



Experimental measurements of interfacial strength at the nanoscale

Sezer Özerinç^{1,2}

¹Department of Mechanical Engineering, Middle East Technical University, Ankara, 06800, Turkey

²Department of Micro and Nanotechnology, Middle East Technical University, Ankara, 06800, Turkey

Highlights:

- Details of a method for measuring the interfacial shear strengths of nanolayered materials are presented.
- A novel approach has been developed and implemented to make the sample preparation steps more repeatable and effective.
- The method was applied to Cu / Nb nanolayers and consistent results were obtained.
- Interfacial shear strength of nanolayered Cu/Nb is very low compared to the strength of Cu and Nb layers.

Keywords:

- nanolayered materials
- mechanical testing
- interfacial strength
- micropillar compression
- focused ion beam

Article Info:

Research Article

Received: 21.11.2018

Accepted: 05.01.2019

DOI:

10.17341/gazimmfd.486484

Acknowledgement:

This research is supported by TÜBİTAK 3501 CAREER Award under Project No 116M429.

Correspondence:

Author: Sezer Özerinç
e-mail: ozerinc@metu.edu.tr
phone: +90312 210 2548

Graphical/Tabular Abstract

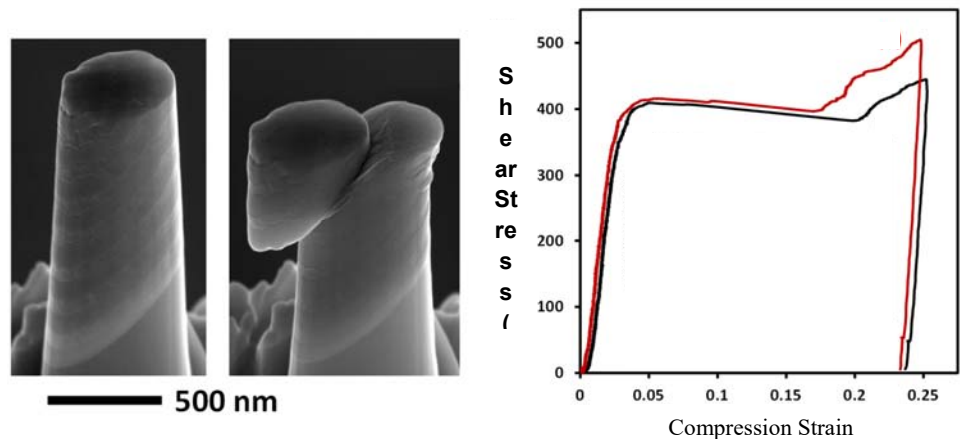


Figure A. On the left, scanning electron microscopy images of a Cu-Nb nanolayered micropillar, before and after compression testing. On the right, shear stress-compression strain plot of two individual micropillars tested.

Purpose: Nanolayered metals are nanomaterials composed of alternating layers of two metals with layer thicknesses below 1 micron. Nanolayered metals are promising for engineering applications due to their superior properties such as high yield strength, thermal stability and radiation resistance. For the development of stronger nanolayers and for obtaining a better understanding of structure-property relationships of these materials, the interfacial strengths of the layers needs to be measured accurately and precisely. Molecular dynamics simulations and experimental measurements indicate that the shear strengths of the interfaces are quite low compared to the yield strength of the layers when the layers are of different crystal structures forming an incoherent interface. However, experimental studies on this subject are very limited and there is very limited information regarding the sample preparation approaches. In this study, details of a method for experimental measurement of shear strength of interfaces are presented.

Theory and Methods:

Alternating copper-niobium layers were produced by physical vapor deposition, micropillar samples were prepared by focused ion beam, and the samples were subjected to compression tests by means of a nanoindenter. Before the sample production, silicon microcylinders were produced by standard lithography techniques which provided a novel approach for reducing the sample production time and cost, and improving the manufacturing repeatability of the samples and the results.

Results:

The micropillars failed through interfacial sliding through the interface, with negligible deformation within the layers. The shear strength results are consistent with experimental data and molecular dynamics simulations available in the literature.

Conclusion:

This work demonstrated an effective approach to the interfacial strength measurements at the nanoscale. The applied method offers a systematic procedure for measuring the adhesion properties of various engineering coatings as well as the interfacial strength of interfaces of multi-phase alloys.



Nanoölçekteki arayüzeylerin kayma dayanımlarının deneysel olarak ölçülmesi

Sezer Özerinç^{1,2*}

¹Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Makina Mühendisliği Bölümü, Ankara, 06800, Türkiye

²Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Mikro ve Nanoteknoloji Bölüm, Ankara, 06800, Türkiye

ÖNEÇİKANLAR

- Nanokatmanlı malzemelerin arayüzey kayma dayanımlarını ölçmeye yönelik bir yöntemin ayrıntıları sunulmuştur
- Numune hazırlık aşamasının daha tekrarlanabilir ve etkili yapılmasına yönelik özgün bir yaklaşım geliştirilmiş ve uygulanmıştır
- Yöntem Cu/Nb nanokatmanlarına uygulanmış ve tekrarlanabilir sonuçlar elde edilmiştir

Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 21.11.2018

Kabul: 05.01.2019

DOI:

10.17341/gazimmfd.486484

Anahtar Kelimeler:

Nanokatmanlı malzemeler,
mekanik ölçümler,
arayüzey dayanımı,
mikrobasma deneyi,
odaklanmış iyon demeti

