcaklığın yükselmesiyle daha enerjik yapıya ulaşmaktadır. Katı, sıvıya; sıvı gaza; gaz da plazmaya dönüşür (Şekil 10).



Şekil 10. Maddenin katı sıvı gaz ve plazma temel durumları (Gürsoy 2018)

Plazma dünyada nadir rastlanan bir hal olsa bile, evrenin büyük bir kısmı plazmadan meydana gelmektedir (Tahmini %99). Plazma örneklerinden birkaçı yıldızlar ve güneş rüzgârlarıdır. Yeryüzünden yaklaşık 100 km sonra güneş vasıtasıyla atmosfer aktifleşmiş iyonlardan meydana gelmektedir. Ayrıca kuzey ışıkları, kutuplarda çoğunlukla toplanıp dünyanın manyetik sınırlarına hapsolan güneşten yayılan yüklü parçacıklardan meydana gelir. Ateşin bulunuşu insanlık için büyük bir buluş olmuştur. Bu buluşun kaynağı tahmini olarak doğal plazma sayılan yıldırımlardır. Kısacası plazma yalnızca fizik, kimya, mühendislik alanlarıyla ilgilenen toplulukları değil bütün toplumu direkt ilgilendirmektedir (Fridman 2008).

Yüzey Kaplama Yöntemleri

Malzemelerin çalışma ömürlerini artırmak için yüzeyleri istenilen özelliklerdeki çeşitli malzemelerle kaplanmaktadır. Bu işlemde malzeme yüzeyinde oluşturulan yeni yapılar kaplama denir. Kaplamaların tercih edilmesinin temel sebepleri şunlardır:

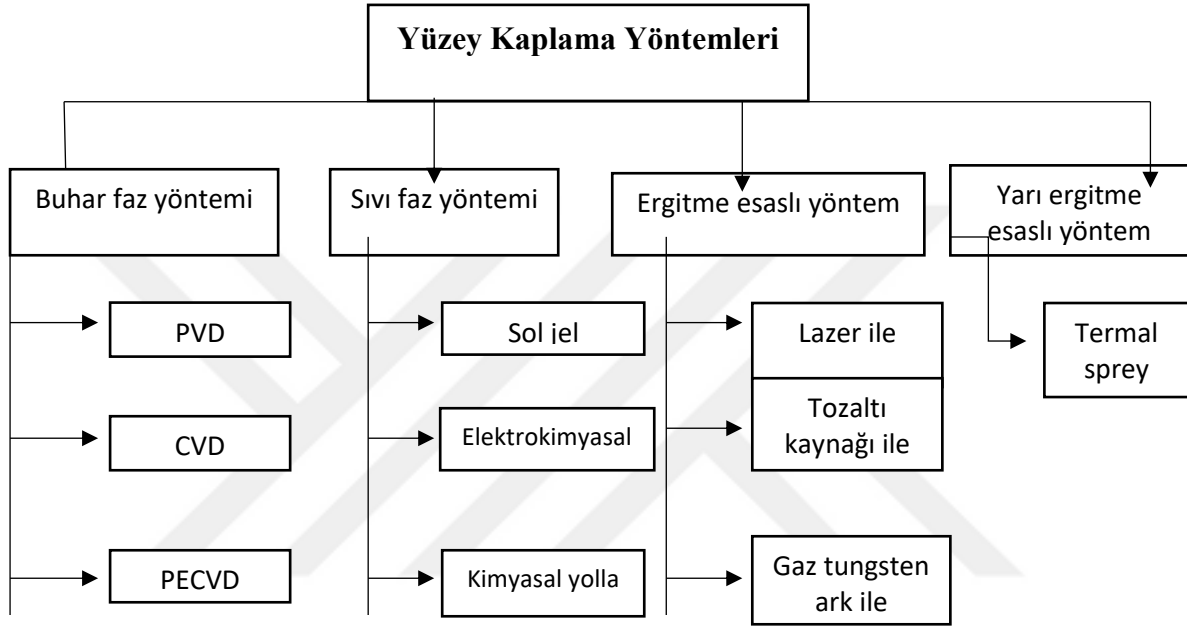
- Malzemenin çalışma ömrünü uzatmak ve malzeme kalitesini artırmak,
- Çalışılan yerdeki farklı korozyon maddelerinin etkisini en aza indirmek,

- Malzemenin sertlik, aşınma direnci gibi mekanik özelliklerini iyileştirmek.

Buhar biriktirme, değişik ergitme işlemleri, sol-jel ve elektrolitik yöntemlerle malzeme yüzeylerinde yüzey kaplama işlemleri uygulanır. Diğer yüzey işlemleri malzemeler üzerinde yeterince olumlu sonuç vermemesinden ötürü kaplama yöntemleri ilerletilmiştir (Özcan 2014)

Mekanik özelliklerden korozyon, aşınma gibi olumsuz etkileri düzeltmek için malzemeye yapılan yüzey kaplama yöntemleri Tablo 3'teki gibi gösterilebilir.

Tablo 3. Yüzey Kaplama Yöntemleri (Aytaç 2018)



Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi

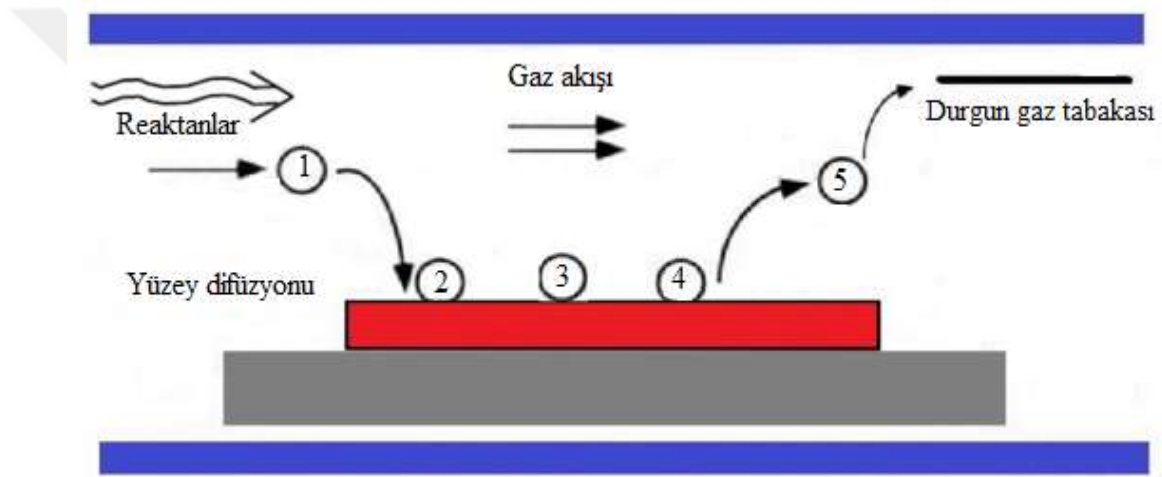
Patlamalı püskürtme yöntemi, plazma püskürtme yöntemi, elektrolitik yöntem ve buhar fazı lazer yöntemiyle yapılabilir. Kaplama buharının, kaplama malzemesinin yüksek enerjili partiküller ile bombardımanı sonrasında veya kaplama malzemesinin ısıtılmasıyla uygulanan buharlaştırma sonrasında malzemeden ayrılan partiküller ile sağlanan iyon saçırma olayına fiziksel buhar biriktirme yöntemi (PVD) denir. Buhar, gaz veya plazma ile tepkime oluşturup buhar iyonize olarak taban malzemeye ulaşır. Bu sayede meydana getirilen film tabakanın yapısı veya bileşimi değiştirilebilir (Özcan 2014).

Kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi

Çabuk buharlaşan herhangi kaplama malzemesi ile bir gaz, malzemenin yanında tepkimeye girer. Meydana gelen buhar katı olacak şekilde sıcak ana malzeme üstünde toplanır. Şekil 11'de CVD çalışma prensibi gösterilmiştir. Bu şekilde gerçekleştirilen işleme kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi denir. Farklı kaplamalar yapılmak istenen alaşım, metal ve

benzeri malzeme sınıflarına CVD yöntemi kullanılarak kaplama yapılabilmektedir. Diğer kaplama yöntemlerindeki biriktirme miktarı CVD yöntemine nazaran bir miktar daha büyüktür. Mesela iyon demetli söktürme veya iyon kaplama işlemlerinde biriktirme $<0,1 \mu\text{m}/\text{dak}$ olarak meydana gelirken, CVD işlemleri veya aktivasyonu yükseltilmiş buharlaştırmalarda bu miktar $25 \mu\text{m}/\text{dak}$ olmaktadır (Özcan 2014, Çakan 2006).

Kimyasal buhar biriktirme (CVD) ve fiziksel buhar biriktirme (PVD) arasındaki en dikkat çekici fark; CVD yönteminde kaplanması istenen malzeme kimyasal reaksiyonlarla buhar fazına ulaşması hedeflenirken, PVD yönteminde ise kaplanması istenen malzeme fiziksel yollarla buhar fazına ulaşması hedeflenir. İki yöntem arasındaki başka bir fark ise CVD yöntemi daha iyi fırlatma gücüne sahipken, PVD ise daha fazla biriktirme hızına sahiptir. Bu sebeple PVD yöntemi daha çok tercih edilmektedir.



Şekil 11. CVD çalışma prensibi (Varol 2014)

Şekil 11’de gösterildiği gibi: CVD ile kaplama olayında işlem beş temel adımda gerçekleşmektedir:

1. Reaktanın taban malzeme yüzeyine difüzyonu,
2. Reaktanın taban malzeme yüzeyine absorpsiyonu,
3. Reaktan-taban malzeme arası kimyasal reaksiyon,
4. Üründen gaz desorpsiyonu,
5. Üründen atık gazın uzaklaşması (Varol 2014).

CVD yöntemi avantajları

- Yüksek hızlarda ve az zamanda kaplamalar oluşturulmasına yardımcı olur. Bu sebeple endüstride seri üretimde sıklıkla kullanılır,
- CVD parametreleri ayarlanarak kimyasal ve morfolojik yapısı değiştirilebilir,

- Kaplama yapılan yüzeyler ile yapılan kaplama arasında meydana gelen kimyasal bağla birlikte kaplamanın yüzeyde uzun zaman kalmasına imkân verecek kuvvetle yüzeye tutunmasını sağlar,
- Farklı kimyasallar aynı süreçte aynı zamanda kaplanabilir,
- Vakum gereksinimi PVD yöntemlerine göre daha azdır,
- Düşük sıcaklıklarda kaplama yapılabilir,
- Organik ve inorganik kimyasallar kullanılarak, organik, inorganik veya hibrit kaplama yapılabilme imkânı sağlar,
- Proses vasıtasıyla kaplamalara farklı nitelikler kazandırılabilir. Örnek verilecek olursa, plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (PECVD) yöntemiyle elde edilen polimer kaplamalarda gerektiği zaman, PECVD parametreleri belirlenerek çapraz bağlı yapılar bulunabilir,
- İnce filmlerin biriktirilmesinde fazlaca avantajı bulunur. En önemli avantajı ince filmlerin olabildiğince uygun olmasıdır (Varol 2014).

CVD yöntemi dezavantajları

- Yüksek sıcaklıklarda yapılan CVD yönteminde, ısıya karşı hassas olan malzemeler tercih edilemez,
- CVD yönteminde plazma güç kaynağı olarak kullanılacaksa, plazmaya bağlı olarak kaplanacak yüzeylerde eksiklikler meydana gelebilir,
- CVD yönteminde kullanılan reaktantlar (belli bir bileşik ile karakteristik bir reaksiyona girebilen ve bu vasıta ile bileşiğin miktarını belirleyen ayrıca reaksiyondan ürün oluşturmaya yarayan bir bileşik) ve deneyler sırasında meydana gelen yan ürünlerin zehirli olması muhtemeldir. Böyle bir durumda zehirli gazların ortamdan çıkarmak gerekir ve bunun içinde donanım gereklidir (Varol 2014).

Plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (PECVD) yöntemi

Plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (PECVD) veya plazma yardımıyla kimyasal buhar biriktirme (PACVD) yöntemleri olarak isimlendirilen sistemlerin, kimyasal reaksiyon oluşturunabilmesi için gereken enerji plazmayla oluşur.

Fazla enerji uygulanması sonucunda gaz halindeki reaktantlar, (+) yükle yüklenen iyonlar, (-) yükle yüklenen elektronlar yüksüz (nötr) atomları bünyesinde barındıran plazmaya dönüşmektedir. Gaz hali plazma haline getirmek için izlenmesi gereken iki yöntem bulunur. Birinci yöntem oldukça fazla sıcaklık uygulayarak, ikinci yöntemde ise kuvvetli

elektromanyetik alan uygulayarak gerçekleştirilir. Birinci uygulanan yöntemde 5000 K üzerinde çok yüksek sıcaklık gerekmektedir. Fakat bu sıcaklık için uygun ekipman bulmak oldukça zordur. Bu sebeple plazma üretimi için ikinci yöntem olan elektromanyetik alan kuvvetinden faydalanmak genellikle tercih edilmektedir.

PECVD sistemlerinde ikiye ayrılan plazma modelleri; ışıma deşarjı ve ark deşarjıdır. Ark plazma yüksek olmayan frekanslarda oluşturulmaktadır. Negatif ve pozitif yüklü parçacıkların ikisi de enerjiye sahip olur ve sıcaklıkları hemen hemen eşit derecede artış gösterir. Parçacık tepkilerinin hızlı olmaması, termal dengenin meydana gelmesini sağlar. Bu koşullarda meydana gelen plazmaya izotermal denmesinin sebebi budur (Karaman ve ark 2017).

Atmosferik basınç altındaki reaksiyon kutusunda CVD uygulamaları gerçekleştirilebilir. Şekil 12’de gösterilen plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (PECVD) yöntemi; buhar fazının elektrik boşalma plazmasıyla desteklenerek katı bir film ortaya çıkarmasını bünyesinde barındıran karma bir tekniktir. Yüksek olmayan sıcaklıklarda uygulanabilir olması PECVD yöntemini diğer CVD yöntemlerinden üstün kılan bir özelliğidir. Bununla birlikte yüksek biriktirme seviyelerine gelmesi geniş aralıklardaki farklı kaplamaların yapılabilmesine imkân verir (Ulutan 2007, Çakan 2006).

