



KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**NİTRÜRLENMİŞ H13 ÇELİĞİ YÜZEYİNE KAPLANAN TİAİZrN TABAKASININ
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Makina Mühendisi Yaşar SERT

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce

"MAKİNA YÜKSEK MÜHENDİSİ"

Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 24 / 05 / 2016

Tezin Savunma Tarihi : 09 / 06 / 2016

Tez Danışmanı : Doç. Dr. Tefik KÜÇÜKÖMEROĞLU

Trabzon 2016

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Makina Mühendisliği Anabilim Dalında
Yaşar SERT tarafından hazırlanan**

**NİTRÜRLENMİŞ H13 ÇELİĞİ YÜZEYİNE KAPLANAN TiAlZrN TABAKASININ
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 24 / 05 / 2016 gün ve 1654 sayılı
kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda
YÜKSEK LİSANS TEZİ
olarak kabul edilmiştir.**

Jüri Üyeleri

Başkan : Doç. Dr. Tevfik KÜÇÜKÖMEROĞLU

Üye : Doç. Dr. Yasin ALEMDAĞ

Üye : Yrd. Doç. Dr. Özlem BARAN



Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ

Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

Alüminyum alaşımları, korozyon ve ani darbelere karşı dayanımı, ısıyı ve elektriği iyi iletimleri ve işlenebilme kolaylığı gibi avantajlarından ötürü endüstride pek çok alanda yaygın kullanım alanına sahip olmaktadır. Alüminyum ürünlerini elde etmek için kullanılan başlıca yöntem ekstrüzyon yöntemidir. Endüstride ekstrüzyon işlemlerinde karşılaşılan sorunlar incelendiğinde, başlıca sorunun kalıp aşınması olduğu görülmektedir. Karşılaşılan bu sorunun çözümüne yönelik, kalıp olarak kullanılan malzeme yüzeyine ısıtma işlemleri, nitrürlenme, sert ince film tabaka kaplama ve son yıllarda kullanımı yaygınlaşan ‘dubleks’ işlem olarak bilinen nitrürlenme+kaplama işlemleri uygulanmaktadır.

Bu çalışmada, alüminyum alaşımlarının imalatında kullanılan ekstrüzyon kalıplarının aşınma sorunlarına çözüm bulabilmek adına yapılan literatür araştırmalarının neticesinde kalıpların kullanım ömürlerini artırmak amacıyla nitrürlenmiş çelik malzeme yüzeyine bir kaplama işlemi uygulanması ve kaplama işlemi sırasında farklı parametreler kullanılarak bu kaplamanın geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçlar doğrultusunda geliştirilen kaplama malzemesinin yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri incelenmiştir.

Bu çalışmanın başlangıcından, elde edilen son haline kadar her aşamasına ilgisi ve tecrübesiyle katkıda bulunan saygıdeğer danışman hocam Sayın Doç. Dr. Tevfik KÜÇÜKÖMEROĞLU’na teşekkürlerimi sunarım. Kaplama işlemlerinde ve kullanılan parametrelerin karakterizasyon çalışmalarında yapmış olduğu yardımlardan ötürü Sayın Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU’na, deneysel çalışmalarında hesaplama ve yorumlamalarındaki katkılarından dolayı Sayın Yrd. Doç. Dr. Levent KARA’ya ve üretilen kaplamaların nanosertlik ölçümlerindeki yardımlarından dolayı Sayın Doç. Dr. Şengül DANIŞMAN’a teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca desteklerini esirgemeyen aileme teşekkür ederim.

Yaşar SERT
Trabzon 2016

TEZ ETİK BEYANNAMESİ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “NİTRÜRLENMİŞ H13 ÇELİĞİ YÜZEYİNE KAPLANAN TiAlZrN TABAKASININ TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ” başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Doç. Dr. Tevfik Küçükömeroğlu'nun sorumluluğunda tamamladığımı, verileri/örnekleri kendim topladığımı, deneyleri/analizleri ilgili laboratuvarlarda yaptığımı/yaptırdığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.