ÖZET

İki farklı metalin ardışık katmanlar halinde sıralandığı ve katman kalınlıklarının 1 mikronun altında olduğu yapılara nanokatmanlı metallere adı verilir. Nanokatmanlı metallere, yüksek akma dayanımı, ısı stabilite ve radyasyon dayanımı gibi üstün özellikleri nedeniyle mühendislik uygulamaları için gelecek vaat etmektedir. Daha yüksek dayanımlı nanokatmanların geliştirilmesi ve bu malzemelerin içyapı-mekanik özellik ilişkisinin daha iyi anlaşılabilmesi için, katmanların arayüzey dayanımlarının doğru ve hassas bir şekilde ölçülmesi gerekir. Farklı kristal yapısına sahip iki elementin oluşturduğu nanokatmanlı yapılarda, arayüzeylerin kayma dayanımlarının katmanların akma dayanımına göre oldukça düşük olduğuna dair bulgular mevcuttur. Fakat bu konudaki deneysel çalışmalar, ölçümlerin zorluğu nedeniyle oldukça sınırlıdır. Bu çalışmada, arayüzeylerin kayma dayanımlarının deneysel olarak ölçülmesine yönelik bir yöntemin detayları sunulmuştur. Bu amaçla, bakır-niobyum katmanları fiziksel buhar bırakımı ile üretilmiş, odaklanmış iyon demeti aracılığıyla mikrosütun numuneler hazırlanmış, elde edilen numuneler üzerinde bir nanosertlik cihazı aracılığıyla basma testi yapılmıştır. Numune üretimi öncesinde litografi yöntemiyle silisyum mikrosilindir altlıklar üretilmiş ve bu özgün yaklaşım sayesinde numune üretim süresi ve maliyeti kısaltılmış, tekrarlanabilirlik ise artırılmıştır. Elde edilen sonuçlar literatürdeki deneysel verilerle ve moleküler dinamik simülasyonları ile uyumludur. Uygulanan yöntem, nanokatmanların yanı sıra, çeşitli mühendislik kaplamalarının yüzeye yapışma özelliklerini ve çok fazlı yapıların faz arayüzeylerindeki dayanımı ölçmek için de etkili bir yaklaşım sunmaktadır.

Experimental measurements of interfacial strength at the nanoscale

HIGHLIGHTS

- Details of a method for measuring the interfacial shear strengths of nanolayered materials are presented
- A novel approach has been developed and implemented to make the sample preparation steps more repeatable and effective
- The method was applied to Cu / Nb nanolayers and consistent results were obtained

Article Info

Research Article

Received: 21.11.2018

Accepted: 05.01.2019

DOI:

10.17341/gazimmfd.486484

Keywords:

Nanolayered materials,
mechanical testing,
interfacial strength,
micropillar compression,
focused ion beam

ABSTRACT

Nanolayered metals are nanomaterials composed of alternating layers of two metals with layer thicknesses below 1 micron. Nanolayered metals are promising for engineering applications due to their superior properties such as high yield strength, thermal stability and radiation resistance. For the development of stronger nanolayers and for obtaining a better understanding of structure-property relationships of these materials, the interfacial strengths of the layers needs to be measured accurately and precisely. Molecular dynamics simulations and experimental measurements indicate that the shear strengths of the interfaces are quite low compared to the yield strength of the layers when the layers are of different crystal structures forming an incoherent interface. However, experimental studies on this subject are very limited and there is very limited information regarding the sample preparation approaches. In this study, details of a method for experimental measurement of shear strength of interfaces are presented. For this purpose, copper-niobium layers were produced by physical vapor deposition, micropillar samples were prepared by focused ion beam, and the samples were subjected to compression tests by means of a nanoindenter. Before the sample production, silicon microcylinders were produced by standard lithography techniques which provided a novel approach for reducing the sample production time and cost and improving the manufacturing repeatability of the samples and results. The shear strength results are consistent with experimental data in the literature and molecular dynamics simulations. The applied method offers an effective approach to measure the adhesion properties of the various engineering coatings as well as the interfacial strength of the phase interfaces of multi-phase alloys.

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: ozerinc@metu.edu.tr / Tel: +90 312 210 2548
1646

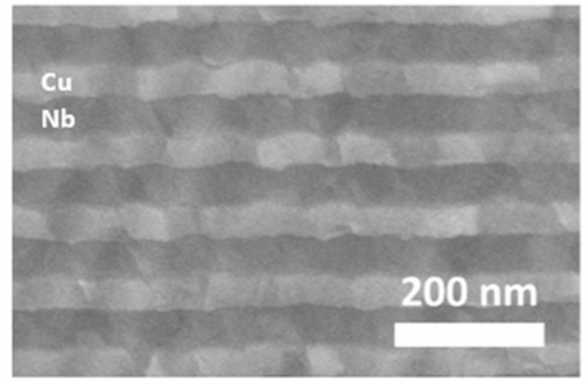
1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Nanoyapılı metallere ve yeni nesil alaşımlar, mühendislik uygulamaları için gelecek vaat eden malzemelerdir [1–3]. Bu malzemeler arasında önemli bir yere sahip olan nanokatmanlı metallere, kalınlığı genellikle 100 nm'nin altında olan ardışık katmanlardan oluşan yapılar [4]. Şekil 1, örnek olarak 50 nm kalınlığına sahip bakır-niobyum katmanlarının (Cu/Nb) taramalı elektron mikroskobu (SEM) kesit görüntüsü sunmaktadır. Bu yapılar geleneksel yöntemlerle üretilen metallere ve metal alaşımlara göre çok yüksek akma dayanımına sahiptirler [5]. Örneğin, 20 nm katman kalınlığına sahip saf Cu/Nb nanokatmanlarının akma dayanımı 1.7 GPa olarak ölçülmüştür [1]. 5 nm katman kalınlığına inildiğinde akma dayanımı 2.4 GPa'a çıkmaktadır [6]. Bu değer endüstride yaygın olarak kullanılan soğuk haddelenmiş bakırın dayanımından yaklaşık 20 kat, 304 paslanmaz çelik dayanımından ise yaklaşık 10 kat fazladır [7, 8]. Benzer yükseklikteki akma dayanımları aynı zamanda demir, nikel, alüminyum gibi metallere de gözlenmiştir [9–11].

Nanokatmanların yüksek akma dayanımları, tane sınırı sertleşmesine benzer bir davranışla açıklanabilir. Bu malzemelerde dislokasyon hareketine engel olan tane sınırlarının yerini, iki metal çifti arasındaki arayüzey almaktadır. Katman kalınlığının azaldıkça artan arayüzey yoğunluğu, dislokasyon hareketini giderek daha fazla kısıtlayarak akma dayanımında artışa neden olmaktadır.