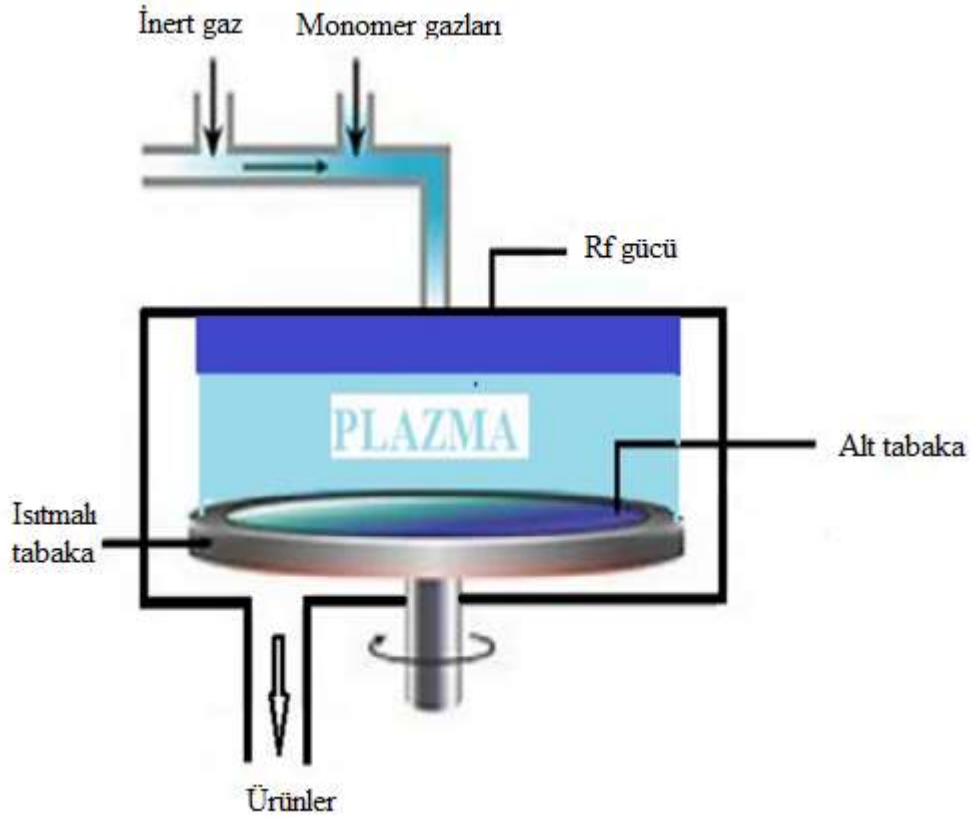
Kullanılan bu yöntemlerle ağır olmayan malzemeler kaplanarak imal etme yükü azaltılır veya başarı oranları ve kullanım süreleri ilerletilmektedir. Ayrıca bu şekilde yağlanan malzemelerin temas yüzeylerindeki sürtünme katsayılarına eşit az sürtünme katsayılı kaplamalar yapılabilir. İşlem sıcaklığının düşük olmasından dolayı hafif metallere ve alaşımlara yapılan CVD kaplamalarda bazı sınırlamalar mevcuttur (Ulutan 2007).

Çok daha düşük sıcaklıklarda kaliteli ince film kaplama olanağı sağladığı için plazma destekli kimyasal buhar biriktirme yöntemi diğer yöntemlere göre daha fazla tercih edilmektedir.

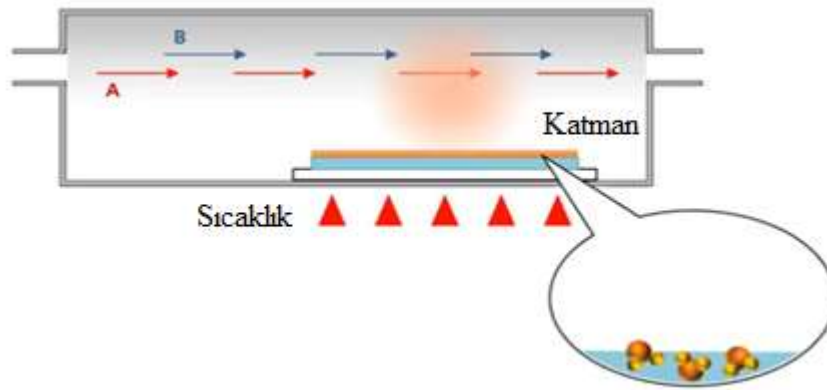
Herhangi bir malzeme plazma sistemine yerleştirildiğinde malzeme yüzeyinde şartlarla bağlantılı kopmalar veya birikmeler oluşabilir. Plazma şartları ayarlandığında bu kopma ya da birikmelerden birinin gerçekleşmesi muhtemeldir. Yarı iletken cihazların imal edilmesinde kullanılan ve işlevsel üst katmanların üzerinde oluşturduğu malzemeler üzerinde çok ince ve homojen filmler oluşturulması birikme (kaplama) işlemiyle sağlanır (Flosch 1992).

Diğer yöntemlere nazaran PECVD yöntemiyle çok daha ince ve çok daha homojen kaplamalar yapmak mümkündür. Bundan dolayı PECVD kaplama tekniği (Şekil 13) ile değişiklik yapılmış yüzeyler çok fazla sayıda uygulamalarda tercih edilmektedir. Alışılmış

işlemlerde kullanılan çözücüler ve stabilizörlere bu yöntemde ihtiyaç olmamasından dolayı oluşan ürün saftır ayrıca bu işlem temiz bir işlemdir (Ozansoy 2007).



Şekil 12. PECVD sistem (Uçar 2016)



Şekil 13. PECVD kaplama tekniği (Ozansoy 2007)

PECVD diğer yöntemlerden ayıran avantajları

- Yüksek biriktirme oranı ve düşük biriktirme sıcaklığı gerekir,
- Homojen bir yapı elde edilir,
- Filmlerin en yatkın biriktirme seçimindeki biriktirmeye elverişlidir. Bilindik PVD ya da CVD yöntemlerinde kullanılması sıkıntılıdır (Pierson 1999).

- Uzun malzemelerde de kullanılabilir olması,
- Düşük taban malzeme sıcaklığında da kullanılabilir olmasından dolayı hassas ve yüksek sıcaklıklarda bozulan malzemeleri kaplamada oldukça iyidir. Ayrıca düşük sıcaklıklarda çalışma koşulu sunduğundan dolayı termal genleşme sonucunda yüzeydeki gerilmeler en aza indirilmiş olur (Gleason 2015).

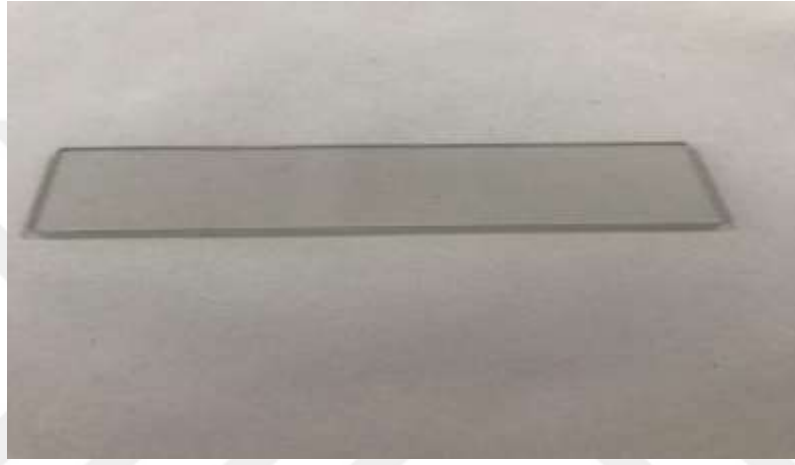
PECVD dezavantajları

- Sık sık temizleme gerektirir,
- Gaz akışı hızlıdır,
- Filmlerin bileşim ve kalınlığının kontrolü zordur,
- Sistem karmaşıktır ve ekipmanların maliyeti yüksektir.



MATERYAL VE METOT

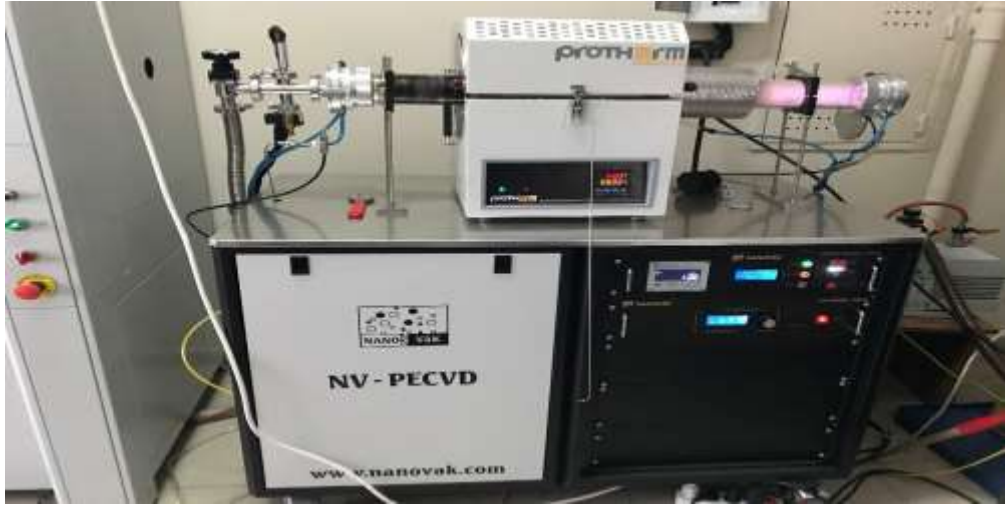
Bu çalışmada; taban malzemesi olarak Şekil 14’te gösterilen 2,61 g/cm³ yoğunluğa sahip cam levhalar (DIN ISO 8037/1 standardına uygun olarak hidrolik 3.sınıf soda camdan üretilmiş lam, ISOLAB Lam) kullanılmıştır. Tek başına cam lameller işlemsizken dirençleri, iletkenliği vs. hiçbir değeri olmadığından kısacası tek başına fiziksel bir tepki vermediğinden dolayı cam malzemeyi nano teknoloji ile işlevsel bir hale getirip fiziksel bir kazanım elde edilmesi amaçlanır. Bu sebeple, grafit filmler yukarıda bilgileri verilen cam taban malzemeler üzerine PECVD tekniği kullanılarak sentezlenmiştir.



Şekil 14. İşlemsiz cam (Lam)

Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme (PECVD) Cihazı

Bu çalışmada cam taban malzemesi üzerine grafit büyütmek amacıyla Atatürk Üniversitesi Kazım Karabekir Eğitim Fakültesinde bulunan Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme (PECVD) sisteminden yararlanılmıştır. Bu sistemin temel parçaları, vakum ve gaz kontrol ünitesi, vakum odası, fırın, plazma, güç kaynağı ve eşleştirme ünitesi şeklindedir (Şekil 15).



Şekil 15. PECVD cihazı

Ayrıca, ilgili PECVD sisteminin temel bileşenleri şu şekildedir:

- **Güç kaynağı**

Plazmanın oluşması için gereken gücü plazma ünitesine elektrotlar vasıtasıyla ileten cihazdır. Cihazın gücü 1 ile 300 Watt aralığında istenilen değerde ayarlanabilir. Bu çalışmada 200 Watt güç kullanılmıştır (Şekil 16).



Şekil 16. Güç kaynağı

Plazmaya güç kaynağından enerji gönderildiğinde valf içerisinde plazma oluşup renginin değiştiği gözlemlenmiştir. Gaza göre plazmanın rengi değişir. Ne kadar yüksek enerji yollanırsa o kadar yoğun plazma oluşur fakat her zaman fazla enerji iyi sonuç anlamına gelmediğinden dolayı amaca uygun enerji verilmelidir.

Plazmanın amacı dikey büyütme sağlamaktır. Bu büyütme işlemi sadece plazmayla yapılamaz. Çünkü plazmayla istenilen biçimde parçalanma gerçekleşmeyip istenilen amorf yapı elde edilemez dolayısıyla CVD'den de destek alarak işlem yapılmıştır (Şekil 17).



Şekil 17. Plazma ünitesi

- **Eşleştirme ünitesi**

Güç kaynağı vasıtasıyla iletilmek istenen gücün tersine yansması istenilmediğinden dolayı yansımaları en aza indirmek amacıyla kullanılan cihazdır (Şekil 18).



Şekil 18. Eşleştirme ünitesi

- **Vakum kontrol ve gaz kontrol ünitesi**

Vakum kontrol kısmında vakum pompası aracılığıyla vakum odasına; bir yere tutunmaması ve tepkimeye girmeyen (inert) gaz olmasından dolayı argon gazı gönderilmiştir. Vakum yapılmasının amacı; argonun enerjik olması ve sürekli bombardıman yapmasıyla camın üzerindeki kirlilikleri uzaklaştırıp yüzey temizliği sağlamasıdır.

Gaz kontrol ünitesinde gazların akış kontrolü yapılır. Bu çalışmada argon, metan (CH_4) ve hidrojen (H_2) gazlarının akış oranı üç farklı çalışma içinde 250 sscm olarak ayarlanmıştır (Şekil 19).



Şekil 19. Vakum ve gaz kontrol ünitesi

- **Vakum odası**

Malzemelerdeki kirlilikleri sökerek yüzey temizliğinin yapıldığı ayrıca malzemelerde büyütme (sentez) işleminin yapıldığı camdan yapılmış kapalı bir bölmedir (Şekil 20).



Şekil 20. Vakum odası

- **Fırın ünitesi**

Sıcaklığın ayarlandığı kısımdır. Kapasitesi 1100 °C dir. Bu çalışmada üç numune içinde 650 °C kullanılmıştır (Şekil 21).



Şekil 21. Fırın ünitesi

Grafit Kaplamananın Elde Edilmesi

İlk olarak taban malzemesi olan cam lamlar (silikon taban malzemeler) elmas uçlu kalemle çizilerek parçalara ayrılarak kuvars üzerine önce ince bakır levha yerleştirilip daha sonra cam malzemesi konularak (Şekil 22) PECVD sisteminde vakum odasına yerleştirilmiştir. Buraya önce vakum pompası aracılığıyla vakum odasının basıncı tavsiye edilen 1 mTorr' ininceye kadar vakumlama işlemi yapılmıştır. Basınç düştükten sonra ortama argon gazı gönderilmiştir. Argon gazı vasıtasıyla malzemelerdeki kirlilikler temizlenmiştir. Daha sonra ortamın tekrar basıncı düşürülmüş ve basınç düştükten sonrada hassas vana vasıtasıyla ortama metan (CH_4) ve hidrojen (H_2) gazları gönderilmiş. Büyütme için gerekli olan sıcaklık 650 C° 'ye ayarlanmıştır. Daha sonra (CH_4) metan; (CH_3) (CH_2) (CH) şeklinde parçalanmaya başlayarak karbonlar serbest hale gelmiştir. Karbonlar serbest hale gelince cam malzemesiyle bağ yapmıştır. Karbon karbonla bağ yaptıkça grafit formunu oluşturarak bu şekilde cam üzerine grafit büyütme (sentez) gerçekleşmiştir. Büyütme işlemi gerçekleştikten sonra ortamdaki vakum boşaltılıp atmosfer basıncına ulaşıncaya numuneler çıkarılmıştır.

Bütün sentez işlemlerinde sıcaklık (650 C°), gaz miktarı (250 sscm) ve enerji miktarı (200 W) olarak seçilmiş ancak camlar üzerinde grafit sentezi işlemi iç farklı sürede gerçekleştirilmiştir:

1. grup için 30 dk,
2. grup için 60 dk,
3. grup için 90 dk süreyle sentez yapılmıştır.



Şekil 22. İşlem öncesi hazırlanan cam malzemeler

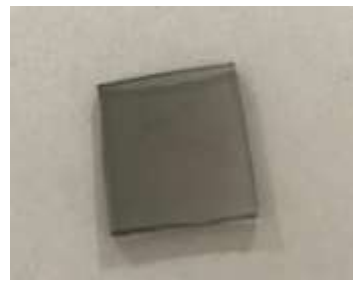
PECVD de cam üzerine farklı sürelerde grafit büyütme işlemi sonrası görseller Şekil 23 ve Şekil 24’te gösterilmiştir.