09/06/2016

Yaşar SERT

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ.....	III
TEZ ETİK BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER.....	V
ÖZET	VIII
SUMMARY	IX
ŞEKİLLER DİZİNİ	X
TABLolar DİZİNİ.....	XVI
SEMBOLLER DİZİNİ	XVIII
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş	1
1.2. Triboloji, Sürtünme ve Aşınma Sistemleri.....	2
1.2.1 Sürtünme.....	3
1.2.1.1. Kuru Sürtünme	4
1.2.1.2. Sıvı sürtünme.....	5
1.2.2. Aşınma ve Aşınma Mekanizmaları	6
1.2.2.1. Adezyon Aşınması.....	7
1.2.2.2. Abrazif Aşınma.....	8
1.2.2.3. Yorulma Aşınması.....	9
1.2.2.4. Korozyon Aşınması	10
1.3. İnce Film Kaplamaların Büyüme Mekanizmaları ve Kaplama Yapıları.....	11
1.4. Endüstriyel Amaçlı Sert Kaplamalar ve Gelişmeler.....	16
1.4.1. TiN Kaplamalar	17
1.4.2. ZrN Kaplamalar	18
1.4.3. TiZrN Kaplamalar	20
1.4.4. TiCN Kaplamalar	20
1.4.5. TiAlN Kaplamalar	21
1.4.6. TiAlVN Kaplamalar	23
1.5. Kaplama Üretiminde Kullanılan Yöntemler.....	24
1.5.1. Buhar Fazında Kaplama Teknikleri.....	24

1.5.1.1	Fiziksel Buhar Kaplama Teknikleri.....	25
1.5.1.1.1.	Buharlaştırma Tekniđi	27
1.5.1.1.2.	Sıçratma Tekniđi.....	29
1.5.1.1.2.1.	Dođru Akım Diyot Sıçratma	31
1.5.1.1.2.2.	Dođru Akım Triyot Sıçratma.....	32
1.5.1.1.2.3.	Radyo Frekans Sıçratma	33
1.5.1.1.2.4.	Reaktif Sıçratma Yöntemi	34
1.5.1.1.2.5.	Manyetik Alanda Sıçratma	34
1.5.1.1.2.5.1.	Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma	36
1.5.1.1.2.5.2.	Kapalı-Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma	37
1.6.	Nitrürleme İşlemi.....	38
1.6.1.	Nitrürleme Öncesinde Yapılacak İşlemler	41
1.6.2.	Nitrürleme Yöntemleri	41
1.6.2.1.	Plazma Nitrürleme	41
1.6.2.2.	Gaz Nitrürleme	44
1.6.2.3.	Tuz Banyosunda (Sıvı) Nitrürleme	48
1.6.2.4.	Toz Nitrürleme	48
1.6.3.	Nitrürleme İşleminin Aşınma Direncine Etkileri	49
1.6.4.	Nitrürleme+PVD Kaplama İşleminin Aşınma Direncine Etkileri.....	50
1.7.	Çalışmanın Amacı ve Kapsamı	52
1.8.	Takım Çelikleri.....	53
1.8.1.	Sıcak İş Takım Çelikleri	54
1.8.1.1.	Sıcak İş Takım Çeliklerinde Sahip Olması Gereken Özellikler	56
1.8.1.2.	H13 ile İlgili Yapılan Literatür Çalışması	57
2.	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	59
2.1	Numunelerin Hazırlanması.....	59
2.2	Nitrürleme İşlemi.....	59
2.3	Kaplama İşlemlerinde Kullanılan Yöntem	60
2.4.	Kaplama İşlemleri İçin Deney Tasarımı.....	61
2.5.	Kaplama İşlemi.....	63
2.6	Mikrosertlik Testleri	65

2.7.	Yapısal İncelemeler	65
2.8.	Çizik Testi Deneyleri.....	66
2.9.	Tribolojik Özelliklerin Belirlenmesi	66
3.	BULGULAR VE TARTIŞMA.....	69
3.1.	Kaplamaların Yüzey Morfolojilerinin İncelenmesi.....	69
3.2.	Kaplama Kesitlerinin İncelenmesi.....	76
3.3.	EDS Analizi Sonuçları.....	84
3.4.	XRD Sonuçları	86
3.5.	Mikrosertlik Analiz Sonuçları	92
3.6.	Adezyon Testi Sonuçları	98
3.7.	Aşınma Deneyi Sonuçları.....	107
4.	SONUÇLAR.....	140
5.	ÖNERİLER	142
6.	REFERANSLAR.....	143
ÖZGEÇMİŞ		

Yüksek Lisans Tezi

ÖZET

NİTRÜRLENMİŞ H13 YÜZEYİNE KAPLANAN TiAlZrN TABAKASININ
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Yaşar SERT