Nanokatmanların akma dayanımı, benzer bir mantıkla yüksek dayanım sağlayan nanokristalli metallere çok üzerindedir. Örneğin, 20 nm tane boyutuna sahip nanokristalli bakırın akma dayanımı 700 MPa civarında iken [12], 20 nm'lik katmanlara sahip Cu/Nb 1.7 GPa'lık bir dayanım göstermektedir [1]. Moleküler dinamik simülasyonları, bu ilave akma dayanımının artışı, Cu ve Nb arasındaki arayüzeyin uyumsuz yapısından kaynaklandığını ortaya koymuştur [13]. Cu ve Nb katmanları, sırasıyla, yüzey merkezli kübik (YMK) ve hacim merkezli kübik (HMK) yapılardan oluşur. Farklı kristal yapıların karşılaştığı arayüzeyin uyumsuz yapısı, dislokasyonlar için ilave bir engel teşkil ederek akma dayanımını tane sınırlarından daha etkili bir şekilde artırmaktadır. Söz konusu arayüzey yapısının bir başka sonucu da, bu malzemelerin arayüzey kayma dayanımının, katmanların dayanımlarına göre oldukça düşük kalmasıdır [13, 14]. Yapılan moleküler dinamik (MD) simülasyonları, bir arayüzeyin kayma dayanımını düşürdüğü, arayüzeydeki dislokasyon geçişinin zorlaştığını göstermektedir [5]. Dolayısıyla, nanokatmanların arayüzeyleri zayıfladıkça, arayüzeye dik yöndeki yüklemelerde dayanımlarının arttığına dair ilginç bir simülasyon öngörüsü mevcuttur [15]. Dolayısıyla nanokatmanlı malzemelerin içyapı-mekanik özelliklerini daha iyi anlamak ve daha üstün nitelikli nanokatmanlar geliştirebilmek için, farklı nanokatmanların arayüzey kayma dayanımlarını doğru ve hassas bir şekilde ölçmek önem taşımaktadır.

Son yıllarda mikroölçekteki numune üretimi ve ölçüm tekniklerinin geliştirilmesi ile, nanomalzemelerin mekanik özelliklerini ölçmek mümkün olmuştur [16, 17]. 2000'li yılların başında geliştirilen ve malzemenin akma dayanımının doğrudan ölçümüne olanak veren mikrobasma deneyleri, giderek yaygınlaşarak kullanılmaktadır [18]. Bu deneylerde genellikle odaklanmış iyon demetiyle hazırlanan bir mikrosilindire, düz elmas uç takılmış bir nanosertlik cihazı aracılığıyla basma testi uygulanır. Elde edilen kuvvet-deplasman eğrisi, geleneksel basma deneylerine benzer şekilde gerilim-gerinim eğrisine çevrilerek malzemenin mekanik davranışı ile ilgili çeşitli bilgiler elde edilir.



Şekil 1. 50 nm katman kalınlığına sahip bakır-niobyum nanokatmanlı yapının SEM kesit görüntüsü. (Cross-sectional SEM images of Cu/Nb nanolayers with a layer thickness of 50 nm).

Bu çalışmada, nanokatmanlı malzemelerin arayüzey kayma dayanımlarını belirlemeye yönelik olarak geliştirilen modifiye edilmiş bir mikrobasma deneyinin numune hazırlama ve ölçümleri sunulmuştur. Daha önce benzer arayüzey ölçümleri, çok sınırlı sayıda da olsa yapılmıştır [14, 19], fakat tekrarlanabilir sonuçlar elde etmede büyük önem taşıyan numune hazırlanması konusuna yoğunlaşan herhangi bir çalışma mevcut değildir. Bu çalışmada, literatürde ilk defa, litografi yöntemlerinden faydalanılarak hazırlanan altlıklar aracılığıyla, numune hazırlığı süreci kısaltılmış ve daha tekrarlanabilir bir yaklaşım geliştirilmiştir.

2. MALZEME VE METOD (MATERIALS AND METHODS)

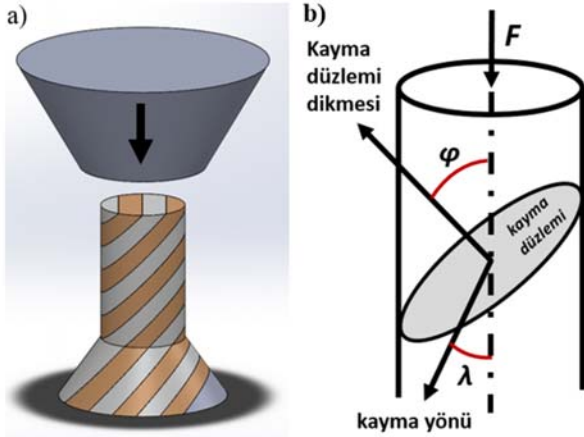
2.1. Arayüzey Kayma Dayanımı Ölçüm Geometrisi (Interfacial Shear Strength Measurement Geometry)

Mikrobasma testlerinin şematiği Şekil 2'de gösterilmektedir. Kesik koni geometrisine sahip bir elmas uç, silindirik geometrisine sahip mikrosütun numuneye giderek artan bir kuvvet uygulamakta ve ilgili kuvvet ve deplasman nanosertlik cihazı tarafından ölçülmektedir. Şekilde farklı renklerle ifade edilen Cu ve Nb katmanları ve arayüzeyler, basma eksenine göre 45 derece açı yapmaktadır (Şekil 2a). Cu/Nb nanokatmanlarında arayüzeylerin kayma dayanımı her bir katmanın kendi akma dayanımından düşük olduğu

için, katmanlar plastik şekil değiştirmeye uğramadan önce arayüzeyde kayma gerçekleşir [20]. Elde edilen kuvvet deplasman eğrisinden arayüzey kayma dayanımı aşağıdaki ifade ile hesaplanır.