(a)

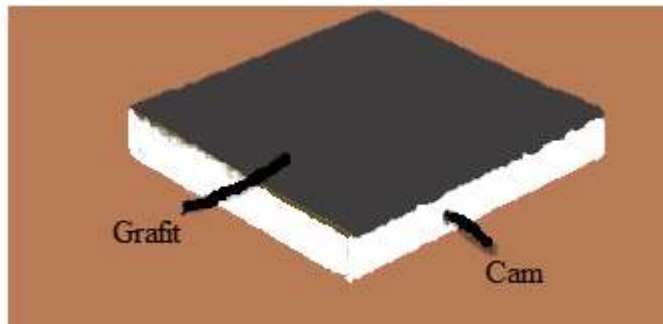


(b)



(c)

Şekil 23. Grafit sentezi sonrası numuneler (a) 30 dk sentezlenmiş (b) 60 dk sentezlenmiş (c) 90 dk sentezlenmiş



Şekil 24. PECVD ile sentezlenmiş cam

Aşınma Testleri

İşlemsiz ve grafit kaplanmış numuneler Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesinde bulunan Turkyus aşınma test cihazı kullanılarak aşınma testlerine tabii tutulmuştur (Şekil 25). Aşınma testleri reciprocating aşınma test türü kullanılmıştır. Ayrıca testler 8 mm aşınma izi oluşacak şekilde alümina (Al_2O_3) aşınma topu ile gerçekleştirilmiştir. Aşınma testleri oda sıcaklığında ($21C^{\circ}$) ve yaklaşık %50 nemli ortam havasında gerçekleştirilmiştir. Her numune cihaza yerleştirilmeden önce ve aşınma işleminden sonra hassas terazide tartılmıştır. Tablo 4'te aşınma testi için uygulanan şartlar ayarlanarak testler yapılmıştır. Burada, öncelikle işlemsiz numunede farklı yükler ve sürelerde testler gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlara göre de grafit kaplanmış numuneler için optimum test süresi belirlenmiştir. Testler sonucunda elde edilen değerlere göre sürtünme katsayısı ve aşınma oranları hesaplanmıştır.

Tablo 4. Aşınma Testi İçin Uygulanan Şartlar

1.Boş işlemsiz cam numune için uygulanan yük ve aşınma süreleri;

1N	2N	3N	5N
10dk	10dk	10dk	10dk
1N	2N	3N	5N
20dk	20dk	20dk	20dk

2.Sentezi 30,60,90 dk süren cam numeneler için uygulanan yük ve aşınma süreleri;

1N	2N	3N
20dk	20dk	20dk



Şekil 25. Aşınma test cihazı

Numunelerin Karakterizasyon İşlemleri

Numunelerin kalınlığını ve bileşimini belirlemek amacıyla SEM, kimyasal özelliklerini belirlemek için FTIR, fazların kimyasal bağ yapılarını belirlemek için Raman ıslanabilirliği belirlemek amacıyla da temas açısı ölçümleri yapılmıştır. Bütün işlemler Atatürk Üniversitesi Doğu Anadolu Yüksek Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi (DAYTAM) bünyesinde bulunan cihazlarla gerçekleştirilmiştir.

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

ZEISS marka Sigma 300 modeli SEM sistemi ile numunelerin yüzey görüntüleri, kesit görüntüleri, aşınma görüntüleri ve kaplama kalınlıkları incelenip farklı büyütme aralıklarında görüntüler alınmıştır. Grafüt kaplanmış cam numuneler SEM görüntülemeleri öncesinde DAYTAM bünyesinde bulunan saçtırma sistemi ile 60 saniye süre ile altın kaplanmışır. Burada kullanılan altın kaplama sistemi ve SEM sırası ile Şekil 26 ve Şekil 27’de verilmiştir.



Şekil 26. Altın kaplama işlemleri için kullanılan sistem



Şekil 27. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

FTIR Spektroskopisi Analizi

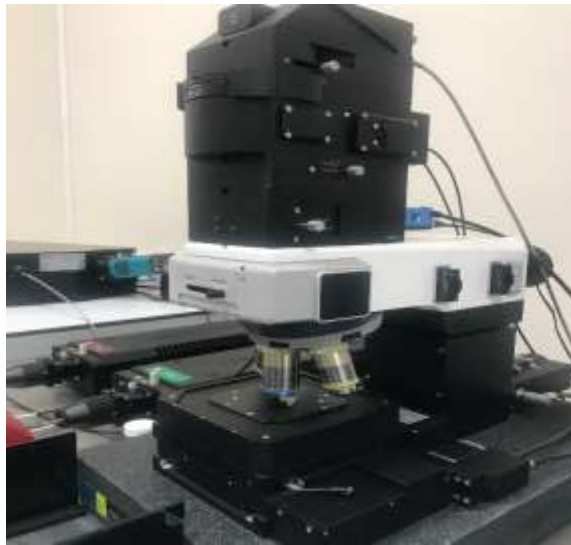
Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopi sistemi (FTIR) ile cam üzerine büyütülmüş grafitin kimyasal yapısıyla ilgili bilgiler edinmek amacıyla analizler yapılmıştır. Bu yöntem, numune yüzeyine zarar vermemesi ve hızlı olarak kimyasal bağ yapısıyla ilgili bilgiler vermesinden dolayı sık sık kullanılmaktadır. Cam yüzey üzerine sentezlenen grafit numunelerine ait FTIR analizleri Spec-30 aparatı ile Bruker VERTEX 70v marka FTIR spektroskopometresi ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 28).



Şekil 28. FTIR spektrometre cihazı

Raman Spektrumu Analizi

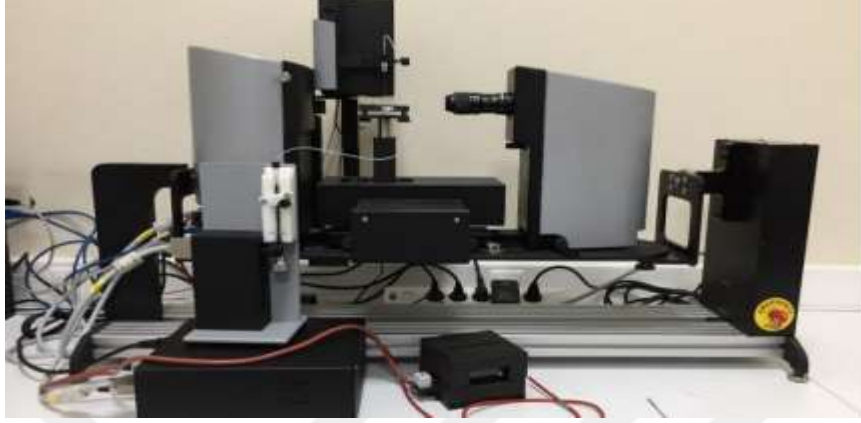
İşlemsiz ve grafit kaplanmış numunelerin Raman analizleri WITEC Alpha 300R mikro Raman sistemi ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 29).



Şekil 29. Mikro Raman cihazı

Temas Açısı Ölçümleri

İşlemsiz ve farklı sürelerde grafit kaplanmış cam numunelerin temas açısı ölçümleri Attention Theta Flex cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ölçümler 5 mL'lik saf su damlaları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Temas açısı ölçüm sistemi Şekil 30'da gösterilmiştir.



Şekil 30. Temas açısı ölçüm cihazı

ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

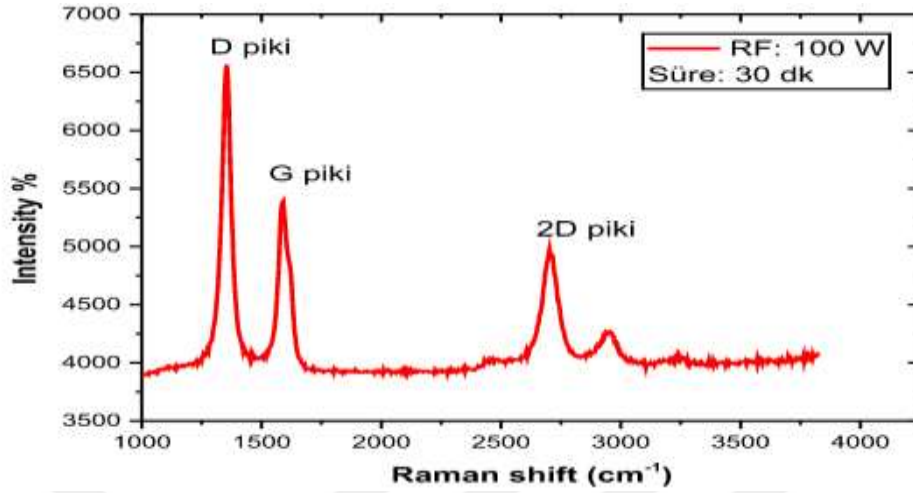
Raman Analizleri

Sentezlenen grafitin karbon bağlarının analizi Raman spektroskopisinde yapılmıştır. Ramandaki G, D, 2D bantları grafitin yapısında bulunan sp^2 karbon atomlarını ifade eder. Şekil 31, Şekil 32 ve Şekil 33 incelendiğinde üç bant da görülmüştür. Şekillerde görülen G ve 2D bandı Raman spektrumunun iki tipik pikidir. G piki sp^2 karbon atomlarının düzlem içi titreşimiyle alakalıyken 2D piki ise iki fononlu ikinci derece rezonans ile alakalıdır. 1530 cm^{-1} - 1580 cm^{-1} aralığındaki dalga boyu sp^2 olan grafit yapıyı verir. Ayrıca görülen D bandı ise düzensizlik nedeniyle meydana gelen karbon malzemenin kenarlarında bulunan kusurlara bağlı olarak değişir. Kusurların kademesine göre yoğunluğu değişkenlik gösterir. Şekillerde görüldüğü gibi D bandının yoğunluğu fazla olduğu için bütün numunelerde kusurlar mevcuttur. Bunun sebebi enerjideki değişim sebebiyle içeriye çok fazla kusur girmesi sonucunda malzeme kalitesinin azalmasıdır. D zirvesinin yoğunluğu plazmanın etkisinden kaynaklanmaktadır. D bandının yoğunluğu en fazla olan 60 dakikalık numune, en az olan ise 90 dakikalık numunedir (Poutrel ve ark 2017).

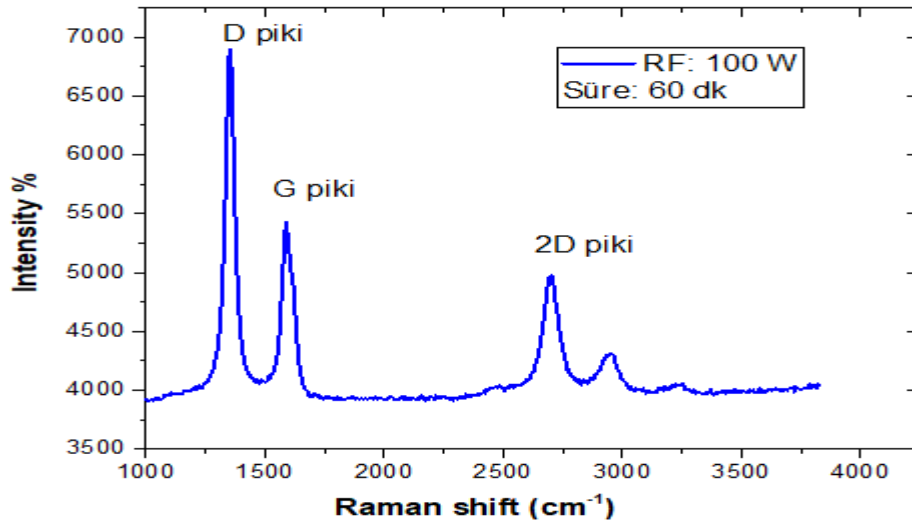
D ve G bantları kullanılarak grafitin bozukluklarını hesaplamak için şiddet oranı (I_D/I_G) kullanılır. Hesaplanan oran 1' den büyükse yapının grafitik olduğu anlaşılır, 1' den küçük ise yapının köşesinde bulunan kusurların derecesi anlaşılır. Şekil 37'de 30 dakikalık ve Şekil 38' de 60 dakikalık numunelerin I_D/I_G oranı 1 den büyük olduğu için yapıların grafitik olduğu anlaşılmaktadır. Şekil 39'da ki 90 dakikalık numunede I_D/I_G yaklaşık 1 olduğundan dolayı da sp^2 ve sp^3 bağlarının bir arada olduğundan dolayı amorf karbon yapısı olduğu anlaşılmıştır. Bunun dışındaki diğer hesap ise grafit tabakaların sayısını bulmak için G ve 2D bantları kullanılarak intensite oranı (I_G/I_{2D}) tespit edilir. Bu oranın 2.5'dan yüksek olması grafit olduğunu gösterir (Akhavan ve ark 2014).

2D ve G pikine bakılarak numunenin tek tabakalı mı çok tabakalı mı olduğu bulunabilir. Eğer 2D pikinin şiddeti G pikinden büyükse tek tabakalı olduğu, 2D piki G pikinden küçükse çok tabakalı olduğu söylenebilir. Şekillerdeki üç numuneye bakıldığında G bandının 2 D bandından büyük olmasından dolayı çok tabakalı olduğu anlaşılmaktadır. Shi Chnyan ve arkadaşlarının bakır folyo üzerine grafit filmin plazma ile desteklenmiş kimyasal buhar metoduyla 800°C 'de büyütmesinde yaptığı çalışmadan elde ettiği Raman sonucuyla bu çalışmadan elde edilen Raman sonuçları uyusmaktadır Ayrıca elde edilen Raman sonuçları

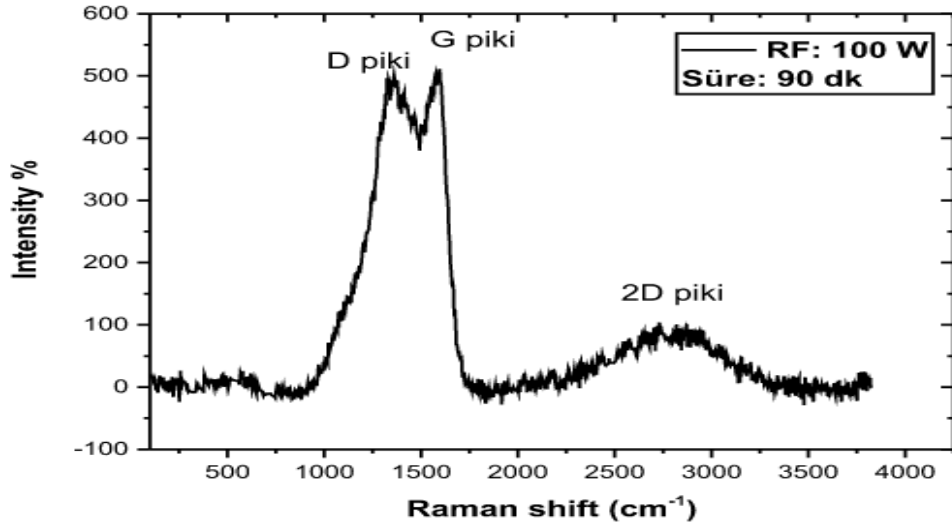
başka literatür sonuçlarıyla ile karşılaştırıldığında D pikinin G pikine göre büyük olduğu ve 2D pikininde G pikinden küçük olmasından dolayı çok tabakalı grafit olduğu görülmektedir (Qi , Zhang, *et al.* 2014; Bagley, Yeh *et al.* 2019; Shi *et.al* 2013).