Karadeniz Teknik Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman: Doç. Dr. Tevfik KÜÇÜKÖMEROĞLU
2016, 152 Sayfa,

Bu tezde, alüminyum ekstrüzyonu işleminde kalıp malzemesi olarak yaygın bir kullanıma sahip olan AISI H13 (X40CrMoV5-1) sıcak iş takım çeliğinin aşınma direncinin artırılması amacıyla, yüzeyine ilk olarak nitrürleme işlemi uygulandı ardından TiAlZrN malzemesi darbeli DC kapalı alan dengesiz manyetik ortamda sıçratma yöntemi kullanılarak kaplandı. Kaplama parametrelerinin optimizasyonu için, Taguchi L₉ (3³) deney tasarım yöntemi kullanıldı. Zr akımı, bias gerilimi ve çalışma basıncı değişken parametreler olarak belirlendi. Kaplama işleminin ardından, üretilen kaplamaların kalınlıkları ve morfolojik özellikleri taramalı elektron mikroskobu ile incelendi. Kaplamaların yapısındaki faz özellikleri X ışını difraksiyonu, kimyasal bileşimleri ise EDS analizi ile belirlendi. Kaplamaların sertlikleri, mikrosertlik ve nanosertlik cihazları kullanılarak ölçüldü. Adezyon dirençleri ise çizik testi ile belirlendi. Kaplamaların sürtünme ve aşınma deneyleri ball on disk aşınma cihazı ile oda sıcaklığında gerçekleştirildi.

Sonuçlar nitrürlenmiş ve ardından TiAlZrN kaplanmış AISI H13 çeliğinin, taban malzeme olarak kullanılan nitrürlenmiş çelikten daha yüksek sertliğe sahip olduğunu gösterdi. Yapılan ANOVA analizleri sonucunda; bias gerilimi ve Zr akımının, kaplama kalınlığı, sertliği ve adezyon dayanımı üzerinde dikkate değer bir etkiye sahip olduğu belirlendi. Ayrıca adezyon dayanımı ve sertliğin, kaplamaların oda sıcaklığındaki aşınma dirençlerini önemli derecede etkilediği belirlendi.

Anahtar kelimeler: TiAlZrN, Kaplama, EDS, Aşınma, Adezyon, Sıçratma

Master Thesis

SUMMARY

INVESTIGATION OF TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF TiAlZrN COATED ON
NITRIDED H13 STEEL

Yaşar SERT

Karadeniz Technical University
The Graduate School of Natural and Applied Sciences
Mechanical Engineering Graduate Program
Supervisor: Doç. Dr. Tevfik KÜÇÜKÖMEROĞLU
2016, 152 Pages,

In this thesis in order to wear resistance, the surface of heat treated and nitrited AISI H13 (X40CrMoV5-1) hot work tool steel which is widely used in aluminium extrusion process as a mold material were coated with TiAlZrN coating material using pulsed DC closed field unbalanced magnetron sputtering method. Taguchi L₉ (3³) experimental design method was used to optimize deposition parameters. Zr target content, bias voltage and working pressure were selected as variable parameters. Thickness and morphological properties of coatings were investigated using scanning electron microscopy. The phase properties of coatings TiAlZrN coatings were analyzed using X ray diffraction and chemical composition of coatings were determined with EDS analysis. Hardness of coatings were measured using microhardness and nanohardness tester. Adhesion strength of coatings were determined using scratch resistance tester. The friction and were experiments of TiAlZrN coatings were performed using ball on disc tribometer under the room temperature conditions.

Results showed that nitrited and TiAlZrN coated samples have higher hardness than unnitrited samples. As a result of ANOVA analysis, it was found that bias voltage and Zr target content have considerable effect of the thickness, hardness, adhesion strength of coatings. Further it was determined that adhesion strength and hardness have significant influence on the wear resistance of coatings at room temperature.