$$\tau = \frac{F \cos(\lambda)}{\pi r^2 / \cos(\phi)} \quad (1)$$

Yukarıdaki denklemde τ arayüzeyin kayma dayanımı, F kayma noktasındaki basma kuvveti, λ kayma yönü ile yüklem eksenini arasındaki açı, ϕ arayüzey dikmesi ile yüklem eksenini arasındaki açı, r ise mikrosütunun yarıçapıdır. İlgili açılar Şekil 2b'de gösterilmektedir. 45 derecelik katman geometrisi nedeniyle bu çalışmadaki numunelerde ϕ 45 derecedir. Her bir katman kendi içinde nanokristalli bir yapıya sahip olduğundan kayma dayanımı arayüzey düzleminde yöne bağlı değildir, dolayısıyla λ açısı da, en düşük gerilimde kaymayı sağlayan 45 derece değerini almaktadır [14].



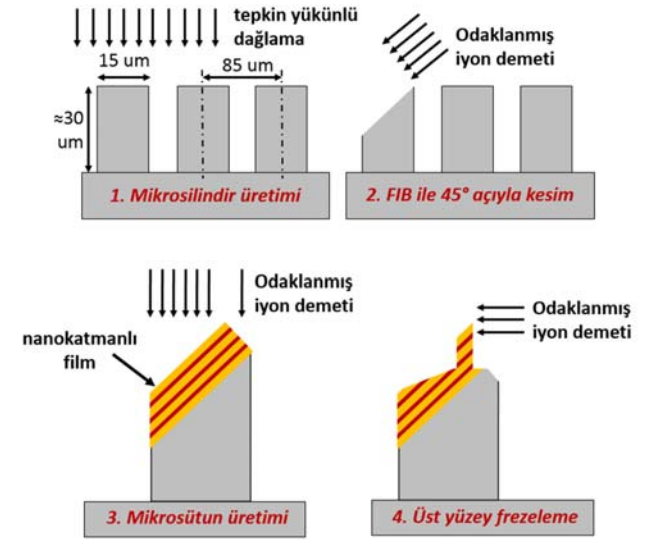
Şekil 2. a) Arayüzey kayma dayanımı ölçümüne yönelik mikrobasma deneyi geometrisi. b) Arayüzey düzlemi ve kayma yönünü açıklayan şematik. ((a) Micropillar compression configuration for interfacial shear strength measurements. (b) A schematic demonstrating the geometric relationships between the loading axis and the shear surface.)

2.2. Numune Üretim Aşamaları (Sample Production Stages)

Numuneye son şeklini verme sürecindeki odaklanmış iyon demeti kullanımı, tüm mikrobasma deneyi numune üretimlerindeki ortak noktadır. Odaklanmış iyon demeti (focused ion beam, FIB) SEM'e benzer bir prensiple çalışır ve numune üzerine elektron demeti yerine galyum iyonlarından oluşan bir iyon demeti gönderir. Galyum iyonları temas ettikleri yüzeydeki atomları saçırma yöntemiyle yüzeyden koparırlar, dolayısıyla mikro ölçekte bir frezeleme imkânı verirler. FIB zaman alan ve masraflı bir uygulama olduğu için bu cihazın kullanımını minimumda tutmak hedeflenir. Bu çalışmayı benzer çalışmalardan ayıran en önemli ve özgün unsur, numune üretim aşamasında söz konusu odaklanmış iyon demeti kullanımını minimuma indirmesi, numunenin iç yapısına zarar veren kesme ve

parlatma işlemlerini ortadan kaldırması ve çok yüksek tekrarlanabilirliğe sahip numune üretimine olanak vermesidir. Şekil 3, söz konusu üretim aşamalarını şematik olarak özetlemektedir.

İlk adım olarak tek kristalli silisyum pullar üzerinde $15 \mu\text{m}$ çapında ve $30 \mu\text{m}$ yüksekliğinde silisyum mikrosilindirler üretilmiştir. İkinci adımda silisyum mikrosilindirlerden gerekli sayıda mikrosilindir tepesi, odaklanmış iyon demeti aracılığıyla 45 derece açıyla kesilmiştir. Ardından 45 derecelik eğime sahip mikrosilindirlerin yüzeyi nanokatmanlı numune ile fiziksel buhar bırakımı yöntemiyle kaplanmıştır. Filmle kaplanmış mikrosilindirler, ortalarında 500 nm çapında ve $1 \mu\text{m}$ yüksekliğinde nanokatmanlı birer mikrosütun kalacak şekilde FIB ile frezelenmiştir. Son olarak üst yüzeydeki eğimi gidermek için odaklanmış iyon demetiyle üst yüzey traşlanmıştır.



Şekil 3. Arayüzey kayma dayanımı ölçümüne yönelik numune hazırlama prosedürü. 2. ve 3. aşamalar arasında fiziksel buhar bırakımı ile nanokatmanlı numune kaplaması yapılmaktadır.

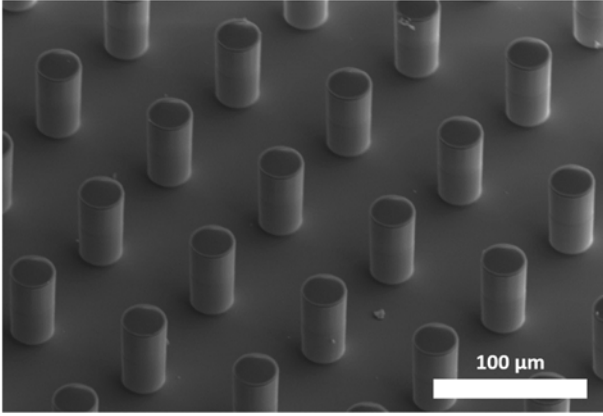
(Specimen preparation procedure for the interfacial shear strength measurements. There exists a nanolayer coating process in between steps 2 and 3.)