Şekil 31. 30 dakika sentezlenen grafit numunenin Raman spektrumu



Şekil 32. 60 dakika sentezlenen grafit numunenin Raman spektrumu



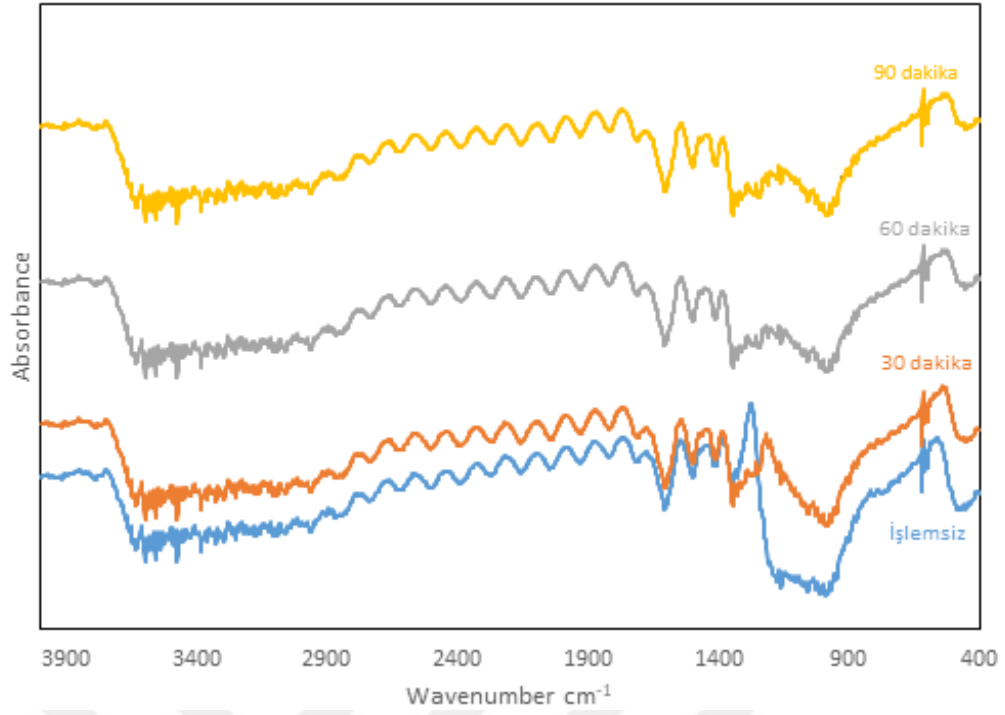
Şekil 33. 90 dakika sentezlenen grafit numunenin Raman spektrumu

FTIR Analizleri

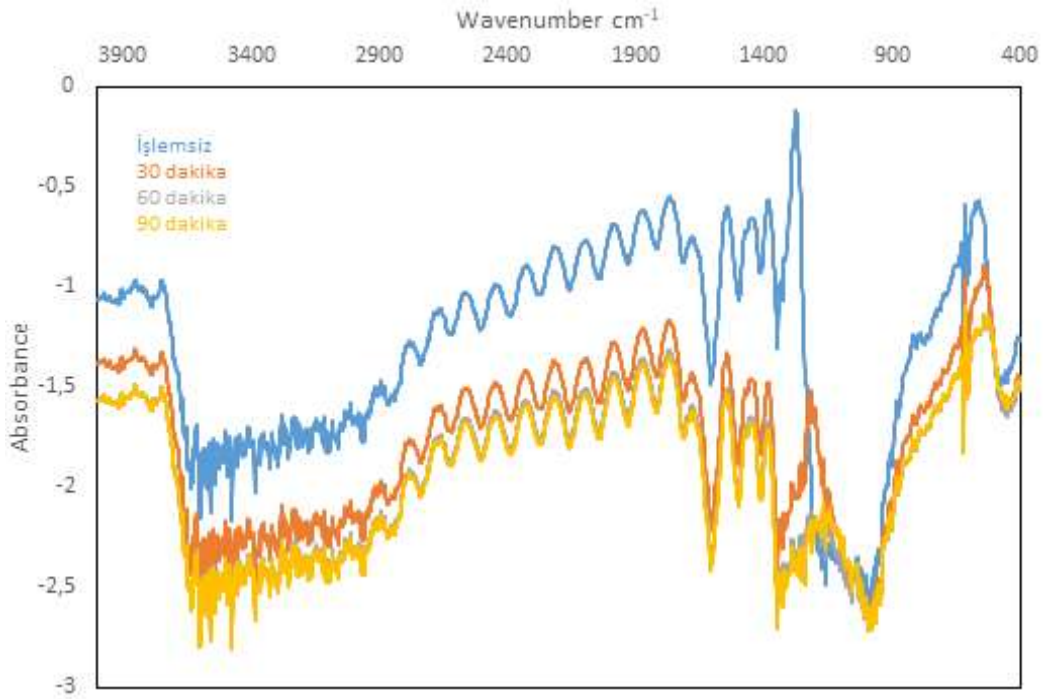
FTIR analiziyle grafit filmlerin kimyasal yapıları incelenmiştir. Farklı sürelerde büyütülen üç numuneden ve işlemsiz numuneden alınan FTIR spektrumları karşılaştırma yapılabilmesi için Şekil 34 ve Şekil 35’de gösterilmiştir. Taramanın frekansı $4000-400\text{ cm}^{-1}$ aralığındadır.

C-H gerilme bölgesinde güçlü absorpsiyon piklerinin görülmesi hidrojen ve başka atom arasında oluşan gerilme titreşimiyle alakalıdır. 3300 cm^{-1} ’in üstünde çıkan bant asetlenik C-H bağına aittir. Şekil 40’da ki bütün numunelerde 3475 cm^{-1} olduğundan C-H gerilmesi görülür. C=C (karbon=karbon) çift bağ gerilme bölgesi $1650-1550\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunur. Bütün numunelerde dalga boyundaki değerler 1346 cm^{-1} ve 1608 cm^{-1} de olduğundan bu gruba ait oldukları görülmektedir

Parmak izi bölgesi $1550-650\text{ cm}^{-1}$ aralığında bulunur. Bu bölgede bir molekülün yapısı ve yapısal özellikleriyle ilgili küçük benzeşmezlikler absorpsiyon piklerin dağılmasında değişikliğe sebep olur. =C-H düzlem dışı bükülme bölgesi $1000-650\text{ cm}^{-1}$ aralığındadır. Spektrumlar sırasıyla $964, 989, 977, 989\text{ cm}^{-1}$ bantlarında olduğundan bu bölgededir. Grafitin kimyasal yapısını üç farklı numunede de koruduğu anlaşılmıştır. Elde edilen sonuçlar literatürde verilen çalışmalar ile de uyum göstermektedir (Tiyek, Dönmez *et al.* 2016; Gürsoy 2019).



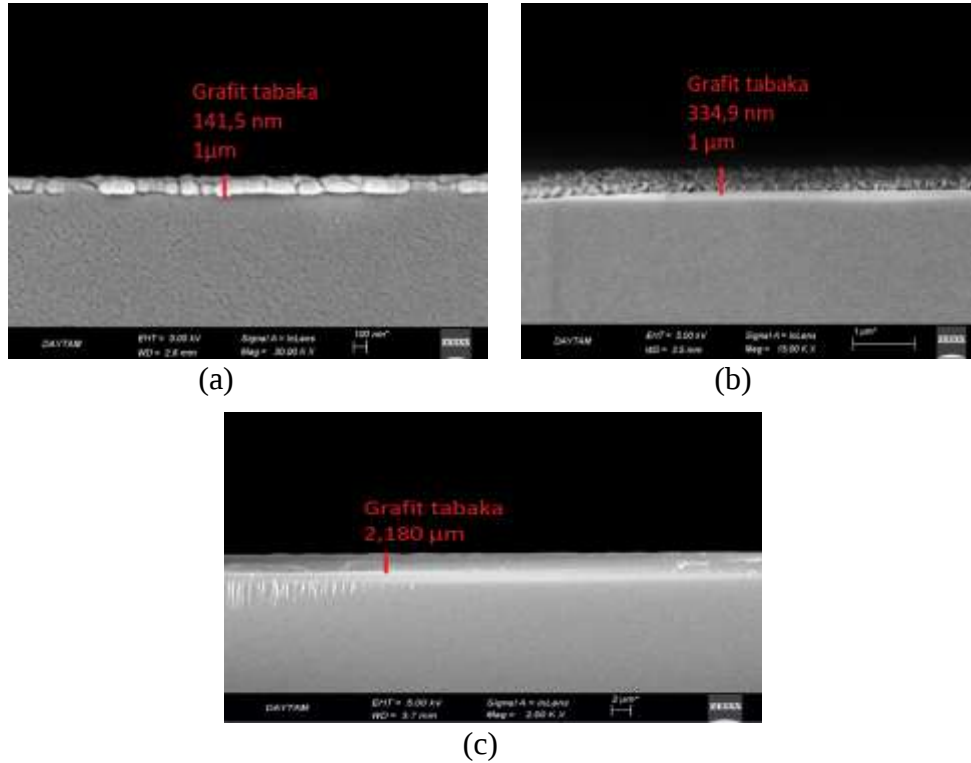
Şekil 34. Bütünleşik FTIR grafikleri



Şekil 35. Bütünleşik FTIR grafikleri

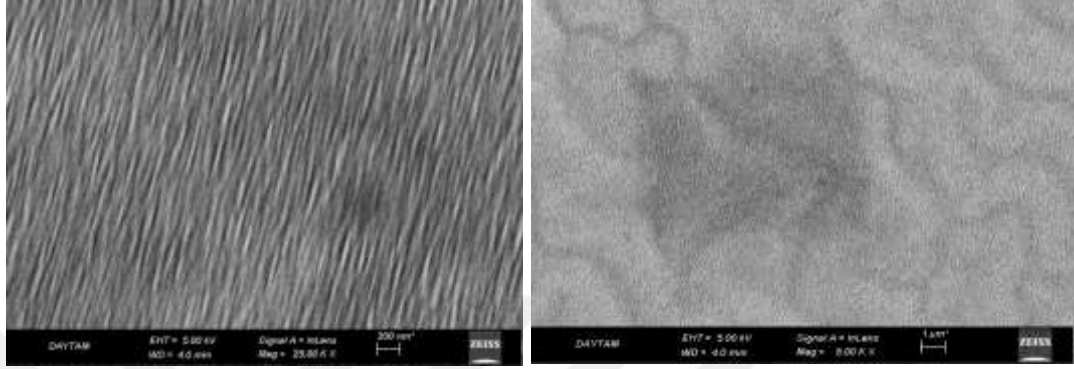
SEM Analizleri

Farklı sürelerde sentezlenen grafitlerin kalınlıklarının ölçülmesi ve yüzey morfolojilerinin incelenmesi SEM sistemi ile gerçekleştirilmiştir. Numunelerin kesit görüntüleri alınarak kalınlıkları incelenmiştir. Farklı sürelerde sentezlenen grafitin kesit görüntüleri Şekil 36’da gösterilmiştir. Şekilden anlaşılabacağı üzere sentezlenme süresi arttıkça grafit daha çok birikmiş ve grafit kalınlığı artmıştır. Ayrıca süre arttıkça kesit yapıların daha düzgün bir görünüme sahip olduğu da görülmektedir. En düşük grafit kalınlığı 30 dakikalık sentezlenen numunede en yüksek kalınlık ise 90 dakikalık numunede gözlemlenmiştir. 90 dakikada yüksek olmasının sebebi adezyonun (yapışma) iyi olmasından kaynaklanmaktadır. Bu durum grafit büyütme miktarının süreyle ilişkili olduğunu göstermektedir. Plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (PECVD) yöntemiyle büyütülen grafit diğer kaplama yöntemlerine oranla kaplama kalınlıkları daha düşüktür. SEM görüntülerinden bütün numunelere bakıldığında grafit kaplama sonrası elde edilen tabakaların taban mazemesi olan camdan herhangi bir şekilde ayrılmadığı ayrıca film yapısında boşluk oluşmadığı görülmektedir. Ayrıca taban malzemesi ile grafitin adezyonunun yüksek olduğu sonucuna da varılmaktadır. Yapılan bu tez çalışmasına benzer çalışmalara bakıldığında; Jang ve arkadaşları bakır katalizörlü cam yüzey üzerine 1 dakika, 4 dakika, 8 dakika, 12 dakika gibi farklı büyüme süreleri uygulayarak 500°C dikey grafeni PECVD işlemi uygulayıp izlemişlerdir ve büyüme süresi arttıkça kalınlığın arttığını gözlemlemişlerdir (Jang *et.al* 2015).

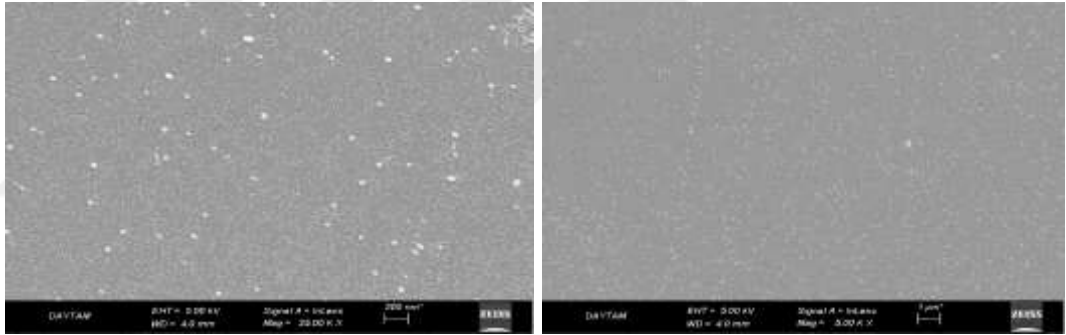


Şekil 36. Sentezlenen grafitin kalınlığının SEM görüntüleri (a) 30 dakikalık numune (b) 60 dakikalık numune (c) 90 dakikalık numune

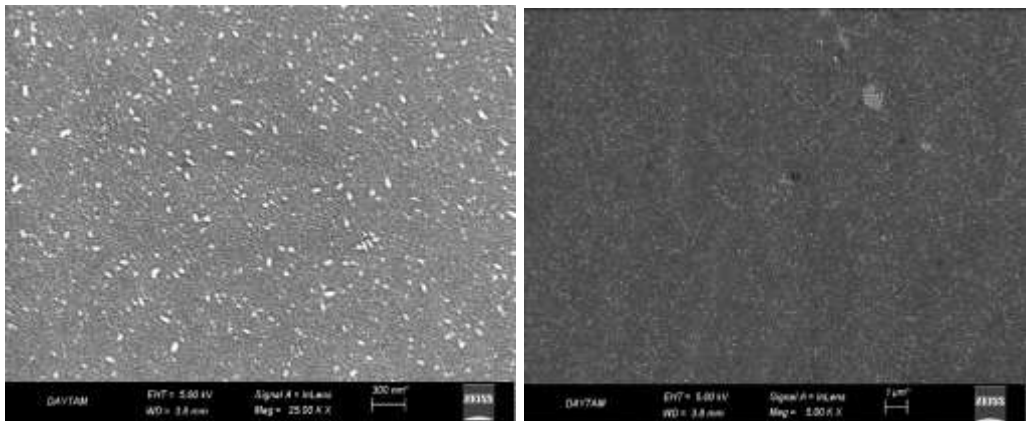
Yüzeyinin incelenmesi için elde edilen SEM görüntüleri 25.00 KX ve 5.00 KX büyütme değerlerinde yapılmıştır. Yüzey SEM görüntüleri Şekil 37’de verilmiştir. Yüzey görüntülerine bakıldığında çatlak ve gözenekli yapı görülmediğinden filmlerin homojen bir yapıda olduğu ve homojen şekilde yüzeylere yayıldığı gözlemlenmiştir. Ayrıca 90 dakika kaplanmış numune yüzeyinin 30 dakika ve 60 dakika kaplanmış numune yüzeyinden daha düzgün ve düzenli olduğu görülmüştür.