Key Words: TiAlZrN, Coating, EDS, Wear, Adhesion, Sputtering

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1. Tribolojik sistemin şematik gösterimi	3
Şekil 2. Gerçek temas alanı ve temas basıncı	4
Şekil 3. Kuru sürtünme şematığı	5
Şekil 4. Yarı sıvı sürtünme şematığı	5
Şekil 5. Sıvı sürtünme grafiği	5
Şekil 6. Aşınma safhaları [5]	7
Şekil 7. Mikro kaynak bağlantısı ve kopma şekli	8
Şekil 8. 2 elemanlı abrazif aşınmanın şematik gösterimi	9
Şekil 9. 3 elemanlı abrazif aşınmanın şematik gösterimi	9
Şekil 10. Yorulma sonucu çatlak oluşumu ve büyümesi	10
Şekil 11. Korozyon aşınmasının şematik gösterimi	11
Şekil 12. Film büyüme modelleri	12
Şekil 13. Movchan-Demchishin tarafından geliştirilen yapısal bölge modeli	14
Şekil 14. Thornton tarafından geliştirilen yapısal bölge modeli	14
Şekil 15. İyon bombardımanı ve sıcaklığın bölge yapılarına etkisi	15
Şekil 16. Sıçratma işleminin şematik gösterimi	30
Şekil 17. Doğru akım diyot sıçratma şematik görünümü	31
Şekil 18. Doğru akım triyot sıçratma düzeneğinin şematik resmi	32
Şekil 19. a) Düzlemsel manyetik b) silindirik manyetik	35
Şekil 20. Dairesel düzenli manyetik alan	36
Şekil 21. Kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma sistemleri a) aynalı b) kapalı alan	37
Şekil 22. Geleneksel, dengesiz, kapalı-alan dengesiz manyetik alanda sıçratma sistemlerinde manyetik alan çizgilerinin ve plazma görünümünün karşılaştırılması	38
Şekil 23. Nitrür tabaka yapısı	39
Şekil 24. Nitrür tabakasının yüzeyden itibaren sertlik değişimi	40
Şekil 25. Plazma nitrürlenmenin işleyiş mekanizması	42
Şekil 26. Gaz nitrürlenme fırınının şematik görünümü	45
Şekil 27. Gaz nitrürlenme işlemindeki difüzyon mekanizması	46

Şekil 28. Gaz nitrülenmiş parçanın dağlandıktan sonraki optik mikroskop görüntüsü	46
Şekil 29. Nitrüleme işleminin aşamaları	47
Şekil 30. Dubleks işleme istenilen özelliklerin elde edilişi	51
Şekil 31. Ekstrüzyon yöntemi şematik görünümü	52
Şekil 32. Sırasıyla dövme, ekstrüzyon ve metal enjeksiyon uygulamalarında kullanılan sıcak iş takım çeliğinden imal edilmiş kalıplar	56
Şekil 33. DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma cihazı ve Hedef malzemelerin yerleştiriliş biçimi	64
Şekil 34. Mikrosertlik ölçüm cihazı	65
Şekil 35. a) Scratch test çizik aşamaları b) Çizik test yöntemi	66
Şekil 36. Ball on disk esaslı sürtünme ve aşınma deney düzeneği	67
Şekil 37. Sürtünme aşınma deney düzeneğinin ayrıntılı görünümü	67
Şekil 38. R1 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü	71
Şekil 39. R2 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü	72
Şekil 40. R3 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü	72
Şekil 41. R4 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü	73
Şekil 42. R5 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü	73
Şekil 43. R6 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü	74
Şekil 44. R7 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü	74
Şekil 45. R8 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü	75
Şekil 46. R9 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü	75
Şekil 47. R1 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü	76
Şekil 48. R2 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü	77
Şekil 49. R3 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü	77
Şekil 50. R4 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü	78
Şekil 51. R5 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü	78
Şekil 52. R6 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü	79
Şekil 53. R7 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü	79
Şekil 54. R8 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü	80
Şekil 55. R9 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü	80
Şekil 56. Kaplama parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi	82
Şekil 57. R1 numunesinin XRD piklerinin görünümü	87