Geliştirilen yaklaşım sayesinde mikrosütun numuneler, birbirlerinden belirli uzaklıktaki silisyum mikrosilindirler üzerinde üretilmiştir. Bu sayede sadece $15 \mu\text{m}$ 'lik silisyum mikrosilindirlerin çevre bölgesinin frezelenmesi yeterli olmuştur. Mikrosilindir yapının mevcut olmadığı durumda, deney esnasında geniş çapa sahip elmas ucun kenarlarının numune yüzeyine çarpmasını engellemek için mikrosilindir etrafında beş kata varan oranda daha fazla malzemenin frezelenmesi gerekmektedir. İkinci bir önemli nokta da, düz bir altlığın kullanılması durumunda, numunenin kenar bölgesinde 45 derecelik açı ile bir kesme ve parlatma işleminin gerekliliğidir. Yüksek iç gerilmeye ve buna bağlı olarak yüzeye düşük bir yapışmaya sahip nanokatmanlar, bu parlatma işleminde genelde altlıktan kolayca ayrılmaktadır.

Ayrıca, mikrosütun numuneler parlatma işleminin yapıldığı bölgenin hemen bitişiğinde hazırlanmak zorunda olduğundan, söz konusu parlatma esnasında kaplamanın geçirdiği soğuk işlemin etkisi, deneysel sonuçları etkilemektedir.

2.3. Altlık Üretimi (Base Production)

Mikrosilindirlerin üretimi, standart fotolitografi tekniklerini esas almıştır. Üretimde 500 µm kalınlığında ve 10 cm çapında tek kristalli silisyum pullar kullanılmıştır. Pullar öncelikle fotorezist ile örüntülenmiş ve mikrosilindirler STS Pegasus ICP-DRIE derin tepkin yükünlü dağlama cihazıyla yaklaşık 50 µm derinliğe kadar dağlama yapılarak elde edilmiştir. Ardından pullar üzerindeki fotorezist önce aseton ile temizlenmiş ve yüzeyde kalan kalıntılar piranha çözeltisi ile ortadan kaldırılmıştır. Üretilen silindirlerin SEM görüntüsü Şekil 4'te verilmektedir.



Şekil 4. Numune altlığı olarak üretilen tek kristalli silisyum mikrosilindirlerin SEM görüntüsü. (SEM images of the silicon microcylinders fabricated as substrates).

2.4. Nanokatmanlı Numune Üretimi (Nanocatalyst Sample Production)

Üretilen numunelerin üst bölgelerinin 45 derecelik açıyla, FIB kullanılarak frezelenmesinin ardından, kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Kaplamalar bir fiziksel buhar bırakımı yöntemi olan magnetron saçırma tekniği ile gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla VAKSİS üretimi iki tabancalı bir saçırma sistemi kullanılmıştır. Numuneler yüklendikten sonra kazanın vakum seviyesi 1×10^{-7} Torr'un altına inene kadar beklenmiş ve kaplamalar 2.2×10^{-3} Torr Ar gazı basıncına sahip vakum ortamında yapılmıştır. Kaplamalar için saf Cu (%99.99) ve saf Nb (99.99%) saçırma plakaları kullanılmıştır.

Nanokatmanlı kaplamalar yapılmadan önce, düz silisyum pullar üzerinde yaklaşık 1 µm kalınlığında saf Cu ve saf Nb kaplamalar yapılmış ve kaplama kalınlıkları bir profilometre aracılığıyla ölçülerek tabanca gücü, süre ve kaplama hızı kalibrasyonları yapılmıştır. Ardından katman kalınlığı 50 nm olan ve toplam kalınlığı 3 µm olan Cu/Nb nanokatmanlar kaplanmıştır. Bu amaçla Cu ve Nb yerleştirilen saçırma

tabancaları ardışık olarak çalıştırılmıştır. Üretilen kaplamanın kesiti FIB aracılığıyla incelenmiştir. Şekil 5 bu kapsamdaki SEM görüntülerini göstermektedir.

2.5. Mikrosütun Numune Üretimi (Sample Production)

Mikrosütun numuneler FEI Nova 600 Nanolab FIB ile üretilmiştir. Öncelikle, silisyum mikrosilindirinin tamamını içine alacak şekilde, 15 µm dış çapa ve 6 µm iç çapa sahip halka şeklinde bir geometri, yaklaşık 30 nA'lık bir iyon demeti ile frezelenmiştir. Bu sayede elde edilen büyük çaplı mikrosütun, giderek küçülen iyon demeti akımı değerleri kullanılarak ve frezelenen alanın dış çapı ve iç çapı kademeli olarak düşürülerek işlenmiştir. Son olarak yaklaşık 100 pA'lık bir akıma sahip iyon demeti ile, iç çap 600 nm olacak şekilde işleme yapılmış, bu işlem dış çapı yaklaşık 500 nm olan numuneleri ortaya çıkarmıştır. Bu işlemin ardından elde edilen numunelerin üst yüzeyi 45 derecelik bir açıya sahip olduğundan, bir sonraki aşamada numune doksan derece çevrilerek üst yüzeyin yaklaşık 500 nm'lik kısmı traşlanmış, böylece düzgün bir silindir geometrisi elde edilmiştir. Üretilen nanokatmanlı mikrosütun numunelerden ikisi Şekil 6'da gösterilmektedir. Geliştirilen yöntem ile, küçük ölçekte üstesinden gelmesi oldukça zor olan tekrarlanabilir numune üretimi başarılmıştır.