(a)



(b)



(c)

Şekil 37. Farklı sürelerde (a) 30 dk, (b) 60 dk, (c) 90 dk grafit sentezlenen yüzeylerin 25.00 KX ve 5.00 KX büyütmelerindeki SEM görüntüleri

Temas Açısı Ölçüm Sonuçları

Islanabilirliği etkileyen faktörlerden biri yüzey pürüzlülüğüdür. Malzemedeki yüzeyin pürüzlülüğünün artması hidrofobikliği çoğunlukla artırır. Temas açısının artması, ıslanabilirliğin az olması ve adezyonun düşük olması yüzey pürüzlülüğünün yüksek olmasına bağlıdır (Kyziol *et al.* 2014).

Katı yüzey ile sıvı arasında temas açısı 0-180° aralığında değerler alabilir. Temas açısının büyüklüğü, katı yüzeyinde sıvının yayılmasına bağlı olarak değişir. Sıvının yüzeyde dağılmadan kalması temas açısının büyük olacağı anlamına gelir. Temas açısı ne kadar küçükse ıslanabilirlik o kadar büyük olur. Bu açı değeri $\theta < 90^\circ$ ise katı yüzeyinde sıvıyı çeken (hidrofilik) olduğu, $\theta > 90^\circ$ ise sıvıyı iten (hidrofobik) olduğu, eğer $\theta > 150^\circ$ olursa da süperhidrofobik anlamına gelir (Boening 1998).

Şekil 39, Şekil 40 ve Şekil 41’de de görüldüğü gibi farklı sürelerde büyütülen grafitlerde farklı temas açıları tespit edilmiştir. Bu nedenle yüzeylerdeki hidrofilik veya hidrofobik olma durumları da farklılık göstermektedir. Sıvının katı yüzey üzerinde meydana getirdiği temas açısı işlem sonucunda çıkan θ sağ açı değeri ve θ sol açı değerinin ortalaması alınarak bulunur.

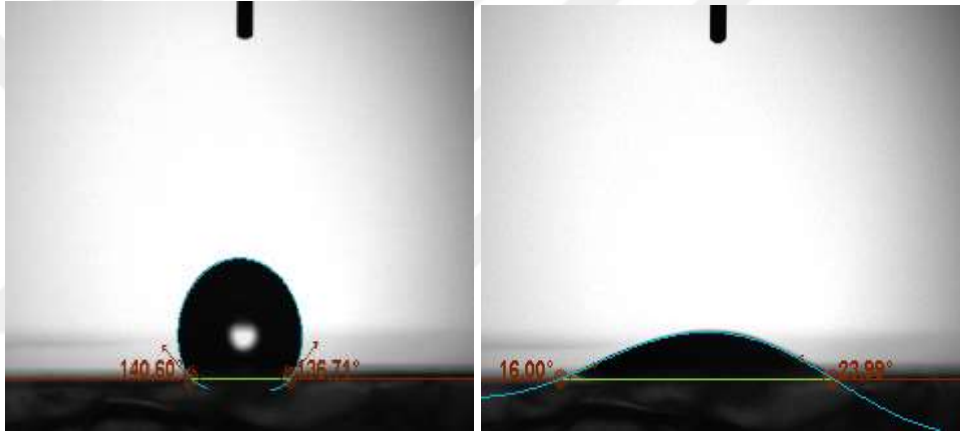
Şekil 38’deki işlemsiz cam numune temas açısı $44,19^\circ < 90^\circ$ olmasından dolayı hidrofiliktir. Şekil 39’da ki 30 dakikalık numune su damlatıldığında $138,65^\circ$ temas açısı değerine sahipken belli bir süre sonra temas açısının azalmasından dolayı hidrofobik/hidrofilik özelliklerin hangisine sahip olduğu konusunda kesin bir yorum yapılamamaktadır.

Şekil 40’da ki 60 dakika sentez görmüş numunenin temas açısının $108,79^\circ > 90^\circ$ olmasından dolayı ayrıca süreye bakılmaksızın her şartta temas açısının değişmemesinden kaynaklı hidrofobik özelliğini koruduğu anlaşılmaktadır. Şekil 41’de ki 90 dakikalık numuneye bakıldığında ise 30 dakikalık numunede olduğu gibi başlangıçtaki temas açısı değeriyle belli bir süre geçtikten sonraki temas açısı değeri uyuşmadığından dolayı ıslanabilirlik özelliğiyle alakalı kesin bir yorum yapılamamaktadır. Fakat bu 30 dakika ve 90 dakikaya ait numunelerdeki temas açılarındaki düşüşün sebebi yüzey ile su damlası arasında sıkışan havanın azalmasıyla veya yüzey geriliminin düşmesiyle alakalı olabilir. En yüksek temas açısının 90 dakikalık numune de olmasının nedeni grafitin 90 dakika da daha çok büyümesinden kaynaklanmaktadır. Genel olarak bakıldığında grafitin malzemeye yalnızca 60 dakikalık numunede hidrofobik özellik kazandırdığı görülmektedir. Luo ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada plazma destekli kimyasal buhar biriktirme ile grafen sentezi koşullarını araştırmışlar ve 700°C 200W’da ve 800°C 100W’da grafenin iki boyutludan üç boyutluya geçtiğini gözlemlemişlerdir ve temas açısı sonuçlarının 99° ve 132° olmasından dolayı grafenin

hidrofobik olduđu sonucunu elde etmişlerdir. Dolayısıyla bu tez çalışmasındaki ıslanabilirlik sonuçları literatürdeki sonuç ile uyum göstermektedir (Luo *et.al* 2020).



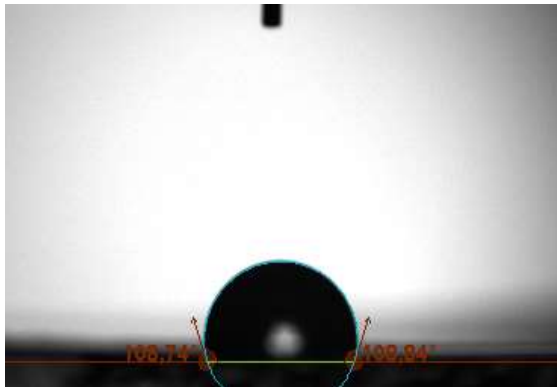
Şekil 38. Kaplama yapılmamış işlemsiz cam numune



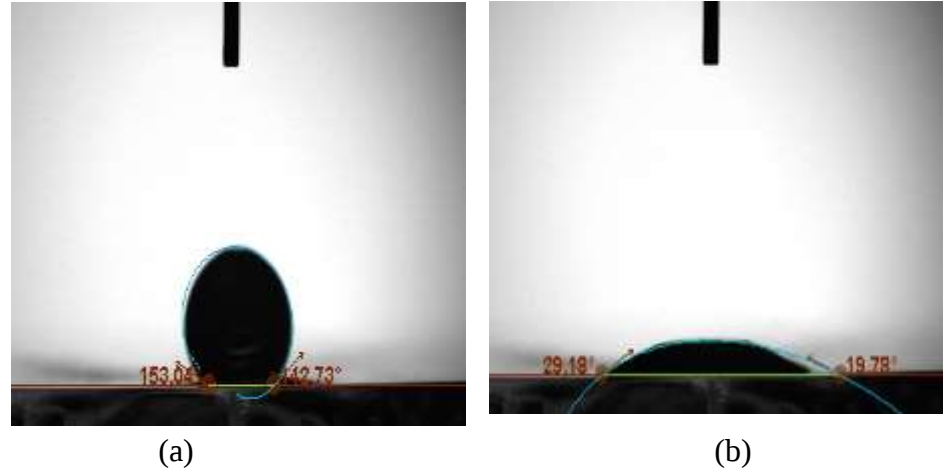
(a)

(b)

Şekil 39. 30 dakikalık cam numune yüzeyindeki grafiti sıvı (su) (a) çözmeden önce (b) çözdükten sonra



Şekil 40. 60 dakikalık numune

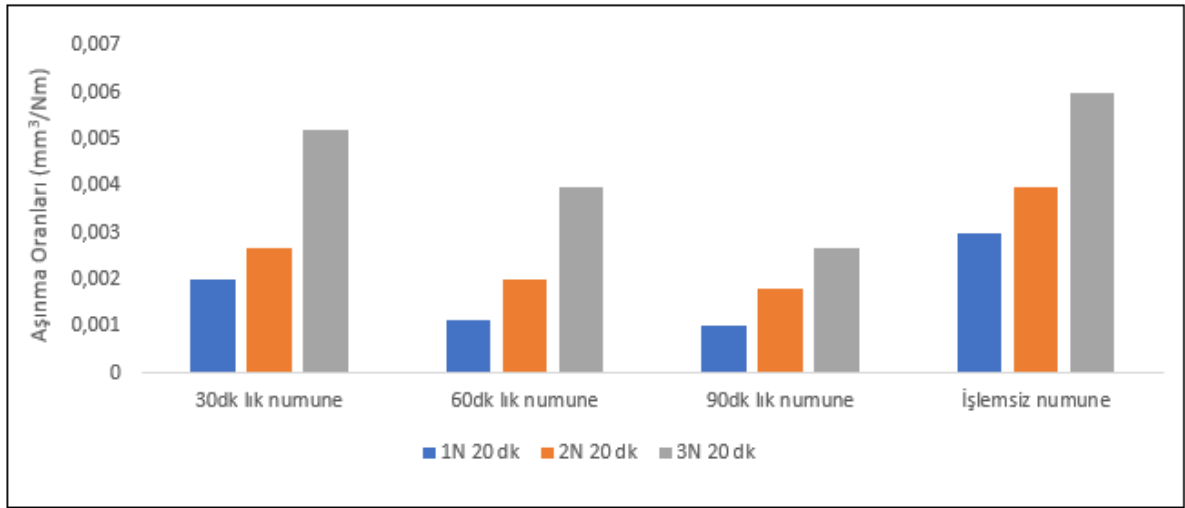


Şekil 41. 90 dakikalık cam numune yüzeyindeki grafiti su (a) çözmeden önce (b) çözdükten sonra

Sürtünme ve Aşınma Analizleri

Sırasıyla işlemsiz cam numune ve farklı sürelerde grafit sentezlenmiş numunelerin yüzeylerine farklı yüklerde ve belirli sürelerde alümina top ile aşınma testleri uygulanmıştır. Numunelerin her aşınma testi öncesi ve sonrası hassas terazi ile ağırlıkları ölçülerek aşınma oranları hesaplanmıştır. Farklı yüklerde uygulanan testin sonuçları Şekil 42’de ve Tablo 5’te verilmiştir.

30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika grafit sentezi yapılan bütün numunelere 1N, 2N ve 3N yükler uygulanmıştır. Bu yükler kendi içlerinde karşılaştırıldığı zaman bütün numunelerde uygulanan yük arttıkça aşınma oranlarının da arttığı görülmektedir. Ayrıca 30 dakikalık numunenin her bir yük değerindeki aşınma işlemsiz numunenin her bir yük değerindeki aşınmadan daha az, 60 dakikalık numunenin de her bir yük değerindeki aşınma 30 dakikalık numuneye göre daha az, 90 dakikalık numunenin ise her bir yük değerindeki aşınma ise 60 dakikalık numuneye göre daha az olduğu görülmektedir. Genel olarak bakıldığında en yüksek aşınma miktarı uygulanan yüklerin aşınma oranlarının ortalamasına göre $0,0032 \text{ mm}^3/\text{Nm}$ olduğundan 30 dakikalık numune olduğu görülmektedir. Bunun sebebinin grafitin malzeme yüzeyinde yeterince tutunmaması olduğu düşünülmektedir. En düşük aşınma miktarı ise 90 dakikalık numunede görülmektedir. Bu da grafitin istenilen seviyede büyüdüğünü ve kayganlaştırıcı özelliğinin etki ettiğini göstermektedir. Genel olarak bakıldığında ise sırasıyla sentezlenme süresi arttıkça numunenin aşınma miktarının azaldığı görülmektedir. Bu durumda grafit sentezinde süre artışının daha iyi bir grafit kaplama sağladığını bu sayede yağlayıcı özelliğinin etkisinin fazla olup numunelerden aşınma direnci yüksek filmler elde edilebileceği anlaşılmaktadır.