Şekil 58. R2 numunesinin XRD piklerinin görünümü	87
Şekil 59. R3 numunesinin XRD piklerinin görünümü	88
Şekil 60. R4 numunesinin XRD piklerinin görünümü	88
Şekil 61. R5 numunesinin XRD piklerinin görünümü	89
Şekil 62. R6 numunesinin XRD piklerinin görünümü	89
Şekil 63. R7 numunesinin XRD piklerinin görünümü	90
Şekil 64. R8 numunesinin XRD piklerinin görünümü	90
Şekil 65. R9 numunesinin XRD piklerinin görünümü	91
Şekil 66. Kaplama parametrelerinin mikrosertlik değerlerine etkisi	94
Şekil 67. Kaplama parametrelerinin nanosertlik değerlerine etkisi	97
Şekil 68. Kaplama parametrelerinin Lc_2 değerlerine etkisi	99
Şekil 69. R1 numunesinin Lc_2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	103
Şekil 70. R2 numunesinin Lc_2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	103
Şekil 71. R3 numunesinin Lc_2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	104
Şekil 72. R4 numunesinin Lc_2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	104
Şekil 73. R5 numunesinin Lc_2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	105
Şekil 74. R6 numunesinin Lc_2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü	105
Şekil 75. R7 numunesinin Lc_2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü	106
Şekil 76. R8 numunesinin Lc_2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü	106
Şekil 77. R9 numunesinin Lc_2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü	107
Şekil 78. R1,R2 ve R3 numunelerinin 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri.....	108
Şekil 79. R4, R5 ve R6 numunelerinin 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri.....	108
Şekil 80. R7, R8 ve R9 numunelerinin 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri.....	109
Şekil 81. Bütün numunelerin 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri.....	109
Şekil 82. Kaplama parametrelerinin oda sıcaklığında uygulanan 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etkisi	110
Şekil 83. Kaplama parametrelerinin hesaplanan aşınma hızı değerlerine etkisi	113

Şekil 84. R1 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü	115
Şekil 85. R2 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü	115
Şekil 86. R3 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü	116
Şekil 87. R4 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü	116
Şekil 88. R5 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü	117
Şekil 89. R6 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü	117
Şekil 90. R7 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü	118
Şekil 91. R8 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü	118
Şekil 92. R9 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü	119
Şekil 93. R1 numunesinin 60mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü	119
Şekil 94. R2 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü	120
Şekil 95. R3 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü	120
Şekil 96. R4 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü	121
Şekil 97. R5 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü	121
Şekil 98. R6 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü	122
Şekil 99. R7 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü	122

Şekil 100. R8 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	123
Şekil 101. R9 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	123
Şekil 102. R1, R2 ve R3 numunelerinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri	124
Şekil 103. R4, R5 ve R6 numunelerinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri	124
Şekil 104. R7, R8 ve R9 numunelerinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri	125
Şekil 105. Bütün numunelerin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri	125
Şekil 106. Kaplama parametrelerinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayı değerlerinin S/N oranlarına etkisi	126
Şekil 107. Kaplama parametrelerinin aşınma hızı değerlerine etkisi	129
Şekil 108. R1 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri.....	131
Şekil 109. R2 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri.....	131
Şekil 110. R3 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri.....	132
Şekil 111. R4 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri.....	132
Şekil 112. R5 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri.....	133
Şekil 113. R6 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri.....	133
Şekil 114. R7 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri.....	134
Şekil 115. R8 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri.....	134

Şekil 116. R9 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri.....	135
Şekil 117. R1 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	135
Şekil 118. R2 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	136
Şekil 119. R3 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	136
Şekil 120. R4 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	137
Şekil 121. R5 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	137
Şekil 122. R6 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	138
Şekil 123. R7 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	138
Şekil 124. R8 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	139
Şekil 125. R9 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü.....	139

TABLolar DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 1. TiN kaplamanın özellikleri [16].....	18
Tablo 2. ZrN kaplamanın özellikleri [16].....	19
Tablo 3. TiCN kaplamanın özellikleri [16]	21
Tablo 4. TiAlN kaplamanın özellikleri [16].....	22
Tablo 5. Buhar fazında kaplama teknikleri[41].....	24
Tablo 6. Plazma nitrürleme uygulanmış çeliklerdeki nitrür tabakalarının özellikleri [68].....	43
Tablo 7. Sıcak iş takım çeliklerinin kullanım alanları.....	55
Tablo 8. TiAlZrN dereceli film kaplama parametreleri	63
Tablo 9. Triboloji deney parametreleri.....	68
Tablo 10. Kaplamalardan elde edilen tane boyutu ölçüleri	70
Tablo 11. Elde edilen kaplamaların ölçülen ortalama kalınlıkları.....	81
Tablo 12. Kaplama kalınlığına etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği.....	82
Tablo 13. Parametrelerin kaplama kalınlıklarına etkisi için ANOVA analiz sonuçları	83
Tablo 14. EDS analiz sonuçları	85
Tablo 15. Kaplamaların hesaplanan ortalama sertlik değerleri	93
Tablo 16. Mikrosertlik değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği.....	94
Tablo 17. Mikrosertlik değerleri için ANOVA tablosu.....	94
Tablo 18. Nanosertlik değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği.....	97
Tablo 19. Nanosertlik değerleri için ANOVA tablosu	97
Tablo 20. Kaplamaların adezyon testi sonuçları	98
Tablo 21. Lc_2 değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği.....	99
Tablo 22. Lc_2 değerleri için ANOVA tablosu	100
Tablo 23. Oda sıcaklığında uygulanan 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değerleri	110