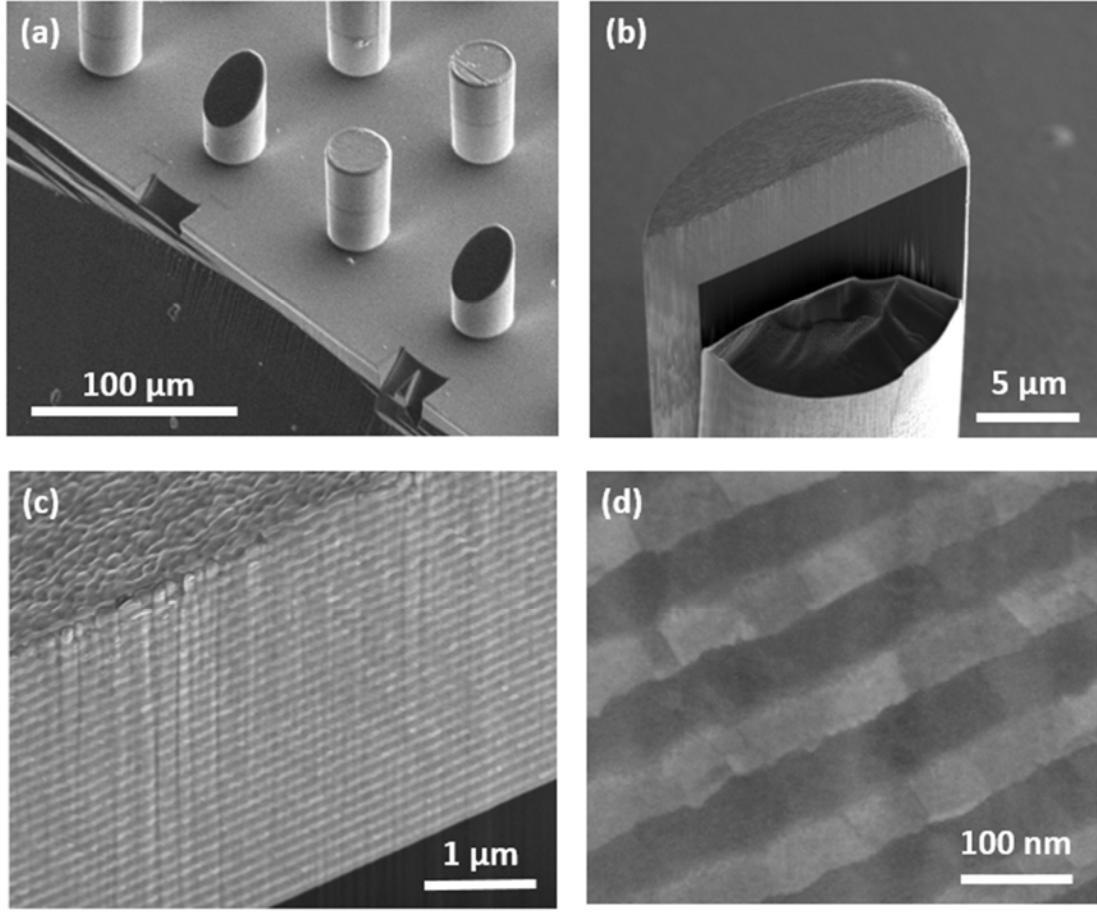
2.6. Mekanik Ölçümler (Mechanical Measurements)

Mekanik ölçümler için Agilent G200 nanosertlik cihazı kullanılmıştır. Bu amaçla cihaza 90 derecelik açıya sahip ve ucunda 10 µm çapında düz yüzey bunan kesik koni geometrisindeki bir elmas uç takılmıştır. Cihaz numuneleri 3 nm/s'lik bir deplasman hızında test etmiştir. Aynı geometride 5 farklı numune üretilmiştir.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR (RESULTS AND DISCUSSION)

Şekil 6 iki farklı mikrobasma numunesini ve ilgili mühendislik kayma gerilimi-basma gerinimi eğrilerini göstermektedir. Elektron mikroskobu görüntüleri katmanlar arasındaki kaymayı net olarak ortaya koymaktadır. Söz konusu kayma hareketi sadece bir katmanda gerçekleşmiş ve numunenin bu katmanın altında ve üstünde kalan kısımları önemli bir şekil değiştirmeye uğramamıştır.

Kayma yönü ve katmanların açısı göz önüne alındığında, Denklem (1)'de ϕ ve λ açılarının 45 derece olduğu görülmektedir. Bu açılar kullanılarak ve numunenin başlangıç çapı ve yüksekliği elektron mikroskobu görüntülerinden hesaplanarak, kuvvet-deplasman verisi kayma dayanımı-normal gerinim eğrisine çevrilmiştir. Burada kayma dayanımı, kaymanın gerçekleştiği yüzeydeki kayma gerilimine denk gelmektedir. Elde edilen kayma dayanımı-normal gerinim eğrisi, Şekil 6(a) ve 6(b)'de gösterilen her iki numune için de Şekil 6(c)'de sunulmuştur. Makro ölçekteki geleneksel ölçümlere benzer şekilde, numunenin başlangıçta lineer elastik bir davranış gösterdiği görülmektedir. Ardından plastik deformasyon başlamış ve



Şekil 5. Numunelerin SEM ve FIB ile elde edilmiş kesit görüntüleri. a) 45 derecelik açı ile kesilmiş silisyum mikrosütunların kaplama sonrası görüntüsü. b) Kaplama yapılmış bir mikrosütunun kesiti. c) Cu/Nb katmanlarının genel görünümü. d) Cu/Nb katmanlarının yakınlaştırılmış görünümü.
(SEM and FIB cross-sectional view of the samples. (a) Silicon microcylinders with 45 degree tilted top surfaces upon coating. (b) A cross-sectional view of a coated microcylinder. (c) An overview of the Cu/Nb coating cross-section. (d) A close-up view of the Cu/Nb layers.)