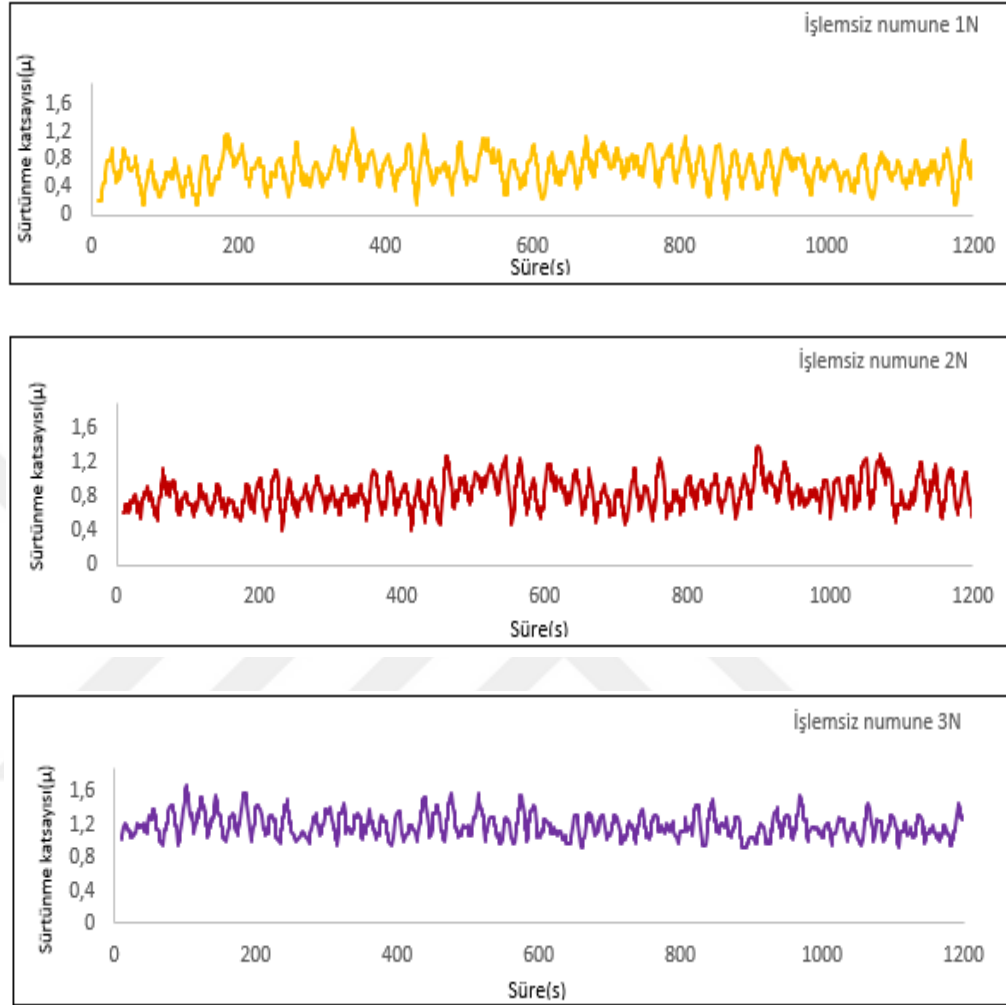
Şekil 42. Numunelerin aşınma oranları

Tablo 5. Aşınma Testi Yapılan Numunelerin Aşınma Oranı Sonuçları

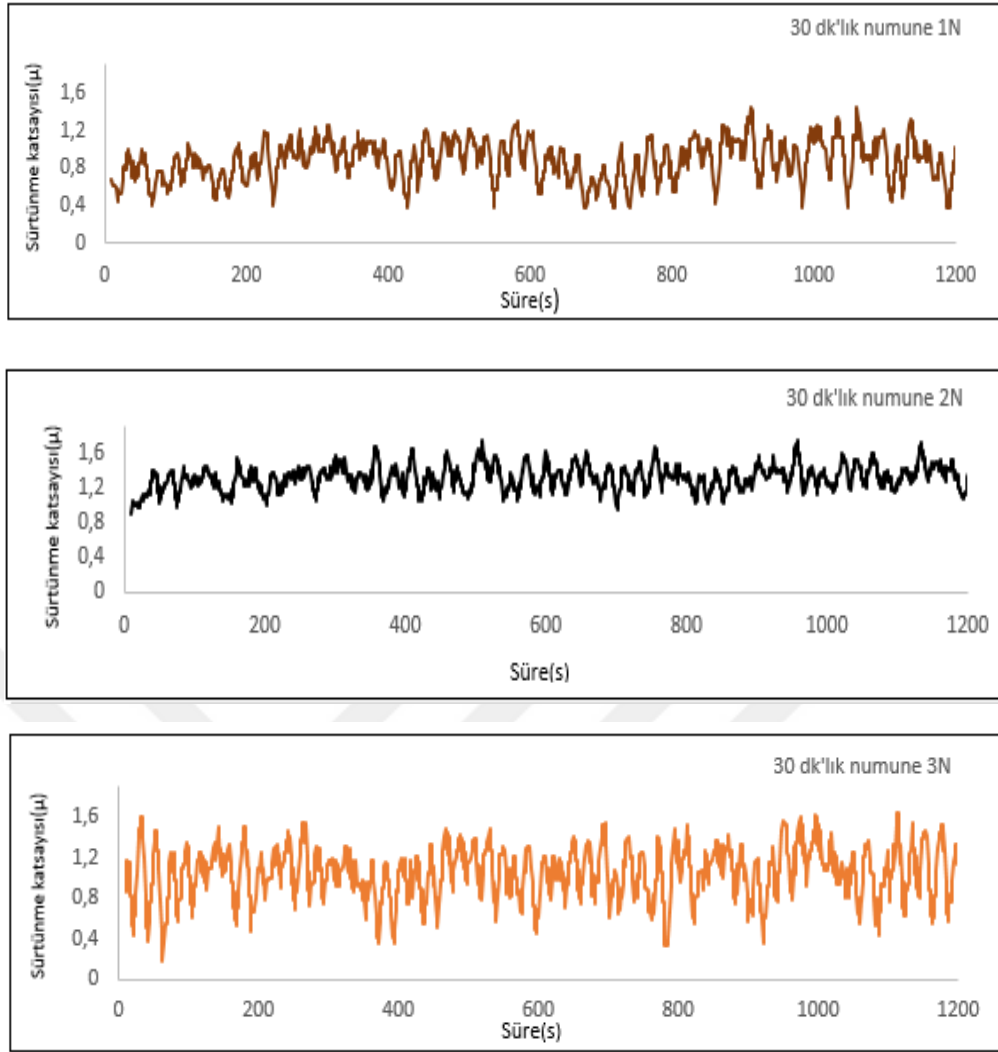
Aşınma Oranları(mm ³ /Nm)	30 dk'lık numune	60 dk'lık numune	90 dk'lık numune	İşlemsiz numune
1 N - 20 dk	0,0019	0,0011	0,0009	0,0029
2 N - 20 dk	0,0026	0,0019	0,0017	0,0039
3 N - 20 dk	0,0051	0,0039	0,0026	0,0059

Aşınma testleri sonucunda işlemsiz, 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika grafit sentezlenmiş numunelerin sürtünme katsayısı-zaman grafikleri sırasıyla Şekil 43-Şekil 47 arasında verilmiştir. Ayrıca, tüm numuneler için sürtünme katsayısı grafikleri Şekil 47 ve sürtünme katsayısı değerleri Tablo 6'da verilmiştir. Aşınma testi sonucunda genel olarak bütün numuneler kararlı bir sürtünme davranışı göstermişlerdir. İşlemsiz numuneye ait sürtünme/zaman grafiğine bakıldığında 3N'luk yük uygulandığında başlangıçta sürtünme katsayısı artış göstermesine rağmen sonra yüzeylere alışarak sabit olarak ilerlemiştir. Başlangıçtaki artışın nedeni yüzeyle temasta olan yükün en başta fazla olması ve temas alanının az olmasında kaynaklanmaktadır. Yüzeye ilk temas edince sürtünme katsayısının artması Hertz basıncıyla alakalıdır. Grafiklere ve değerlere bakılarak en düşük sürtünme katsayısı davranışı 90 dakikalık numunede görülmüştür. Bunun sebebi yeterli miktarda karbon atomlarının üst üste yığılarak yassı levhalar oluşturup bu levhalarından birbirleri üzerinden kolaylıkla kayıp iyi bir yağlayıcı özellik göstermesinden kaynaklanmaktadır. En fazla sürtünme katsayısı ise 30 dakikalık numunede görülmektedir. Bunun sebebi de 30 dk'lık numunede karbon atomlarının yeterince birbirlerine bağlanamayıp düşük kaplama kalınlığına sahip olmasından kaynaklanmaktadır. İşlemsiz numuneyle karşılaştırıldığında 30 dk, 60 dk, 90 dk olan bütün numunelerin uygulanan yük değerlerindeki sürtünme katsayıları işlemsiz numuneye göre daha az çıkmıştır. Numunelere uygulanan yükler (1N, 2N ve 3N) kendi aralarında karşılaştırıldığında ise bütün numunelerde uygulanan yük arttıkça sürtünme katsayısının da

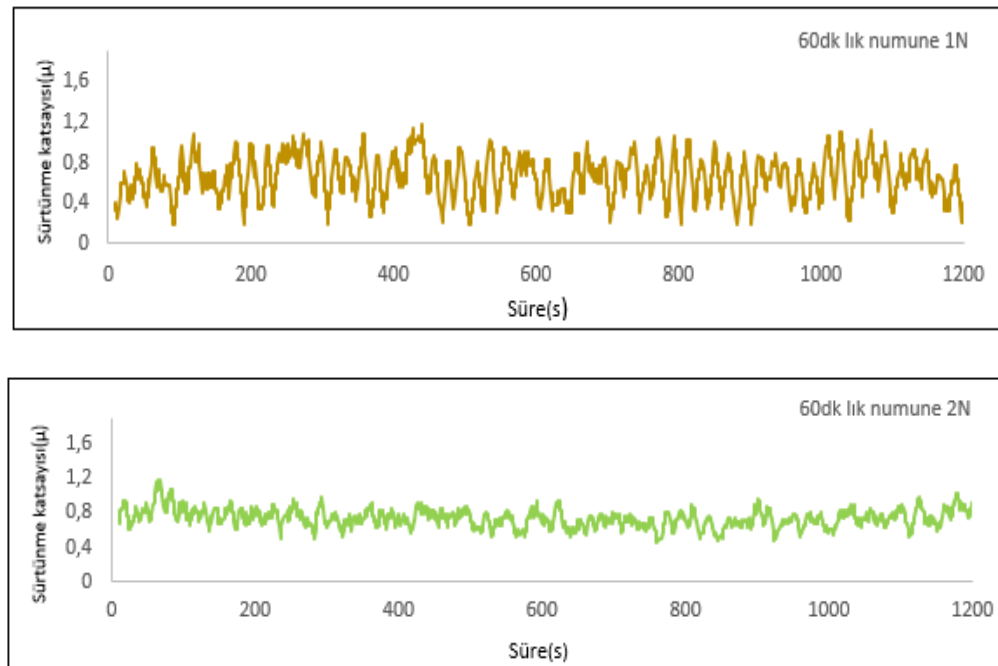
artış gösterdiği görülmüştür. Sürtünme katsayısı ne kadar az ise o kadar iyi yağlayıcı özellik gösterdiği anlamına gelmektedir. Grafit yüzeyde daha iyi yayılmasından dolayı sürtünme katsayısı düşük iken hızlı dağılmasından kaynaklı aşınma izleri fazla olmaktadır (Ludema 1996).



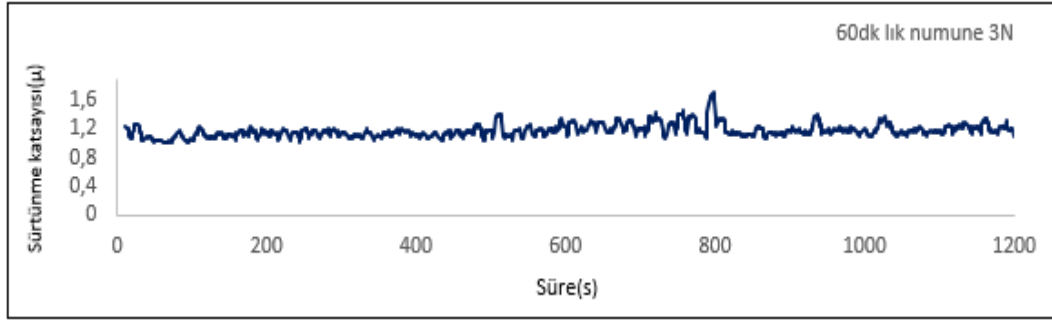
Şekil 43. İşlemsiz numuneye ait sürtünme katsayısı-zaman grafikleri



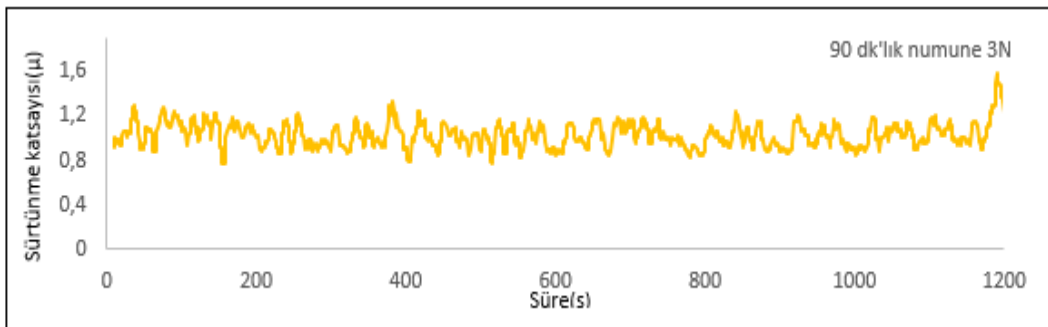
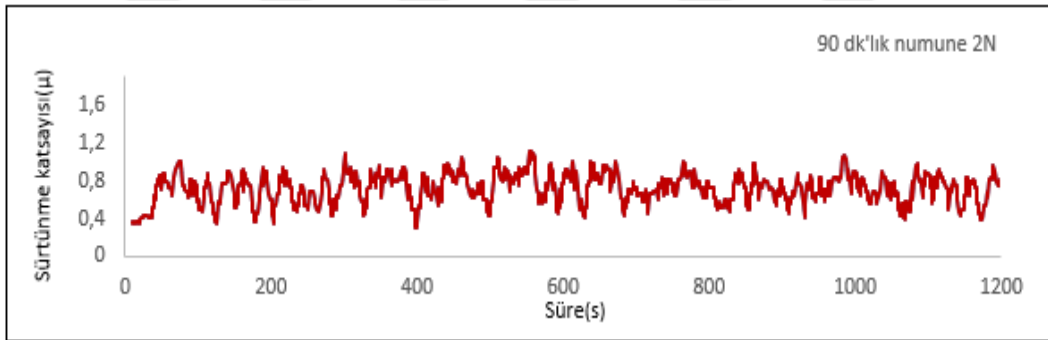
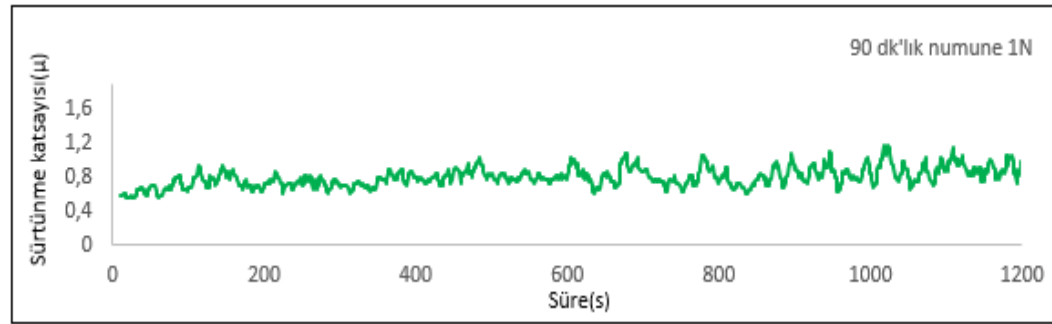
Şekil 44. 30 dakikada büyütülen grafit numuneye ait sürtünme katsayısı-zaman grafikleri