Tablo 24. Oda sıcaklığında 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği	111
Tablo 25. Oda sıcaklığında uygulanan 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu	111
Tablo 26. Aşınma hızı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği	114
Tablo 27. Aşınma hızı değerlerinin ANOVA tablosu	114
Tablo 28. Oda sıcaklığında 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değerleri	126
Tablo 29. 60mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği	127
Tablo 30. 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu	127
Tablo 31. Aşınma hızı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği	130
Tablo 32. Aşınma hızı değerlerinin ANOVA tablosu	130

SEMBOLLER DİZİNİ

CFUMBS	: Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Sıçratma
CVD	: Kimyasal Buhar Biriktirme
DC	: Doğru Akım
EDS	: Enerji Dağılım Spektrometresi
FBK	: Fiziksel Buhar Kaplama
OP	: Optik Profilometre
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	: X-ışını Difraksiyonu
A	: Akım Birimi, Amper
d	: Aşınma Mesafesi
H	: Sertlik
Lc	: Kritik Yük
Ts	: Taban Malzeme Sıcaklığı
Tm	: Kaplama Ergime Sıcaklığı
V	: Gerilim, Volt
W	: Aşınma Oranı
μ s	: Mikrosaniye

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Sanayileşmekte olan toplumlarda endüstriyel uygulamaların birçoğunda, kullanılan makine elemanları ve mühendislik malzemelerinin birbirleriyle temas halinde çalışan yüzeyleri çeşitli zorlanmalar nedeniyle bir süre sonra hasara uğramaktadır. Karşılaşılan bu olumsuz durum hem ekonomik kayıplara hem de köprülerin yıkılması, gemilerin batması, uçakların düşmesi gibi karşı konulmaz kazalara sebep olabilmektedir. Yapılan çeşitli araştırmalarda bu hasarların nedenleri incelenmiş, sürtünme ve aşınmanın önemli rol oynadığı vurgulanmıştır [1]. Bu nedenle, kullanılan mühendislik malzemelerinin sürtünme ve aşınma özelliklerini belirleme, kontrol etme ve dirençlerini artırma zorunluluğu giderek artmaktadır.

Geçmişten günümüze günlük hayatımızda veya bahsi geçen endüstriyel uygulama alanlarında, sürtünme ve aşınmanın kontrolü konusunda çeşitli şekillerde çözüm üretilmeye çalışılmıştır. Tekerleğin icadı, Mısır Piramitlerinin inşasında kullanılan sistemler gibi spesifik örnekler bu çözüm yöntemleri arasında gösterilmektedir. Günümüzde ise bu hususta, yeni malzemeler geliştirmek, üretim yöntemlerinde bazı değişikliklere gitmek ve çeşitli yağlayıcılar kullanmak gibi yöntemlerle çözüm üretilmeye çalışılmaktadır. Ancak yağlayıcılar bazı durumlarda yetersiz kalmaktadır. Örneğin çok yüksek ya da çok düşük sıcaklıklarda, radyoaktif ışımının bulunduğu ortamlarda veya temas basıncının çok yüksek olduğu koşullarda kirlenme ve yapısal bozulmalar sebebiyle yağlayıcılar istenilen faydaları sağlayamamaktadır. Sürtünme ve aşınmaya dayanıklı yeni malzemeler üretme ve geliştirme konusu son yılların bu alanda en popüler çalışma konularından biridir. Özel olarak tamamen aşınmaya dirençli malzemeler üretmek bir önlem olsa da, bu işlem çok pahalıdır. Aşınma ve sürtünme yüzey olayları olmasından ötürü, üretilecek olan yüzey kaplamaları makine elemanları ve mühendislik malzemelerinin performans ömrünü artırma ve ekonomik açıdan en etkili yöntem olarak göze çarpmaktadır. Özellikle yüksek sıcaklık uygulamalarında, bugünün mühendislik malzemelerinin performans ihtiyaçlarını karşılamak açısından ileri seramikler, metal alaşımları ve kompozitler gibi sert kaplama malzemeleri gerekmektedir.