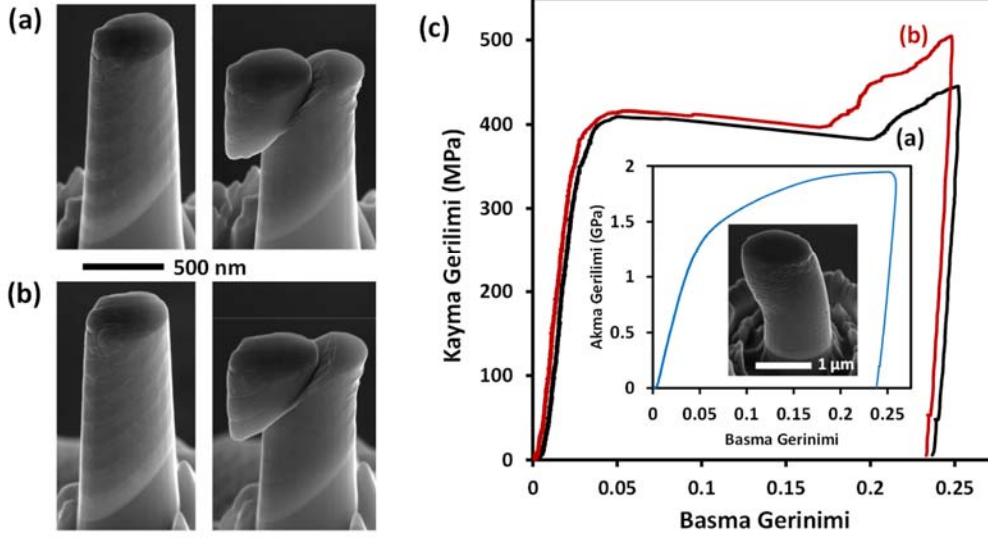
kısa bir süre sonra arayüzeydeki mühendislik kayma gerilimi azalmaya başlamıştır. Bu tür kayma gerilimleri altında arayüzeyleri inceleyen MD simülasyonu sonuçlarından, arayüzeylerin gerinim sertleşmesi veya yumuşaması göstermediği ve dayanımın büyük ölçüde aynı kaldığı bilinmektedir [21]. Dolayısıyla gözlemlenen mühendislik gerilimi azalmasının kayma yüzeyinde yükü taşıyan alanın azalmasına bağlı olduğu düşünülmektedir. Gözlemlenen davranış geleneksel ölçümlerdeki boyun verme davranışının deneysel veride yol açtığı değişim ile benzerlik göstermektedir.

Numunenin kayma davranışı arayüzey üzerinde ve çok ince bir bölgede gerçekleştiği için, malzemenin bölgesel olarak maruz kaldığı gerçek kayma gerilimi hesaplamak mümkün olmamıştır. Bu nedenle kayma geriliminin basma yönündeki gerinime göre değişimi sunulmuştur. Yaklaşık olarak %20'lik bir gerinime denk gelen bölgede, mühendislik kayma geriliminde ani bir artış gözlemlenmiştir. Bunun nedeni, elmas ucun bu noktada, Şekil 6'da sarı ok ile işaretlenmiş bölgeye temas etmesidir. Elektron mikroskobu görüntüsünden de görülebileceği gibi, elmas ucun

gereğinden fazla ilerlemesi sonucu bu bölge de son aşamada plastik şekil değiştirmeye uğramıştır ve kuvvet eğrisinde yapay bir artışa sebep olmuştur.

Elde edilen sonuçlar, yaklaşık 400 MPa'lık bir kayma dayanımına işaret etmektedirler. Bu değeri aynı katman kalınlığına sahip Cu/Nb'un akma dayanımı ile karşılaştırmak için, katmanları yatay düzlemde yer alan ilave bir numune hazırlanmıştır. Bu numune, katman düzlemine dik olacak şekilde yüklenmiş ve Şekil 6(c)'deki ek grafikte gösterilen gerilim-gerinim eğrisi elde edilmiştir. Sonuçlar yaklaşık 1.3 GPa'lık bir akma dayanımına işaret etmektedir ve önceki çalışmalarda öngörülen 1.5 GPa'lık değere yakındır [1]. Elde edilen 1.3 GPa'lık akma dayanımından hareketle, katmanların kendi içlerindeki 45 derecelik düzlemlerde kayma dayanımı 650 MPa olarak hesaplanabilir. Ölçülen kayma dayanımının bu hesaplanan değerden yaklaşık %40 düşük olması, incelenen nanomalzemenin düşük arayüzey kayma dayanımını göstermektedir.

Daha önce yapılan deneysel çalışmalarda Misra vd. numune boyutlarına göre 300 MPa ile 550 MPa değişen aralıkta



Şekil 6. a) b) İki farklı mikrosütun numunenin basma deneyi öncesi ve sonrası SEM görüntüleri. c) a ve b)'de gösterilen numunelerin denklem (1) aracılığıyla hesaplanmış kayma gerilimi-basma gerinimi eğrileri. c)'nin içerisindeki ek grafik, katmanları basma yönüne dik olan numunenin deney sonrası SEM görüntüsünü ve ilgili gerilim-gerinim eğrisini göstermektedir ((a) (b) SEM images of two micropillar specimens before and after compression testing. (c) Interfacial sliding stress vs. compressive strain plots of the two specimens shown in a and b. Inset of (c) shows the SEM image of the tested sample with layers perpendicular to the loading direction and the associated stress-strain data.)

kayma dayanımları bulmuşlardır [20]. Moleküler dinamik simülasyonu çalışmalarında ise katmanların arayüzey yapısına doğrudan etki eden kristalografik doğrultulara ve kayma yönüne bağlı olarak, 100 MPa ile 1000 MPa arasında değişen çok farklı kayma dayanımları hesaplanmıştır [13]. Üretilen numunelerin ortalama tane boyutunun 90 nm olduğu düşünülürse, 500 nm çapındaki numunenin bir katmanında farklı kristalografik yöne sahip yaklaşık 30 kristal olduğu tahmin edilebilir. Yükleme anından her bir kristal tek başına belirli yönlerde kaymayı tercih etse de, geometrik uyumluluk gereksinimi nedeniyle tüm katmanın kayma süreci ortalama bir gerilimde ve en düşük enerji gerektiren kayma yönü olan 45 derecelik λ' 'da gerçekleşmektedir. Bu da kayma dayanımının alabileceği sınır değerlerin arasında olmak kaydıyla ortalama bir değer almasına sebep olmaktadır.