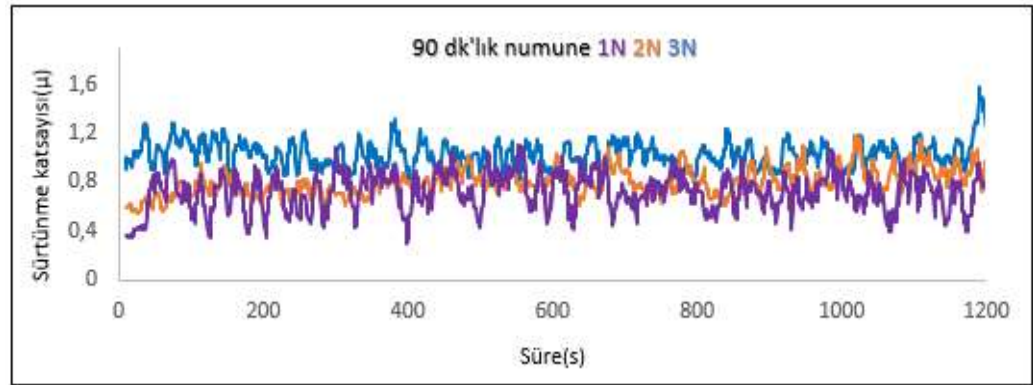
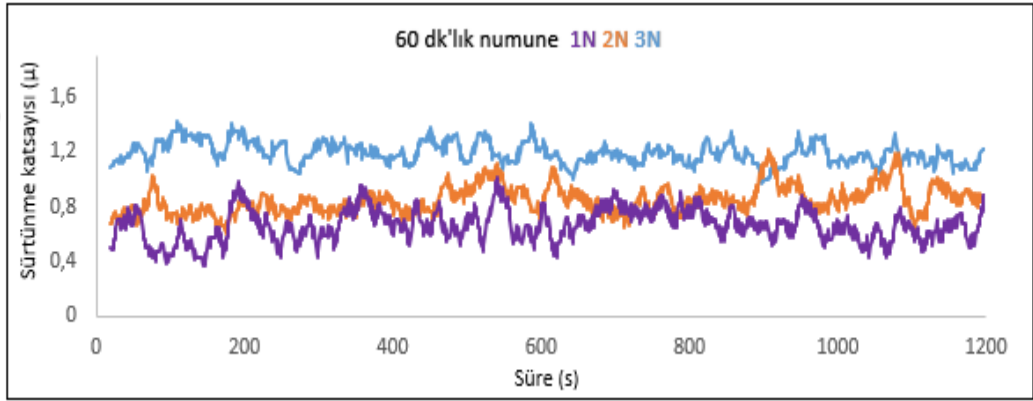
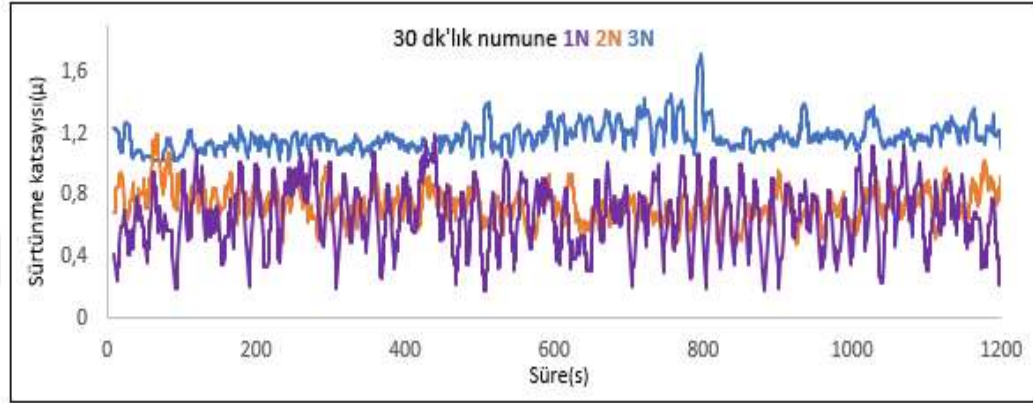
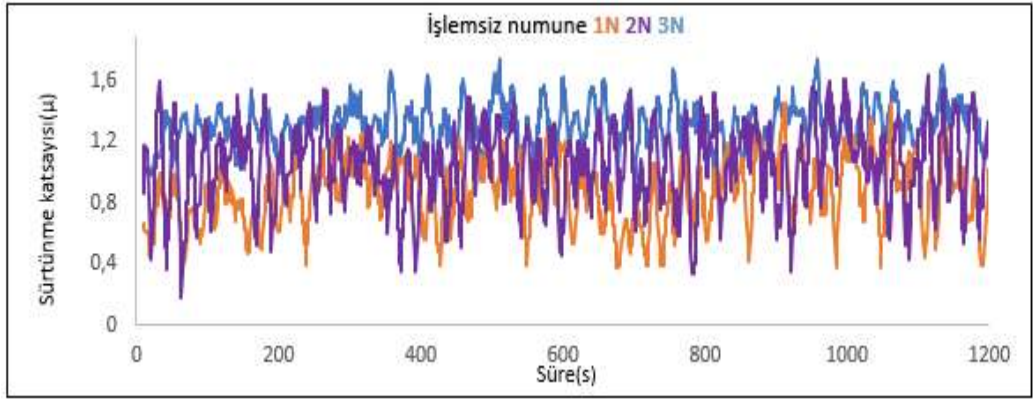
Şekil 45. 60 dakika büyütülen grafitin numuneye ait sürtünme katsayısı-zaman grafikleri



Şekil 45. 60 dakika büyütülen grafitin numuneye ait sürtünme katsayısı-zaman grafikleri (Devamı)



Şekil 46. 90 dakikada büyütülen grafit numuneye ait sürtünme katsayısı-zaman grafikleri



Şekil 47. Numunelerin bütünlük sürtünme katsayısı- zaman grafikleri

Tablo 6. Aşınma Testi Yapılan Numunelerin Ortalama Sürtünme Katsayısı Sonuçları

Ortalama Sürtünme Katsayısı (μ)	30 dk'lık numune	60 dk'lık numune	90 dk'lık numune	İşlemsiz numune
1 N - 20 dk	0,0009	0,0008	0,0011	0,0009
2 N - 20 dk	0,0037	0,0034	0,0029	0,0036
3 N - 20 dk	0,0119	0,0110	0,0086	0,0136

İşlemsiz numune ve grafit kaplanan numunelerin aşınmalarına dair SEM görüntülerine bakıldığında farklı aşınma türlerinin olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca aşınma yüzeylerinin oldukça düzgün olduğu da görülmektedir. (Şekil 48-Şekil 51). Şekil 48'de işlemsiz numunenin 1N, 2N ve 3 N yükteki aşınma izlerinde ki aşınma parçacıkları diğer numunelere göre daha fazla ayrıca aşınma izi etrafında biriktiği görülmektedir. Şekillerdeki bütün numunelerin aşınma izi görüntüsüne bakıldığında hepsinde aşınma parçacıkları ve yüzey boyunca çizikler görüldüğünden adeziv ve abrazif aşınmanın birlikte olduğu tespit edilmektedir.

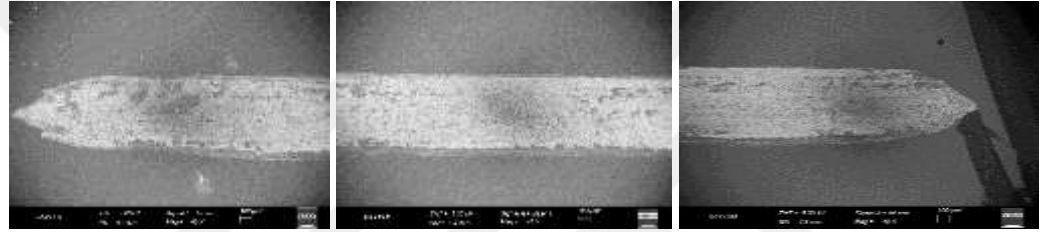
Her bir numunenin sürtünme katsayısı ve aşınma izleri kaplama süresinin yanı sıra uygulanan yüke bağlı olarak da değişmektedir. Meydana gelen aşınmalar açısından yüke bağlı olarak farklılıklar görülmektedir. Bütün numuneler için uygulanan yük arttıkça numune yüzeyindeki aşınma kesit alanı da artmıştır. Bütün numunelerde 1N yük uygulanan aşınma izi 2N yük uygulanan aşınma izinden daha az, 3N yükteki aşınma izi ise diğer yüklerden daha fazladır. Bütün aşınma izlerine bakıldığında maksimum aşınma beklenildiği gibi grafit kaplama kalınlığına bağlı olarak en fazla 30 dakika sentezlenmiş olan numunede görülmektedir. Bu durumun nedeni kaplama parametreleriyle ilişkili olarak kaplamanın taban malzemenin yüzeyine yeteri kadar iyi yapışmamasından ve grafit yapının istenildiği kadar çok oluşmamasından kaynaklanmaktadır. En az hasara uğrayıp en az aşınmayı ise en düşük sürtünme katsayısına sahip olan 90 dakika sentezlenmiş numunede görülmektedir.



(a)



(b)

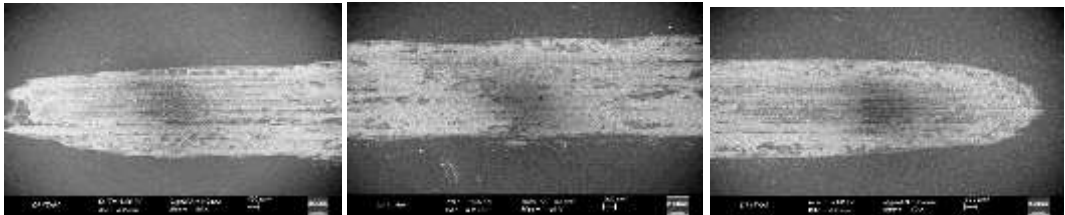


(c)

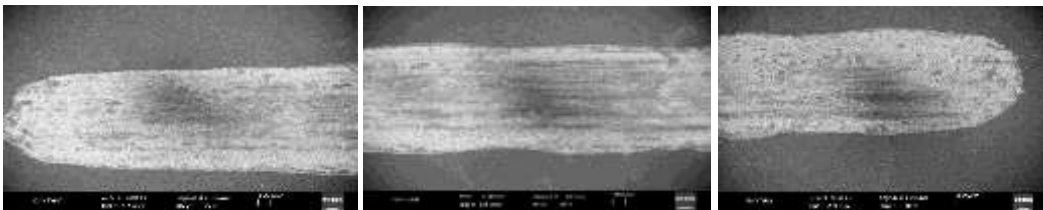
Şekil 48. İşlemsiz cam numunenin farklı yüklerdeki aşınma yüzey SEM görüntüleri: (a) 1N yük (b) 2N yük (c) 3N yük



(a)



(b)

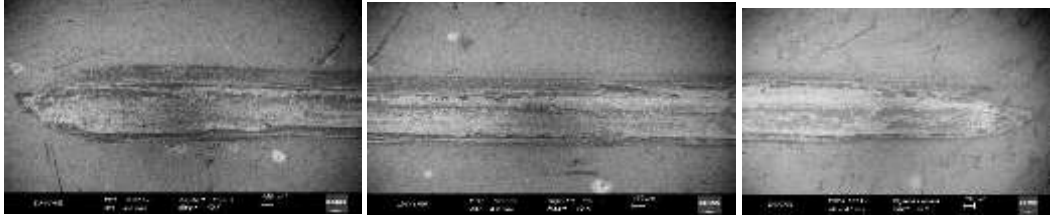


(c)

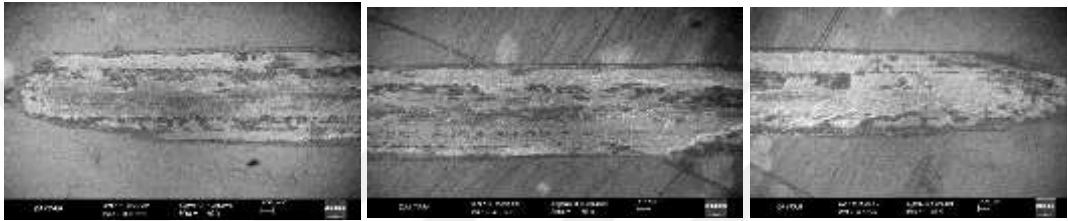
Şekil 49. 30 dakikalık numunenin farklı yüklerdeki aşınma yüzey SEM görüntüleri: (a) 1N yük (b) 2N yük (c) 3N yük



(a)

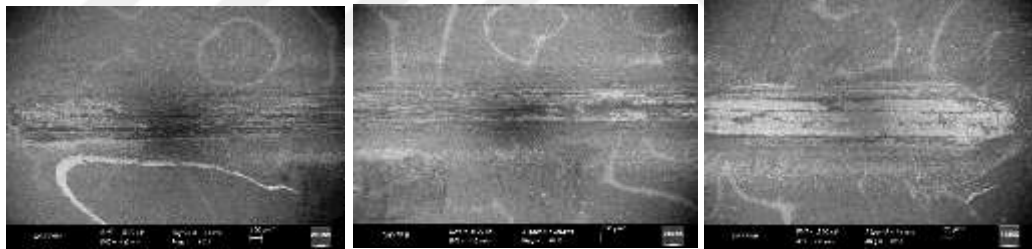


(b)

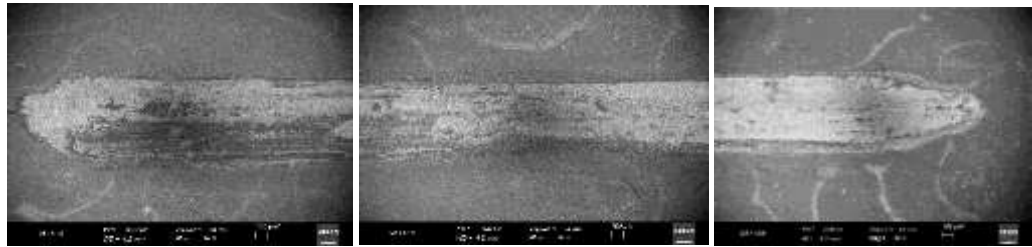


(c)

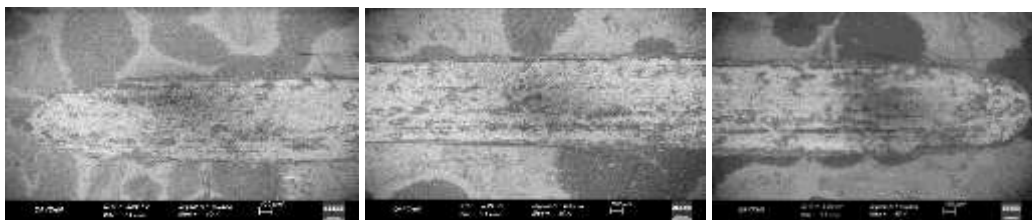
Şekil 50. 60 dakikalık numunenin farklı yüklerdeki aşınma yüzey SEM görüntüleri: (a) 1N yük (b) 2N yük (c) 3N yük



(a)



(b)



(c)

Şekil 51. 90 dakikalık numunenin farklı yüklerdeki aşınma yüzey SEM görüntüleri: (a) 1N yük (b) 2N yük (c) 3N yük

SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında silisyum esaslı taban malzemeler üzerine plazma destekli kimyasal buhar biriktirme yöntemiyle farklı sürelerde metan ve hidrojen gazları kullanılarak grafit büyütme işlemi yapıp başarılı şekilde yağlayıcı yüzeyler oluşturulmuştur. Grafit kaplamasının yapılmasının sebebi yağlayıcı özelliğinden faydalanılarak malzemenin tribolojik özelliklerinden sürtünme ve aşınmanın iyileştirilmesi hedeflenerek aşınma testleri uygulanmıştır. Ayrıca, SEM, Raman, FTIR ve temas açısı ölçüm cihazları da kullanılarak filmlerin karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

Raman spektrumunda grafitte ait sp^2 bantlarına bakıldığında, D bandının yoğunluğu fazla olduğu için bütün numunelerde kusurlar mevcuttur. D bandının yoğunluğu en fazla olan 60 dakikalık numune, en az olan ise 90 dakikalık numunedir. Şekillerdeki üç numuneye bakıldığında G bandının 2 D bandından büyük olmasından dolayı çok tabakalı olduğu anlaşılmaktadır. 30 dakikalık ve 60 dakikalık numunelerin I_D/I_G oranı 1 den büyük olduğu için yapıların grafitik olduğu anlaşılmaktadır. 90 dakikalık numunede I_D/I_G yaklaşık 1 olduğundan dolayı da sp^2 ve sp^3 bağlarının bir arada olduğundan dolayı amorf karbon yapısı olduğu anlaşılmıştır.