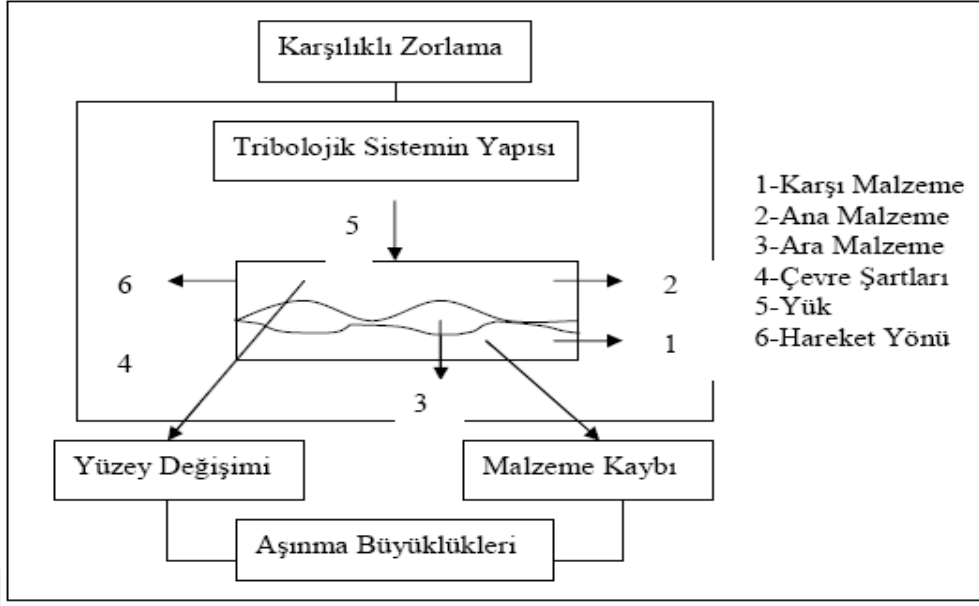
Yapılan çalışmalar, uygun kaplama tekniklerinin ve kaplama malzemelerinin belirlenmesiyle birlikte, pek çok uygulama alanında kullanılan mühendislik malzemelerinin kullanım ömürlerinin dikkate değer ölçüde arttığını vurgulamıştır. Sürtünme ve aşınma gibi kavramların altlarında yatan temel mekanizmaların açıklanması hala gizemini korusa da, son yıllarda ileri teknoloji inceleme cihazlarının geliştirilmeleri ile birlikte bu mekanizmalar daha iyi açıklanabilmektedir.

1.2. Triboloji, Sürtünme ve Aşınma Sistemleri

Triboloji, birbirlerine göre izafi hareket eden yüzeyler arasındaki etkileşimleri sürtünme, aşınma ve yağlama açısından inceleyen çok disiplinli ve neredeyse insanlığın varoluşu ile birlikte süregelen bir bilim dalıdır. Triboloji sözcüğü Yunan dilinde sürtünme veya kayma anlamına gelen “tribos” kelimesinden türetilmiştir. Tekerleğin icadından önce ağır yükleri silindirik kalaslar üzerinde kaydırarak bir yerden bir yere taşıyan insanlık, bu kalasları ıslatarak sürtünmenin ve aşınmanın önüne geçme konusunda ilk adımları atmıştır. Ortaçağda İtalyan mimar ve mühendis Leonardo da Vinci (1452-1519), Fransız fizikçiler Amontons (1663-1705) ve Coulomb (1736-1806), mekanik ile ilgili çalışmalarda bulunmuşlardır. Coulomb sürtünme konusunda bugün de geçerliliğini koruyan sürtünme kanununu ortaya koymuştur. Sıvı sürtünmesi konusunda Newton (1643-1727), Poiseuille (1799-1869), Hagen (1797-1884), Stokes (1819-1903), Reynolds (1842-1912) araştırmalar yapmış ve bugünkü triboloji biliminin temelini atmışlardır.

Triboloji, ev uygulamalarından uzay gemilerine birçok teknik alanda, güvenilirlik, bakım ve aşınma gibi oldukça büyük ekonomik anlam taşıyan konuların işlevsel uygulamalarını içermektedir. Bu uygulamalarda karşılaşılan problemlere bakıldığında tribolojik problemlerden meydana gelen hasarlar muhtemelen kırılma, yorulma, plastik deformasyon gibi hasarlardan meydana gelenlerden daha fazladır. Tribolojik sistemin şematik gösterimi Şekil 1’de verilmektedir.