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Yapılan çalışma, arayüzey kayma dayanımı ölçümleri için son yıllarda geliştirilmiş bir deneysel yöntemi uygulamak amacıyla, sistematik ve tekrarlanabilir bir numune üretim süreci geliştirmiştir. Deneylerin başarısı ve tekrarlanabilirliği, model olarak kullanılan Cu/Nb sistemi için gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlar literatürdeki deneysel veriler ve moleküler dinamik simülasyonu öngörülerine uyumludur.

Geliştirilen yöntem, sadece metal nanokatmanları için değil, küçük ölçekte arayüzeye sahip birçok farklı yapı için de etkili bir deneysel yaklaşım sunmaktadır. Ölçüm prensibinin temel gereksinimi, arayüzeylerin kayma dayanımının,

malzemenin iç kayma dayanımından düşük olmasıdır. Örneğin sert metal nitrür kaplamalar aşınma dayanımı artırıcı uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadırlar, ve bu kaplamaların ömrünü azaltan en önemli etmenlerden biri kaplamanın yüzeye olan yapışmasının sınırlı olmasıdır. Önerilen ölçüm yöntemiyle, farklı kaplamaların ve kaplama parametrelerinin yüzey yapışmasına etkisi doğrudan belirlenebilir. Ayrıca iki fazlı çeliklerin faz arayüzeyleri ve farklı kemik dokularının birleştiği arayüzeyler de tam olarak anlaşılabilen mekanik davranışları gösteren yapılara örnektir. Geliştirilen yöntem bu ve bunun gibi birçok farklı yapıyı da incelemek için bir fırsat sunmaktadır.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Bu çalışma TÜBİTAK 3501 programı kapsamındaki 116M429 no'lu proje tarafından desteklenmiştir.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Kara Y., Akbulut H., Mechanical behavior of helical springs made of carbon nanotube additive epoxy composite reinforced with carbon fiber, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 32 (2), 417–427, 2017.
2. Şimşek B., Dilmac Ö.F., Main effects analysis of graphene grown by chemical vapor deposition using orthogonal arrays, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 33 (2), 649–663, 2018.
3. Örnek O., İyigör, A., Arıkan, N., Mechanical and dynamical properties of Co_3Al and Co_3Ta alloys in L12

- phase, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 32 (2), 377–384, 2017.
4. Misra A., Hirth J.P., Hoagland R.G., Length-scale-dependent deformation mechanisms in incoherent metallic multilayered composites, *Acta Materialia*, 53 (18), 4817–4824, 2005.
 5. Wang J., Zhou Q., Shao S., Misra A., Strength and plasticity of nanolaminated materials, *Materials Research Letters*, 5 (1), 1–19, 2017.
 6. Mara N.A., Bhattacharyya D., Dickerson P., Hoagland R.G., Misra A., Deformability of ultrahigh strength 5 nm Cu/Nb nanolayered composites, *Applied Physics Letters*, 92 (23), 231901, 2008.
 7. Mangonon P.L., Thomas G., Structure and properties of thermal-mechanically treated 304 stainless steel, *Metallurgical Transactions*, 1 (6), 1587–1594, 1970.
 8. Reed R.P., Mikesell R.P., *Low Temperature Mechanical Properties of Copper and Selected Copper Alloys*, National Bureau of Standards, Colorado, USA, 1967.
 9. Misra A., Verdier M., Lu Y.C., Kung H., Mitchell T.E., Nastasi M., Embury J.D., Structure and mechanical properties of Cu-X (X = Nb, Cr, Ni) nanolayered composites. *Scripta Materialia*, 39 (4–5), 555–560, 1998.
 10. Shingu P.H., Ishihara K.N., Otsuki A., Daigo I., Nano-scaled multi-layered bulk materials manufactured by repeated pressing and rolling in the Cu–Fe system. *Materials Science and Engineering: A*, 304–306, 399–402, 2001.
 11. Fu E.G., Li N., Misra A., Hoagland R.G., Wang H., Zhang X., Mechanical properties of sputtered Cu/V and Al/Nb multilayer films, *Materials Science and Engineering A*, 493 (1–2), 283–287, 2008.
 12. Özerinç S., Tai K., Vo N.Q., Bellon P., Averback R.S., King W.P., Grain boundary doping strengthens nanocrystalline copper alloys, *Scripta Materialia*, 67 (7), 720–723, 2012.
 13. Wang J., Hoagland R.G., Hirth J.P., Misra A. Atomistic simulations of the shear strength and sliding mechanisms of copper–niobium interfaces, *Acta Materialia*, 56 (13), 3109–3119, 2008.
 14. Mao S., Özerinç S., King W.P., Averback R.S., Dillon S.J., Effect of irradiation damage on the shear strength of Cu–Nb interfaces, *Scripta Materialia*, 90–91, 29–32, 2014.
 15. Wang J., Hoagland R.G., Liu X.Y., Misra A. The influence of interface shear strength on the glide dislocation–interface interactions, *Acta Materialia*, 59 (8), 3164–3173, 2011.
 16. Oliver W.C., Pharr G.M., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research*, 7 (6), 1564–1583, 1992.
 17. Uchic M.D., Dimiduk D.M., A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing, *Materials Science and Engineering: A*, 400–401, 268–278, 2005.
 18. Uchic M.D., Shade P.A., Dimiduk D.M., Plasticity of Micrometer-Scale Single Crystals in Compression, *Annual Review of Materials Research*, 39 (1), 361–386, 2009.
 19. Liu X., Hao R., Mao S., Dillon S.J., Shear strengths of FCC-FCC cube-on-cube interfaces, *Scripta Materialia*, 130, 178–181, 2017.
 20. Li N., Mara N.A., Wang J., Dickerson P., Huang J.Y., Misra A., Ex situ and in situ measurements of the shear strength of interfaces in metallic multilayers, *Scripta Materialia*, 67 (5), 479–482, 2012.
 21. Zhou J., Averback R.S., Bellon P., Stability and amorphization of Cu–Nb interfaces during severe plastic deformation: Molecular dynamics simulations of simple shear, *Acta Materialia*, 73, 116–127, 2014.