FTIR analizinde, grafitin yapısındaki bütün numunelerde dalga boyundaki değerler 1346 cm^{-1} ve 1608 cm^{-1} de olduğundan (C=C) gerilmeleri görülmekte ve grafitte ait fonksiyonel grup ve bağ yapıları görülmüştür. 1.grup, 2.grup ve 3.grup olan üç numunede de dalga boyu 3475 cm^{-1} olduğundan C-H gerilmesi görülür. Spektrumlar sırasıyla $964,989,977,989\text{ cm}^{-1}$ bantlarında olduğundan =C-H düzlem dışı bükülme bölgesine de sahip olduğu görülmüştür. Grafitin kimyasal yapısını üç farklı numunede de koruduğu anlaşılmıştır.

Numunelere ait SEM görüntüleri incelendiğinde kaplamaların aynı işlem sıcaklığında fakat farklı sürelerde tümünün de başarılı olduğu görülmüştür. Fakat 90 dakika kaplanan numunede diğer numunelere kıyasla çatlama olmadığı homojen olduğu ve film kalitesinin, film kalınlığının daha iyi olduğu tespit edilmiştir. 30 dakikalık süre için numunede karbonun birikip grafit oluşturması diğer numunelere göre daha az olduğu SEM görüntüsünden film kalınlıkları ölçümünde görülmüştür. Kaplama kalınlıkları kıyaslandığında 90 dk numune>60 dk numune>30 dk numune şeklinde olduğu görülmüştür. Sentez süresinin artmasıyla kaplama kalınlığı artmış ve bununla bağlantılı olarak aşınma miktarında azalma olmuştur. Ayrıca sentez

süresinin artmasıyla yüzey pürüzlülüğü de artmıştır. Bunun nedeni daha kalın ve düzensiz kaplama meydana gelmesinden dolayıdır.

Temas açısı ölçümlerine bakılıp karşılaştırma yapıldığında işlemsiz numunenin hidrofilik olduğu ve grafitin yalnızca 60 dakikalık numuneye hidrofobiklik kazandırdığı görülmüştür. 30 dakika ve 90 dakikalık numunede temas açısının sabit olmayıp belli bir süre sonra değişmesinden dolayı ıslanabilirliği hakkında kesin bir yorum yapılamamaktadır.

Atmosfer ortamı içerisinde yapılan sürtünme ve aşınma deneyi sonucunda en düşük sürtünme katsayısına sahip değer 90 dakikalık numunede tespit edilmiştir. En yüksek sürtünme katsayısı değeri ise 30 dakikalık numuneden elde edilmiştir. Bütün numuneler için uygulanan yük artıkça numune yüzeyindeki aşınma kesit alanı da artmıştır. Bütün numunelerde 1N yük uygulanan aşınma izi 2N yük uygulanan aşınma izinden daha az, 3N yükteki aşınma izi ise diğer yüklerden daha fazladır. Bütün aşınma izlerine bakıldığında maksimum aşınma beklenildiği gibi grafit kaplanma kalınlığına bağlı olarak en fazla 30 dakika sentezlenmiş olan numunede görülürken en az aşınma ise 90 dakikalık numunede görülmüştür.

Sentezlenen numunelere yapılan analizler sonuçlarına göre grafit filmler PECVD yöntemiyle güvenli bir şekilde kaplama yapıp elde edilebileceğini göstermektedir

Daha sonraki çalışmalarda cam üzerine farklı sıcaklık ve süreler kullanılarak grafitin tribolojik performansına nasıl etki ettiği veya film kalınlığının etkisi araştırılabilir. Ayrıca taban malzemesi olarak cam yerine farklı taban malzemeleri kullanılarak grafit sentezi yapılabilir. Bunların dışında grafit farklı malzemelerle birlikte sentezlenerek kompozit yapılar elde edilebilir. Bu fikirlerden yola çıkılarak birçok araştırmalar yapılabilir.

KAYNAKÇA

- Akhavan, O., Ghaderi, E., Hashemi, E. ve Rahighi, R., 2014. Ultra-sensitive detection of leukemia by graphene, *Nanoscale*, 6 (24), 14810-14819.
- Aytaç, A., 2018. ‘ Fiziksel buhar biriktirme yöntemlerinden PVD ve JVD ince film kaplamaların karşılaştırılması ve DVD kaplama teknolojisinin endüstriyel uygulamaları üzerine kavramsal, akademik ve teorik bir analiz, *Savunma Bilimleri Dergisi*.
- Babalık, F.C., 2006. Makine Elemanları ve Konstrüksiyon Örnekleri..Nobel Yayın Dağıtım, Ankara, 409-424.
- Bagley, J., Yeh, N., Hsu, C., Tseng, W., 2019. Single-step growth of graphene and graphane graphane-based nanostructures by plasma-enhanced chemical vapour deposition, Department of physics, California Institute of Technology, Pasadena, California
- Bhushan, B., 2001. Modern tribology handbook, CRC Press, 1, 1690.
- Boening, K.W., Walter, M. H., 1998. U. Clinical significance of surface activation of silicone impression materials. *J Dentistry*. 447.
- Bozacı, A., 2005 Makine Elemanları Cilt 2, Çağlayan Kitapevi. Beyoğlu-İstanbul.
- Buckley, D.H., 1981. Surface Effects in Adhesion, Friction, Wear, and Lubrication. Elsevier, Netherlands, 114 -116.
- Çakan, A., 2006. ‘AISI 1070 Çeliğinden Üretilen İşlemsiz, Yüzey İşlemli ve Sert Yüzey Kaplamalı Kesici Takımların Mekanik Özelliklerinin, Mikroyapı ve Kesme Performanslarının İncelenmesi’. Doktora tezi, F.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Çakır, M. C., 2006. Modern talaşlı imalatın esasları, Dora Yayıncılık, 2. Baskı, 267.
- Çuhadaroglu, D., ve Kara, E., 2018. Grafit genel değerlendirme, *SDU Teknik Bilimler Dergisi*, Bülent Ecevit Üniversitesi, Zonguldak
- Donnet, C. ve Erdemir., 2004. A. Historical developments and new trends in tribological and solid lubricant coatings, *Surface and Coatings Technology* 180 –181, 76–84.
- Durgun, E., 2003, A study of adsorption single atoms on carbon nanotubes, Yüksek Lisans, Bilkent Üniversitesi, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Ezirmik, V., 2008. Mo-N-Ag Nanokompozit kaplamaların üretimi ve tribolojisi. Doktora tezi, Fen bilimleri enstitüsü, İstanbul.
- Feizi Khanghah, M., 2014. Plazma Polimerizasyonu Tekniği İle Elde Edilen Nano Boyutlarda Polianilin İnce Filmlerin, Elektronik Ve Optik Özelliklerinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Erzurum.
- Flosch, D., Clarotti, G., Geckeler, K. E., Schue, F., & Gopel, W. (1992). Characterization Of Plasma Treated Poly (Hydroxybutyrate) Membrane Surfaces By Esca And Contact-Angle Measurements. *Journal of Membrane Science*,
- Fridman, A., 2008. Plasma chemistry, Cambridge university press, p.185-186.
- Gleason, K. K., 2015. CVD Polymers: Fabrication of Organic Surfaces and Devices, John Wiley & Sons.
- Gül, M., 2008. Yünlü dokuma kumaşların sürtünme özelliklerinin incelenmesi, Yüksek lisans tezi, Fen bilimleri enstitüsü, İstanbul.
- Gürsoy, M., 2019. ‘PECVD yöntemi ile polimerik hidrojel ince filmlerin üretimi’ BEÜ Fen Bilimleri Dergisi, Araştırma makalesi, 1019-1028 s.

- Gürsoy, M., 2018. 'Döner yataklı plazma destekli kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile polimerik nanokaplamaların sentezi', Doktora tezi, Fen bilimleri enstitüsü, S.Ü, Konya.
- Hironaka, S. Boundary Lubrication and Lubricants, Three Bond Technical.
- https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/ppap.201900246?casa_token=hig9pFGFaQEAAAAA%3AgBbWal9_uNdoZ7eOAFs5zMOudbslg9DIQLD46-JYzk-7QhnDAVdMHNSRQFBVZBguV95ZOeS1K3vIyYbQ
- <https://www.nature.com/articles/srep04739>
- İmece, Y., 2013. 'Katı film yağlayıcıların farklı ortam şartlarında tribolojik özelliklerinin incelenmesi', Yüksek lisans tezi, Fen bilimleri enstitüsü, Ankara.
- Jang, H., Ma Y., Jung Kim, G., Pang, C., Chae, H., 2015. Düşük sıcaklık plazma ile geliştirilmiş kimyasal buhar biriktirme işlemi ile cam substratlarda dikey grafen nanosheets bakır destekli doğrudan büyüme, Nano ölçekli rest let.
- Karaman, M., Gürsoy, M., Kus, M., Özel, F., Yenel, E., Sahin, Ö. G. ve Kivrak, H. D., 2017. Chemical and Physical Modification of Surfaces, Surface Treatments for Biological, Chemical, and Physical Applications, 23-66.
- Khanghah, M.F., 2014. Plazma polimerizasyon tekniği ile elde edilen nano boyutlarda polianilin ince filmlerin, elektronik ve optik özelliklerinin araştırılması. Yüksek lisans tezi, Fen bilimleri enstitüsü, Erzurum.
- Kılıçay, K., 2012. AISI 1020 Çeliğinin Frezelenmesinde Katı Yağlayıcı Kullanımının Araştırılması. Yüksek lisans tezi, Fen bilimleri enstitüsü, Eskişehir.
- Kyziol, K., Kaczmarek, Ł., Brzezinka, G., & Kyziol, A., 2014. Structure, Characterization And Cytotoxicity Study On Plasma Surface Modified Ti-6Al-4V And Ti-Ti Alloys. Chemical Engineering Journal, 240, 516-526
- Lansdown, A.R., 2004. Dry bearings and solid lubrication, Lubrication and Lubricant Selection, 153-155.
- Ludema, K.C., 1996. Friction Wear Lubrication A Textbook In Tribology, Crc Press, Florida, 180-186.
- Luo, A., Xu, Yu., Zhou, H., 2020. Evolution of morphology and defects of graphane with growth parameters by PECVD, Suzhou Nnowin Science and Technology, China.
- Oktay, S., 2012. Ti-Re-N ve Cr-Re-N kaplamalarda aşınma deneyi sırasında oluşan katı yağlayıcı filmlerin araştırılması. Yüksek lisans tezi, Fen bilimleri enstitüsü, İstanbul.
- Ozansoy, B., 2007. Biyosensör Olarak Kullanılacak Kuartz Kristal Yüzeylerin Plazma Polimerizasyonu İle Hazırlanması ve Karakterizasyonu, Yüksek lisans tezi, Ankara.
- Özcan, M., 2014. Mikro ark oksidasyon yöntemi ile kaplanmış alüminyum alaşımının aşınma davranışlarının incelenmesi. Yüksek lisans tezi, Fen bilimleri enstitüsü, Elazığ.
- Özenir, U., 2016. Plazma Polimerizasyonu İle Floren Kopolimer İnce Filmlerin Üretilmesi Ve Karakterizasyonları. Yüksek Lisans Tezi, Onsekiz Mart Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Çanakkale.
- Pierson H.O., (1993). Handbook of Carbon, Graphite, Diamonds and Fullerenes, 3 - Graphite Structure and Properties, (Pp.43-69), William Andrew Publishing
- Pierson, H.O., 1999 Handbook of Chemical Vapor Deposition – Principles, Technology and Applications (2nd Edition), New York.

- Poutrel, Q.-A., Wang, Z., Wang, D., Soutis, C. ve Gresil, M., 2017. Effect of pre and post-dispersion on electro-thermo-mechanical properties of a graphene enhanced epoxy, *Applied Composite Materials*, 24 (2), 313-336.
- Qi, j., Zhang, F., Wang, X., Zang, L., Cao, J., Feng, J., 2014. Effect of catalyst film thickness on the structures of vertically-oriented few-layer graphene grown by PECVD, State Key Laboratory of Advanced Welding and Joining, Harbin Institute of Technology, China.
- Renevier, M.N., Hampshire. J., Fox, V.C., Witts, J., Allen, T., Teer, D.G., 2001. Kendinden yağlayıcı sert aşınmaya dirençli MoS₂ esaslı kaplamaların kullanım avantajı. *Mühendis ve Makina Cilt* 49, 580: 13-17.
- Sarı, N. (1998). Klasik Isıl İşlemler ve Modern Yüzey İşlemleri Uygulanmış Ç 1050 Çeliğinin Abrasif+Erozif Aşınma Davranışının İncelenmesi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Shi, C., Zhao, Z., Leii, W., 2013. Growth of graphite film on copper foil by plasma enhanced chemical vapor deposition, School of electronic science and engineering Southeast University, China.
- Sönmezoğlu, S., Koç, M. ve Akın, S., 2012, İnce film üretim teknikleri, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, Cilt 28, Sayı 5, 389-401.
- Stachowiak, 2001,2005.G.W., Batchelor, A.W., “Engineering Tribology”, Butterworth Heinemann, Australia, 11-97.
- Taylan, F., 2009. Sert malzemelerin frezelemesinde takım aşınma davranışlarının belirlenmesi. Doktora tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, 223.
- Temiz, V., 2017. Triboloji sunumu, Makine Elemanları 1, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- Tiyek, İ., Dönmez, U., Yıldırım, B., Alma, M., Ersoy, M., Karataş, Ş., Yazıcı, M., 2016. ‘Kimyasal yöntem ile indirgenmiş grafen oksit sentezi ve karakterizasyonu’, SAÜ Fen Bil Der 20.Cilt, 2.sayı 349-357 s.
- Uçar, T., 2016. ‘Plazma destekli kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile poli(hekzaflorobütil akrilat-co-gliseril metakrilat) nano kaplamaların sentezi ve karakterizasyonu’, Yüksek Lisans Tezi, S.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Ulutan, M., 2007. ‘AISI 4140 Çeliğinin Yüzey Sertleştirme İşlemleri ve Kaplama Yöntemleri Sonrası Mekanik Davranışlarının Araştırılması’, Doktora Tezi, O.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir .
- Varol, Z.. ‘Kimyasal buhar biriktirme slaytı’ Fen bilimleri enstitüsü, Ankara (2014)
- William, A.G., “Materials for Tribology” Elsevier, Ohio, 115-116 s. (1992).
- Yasuda, H. K., 1985. Plasma polymerization, Chapter 10, Academic Press, Orlando, 334-359s.
- Yıldız, M., 2019. Plazma polimerizasyon, plazma oksitlenme/nitrüleme ve dubleks yüzey işlemlerinin ti6al4v alaşımının yapısal ve elektrokimyasal özellikleri üzerine etkisinin araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, Erzurum.
- Zerrin, T., 2014. Elmas benzeri karbon ince filmlerin hazırlanması ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Ankara.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler	
Adı Soyadı:	Hilal Özge ÖZER
Doğum tarihi:	
Doğum Yeri:	
Uyruğu:	
Adres:	
Tel:	
E-mail:	
Eğitim	
Lise:	
Lisans:	
Yüksek Lisans:	
Yabancı Dil Bilgisi	
İngilizce:	