Triboloji alanında yapılan araştırmalar genellikle malzemelerin sürtünme katsayısının ve aşınma mekanizmalarının belirlenmesi, sürtünme ve aşınmaya sebep olan yüzeylerin birbirleriyle temaslarını kesecek ince film malzemelerin ve/veya endüstriyel yağların bulunması gibi konuları içerir. Ancak her zaman sürtünmenin ve aşınmanın azaltılması istenmeyebilir; fren balatalarında sürtünme katsayısının yüksek olması ve silgilerde aşınmanın yüksek tutulması buna örnektir [2].



Şekil 1. Tribolojik sistemin şematik gösterimi

1.2.1 Sürtünme

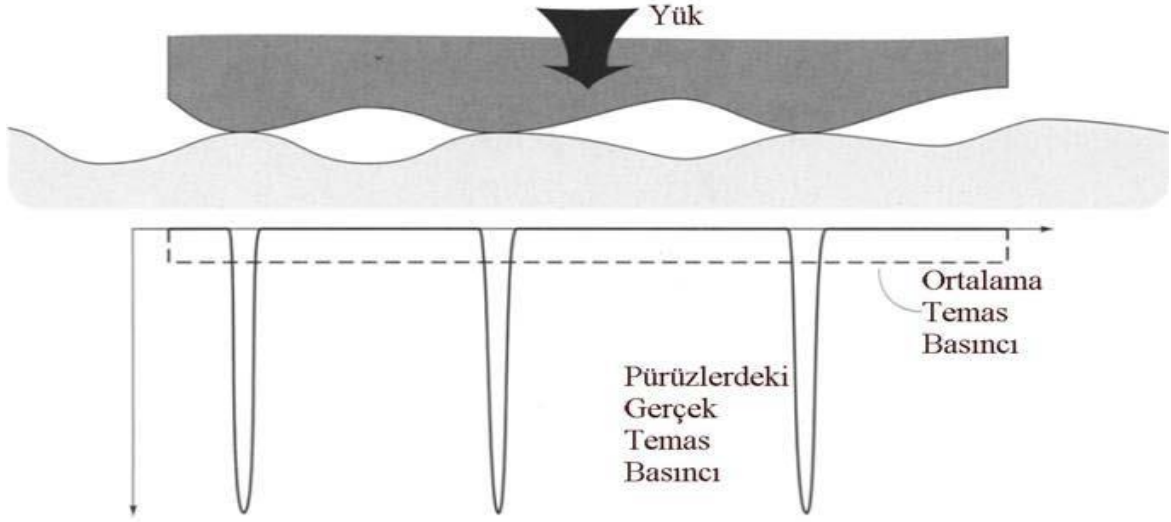
Birbirine göre izafi hareket eden iki cismin arasında oluşan ve harekete karşı koyan kuvvete verilen isimdir. Birbiriyle temasta olan yüzeyler arasındaki sürtünme hareketi kayma, yuvarlanma veya bu iki hareketin birleşimi şeklindedir. Sürtünme kuvveti ise kayma yönüne ters yönde etmektedir. Sabit bir değer değildir ve sürtünme katsayısına bağlıdır. Sürtünme katsayısı, artan kayma mesafesi ve süresi, yüzeyin artan tane büyüklüğü ile belirli bir değere kadar artar ve sonra sabit bir değerde devam etmektedir.

Mekanik sürtünme teorisinde temel sürtünme kanunları şunlardır:

1. Katı cisimler arasındaki sürtünme, görünen temas alanından bağımsızdır.

Yüzeyler ne kadar pürüzsüz görünürse görünsün, mikroskobik boyutta girintiler ve çıkıntılar mevcuttur. Sürtünme bu tepe noktaları arasında gerçekleştiğinden dolayı, görünen temas alanında bağımsız olmaktadır.

Sürtünme sisteminde gerçek temas alanı ve temas basıncı görünümü Şekil 2’de verilmektedir.



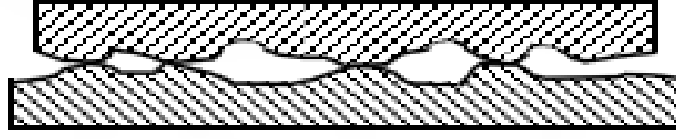
Şekil 2. Gerçek temas alanı ve temas basıncı

2. Sürtünme kuvveti, cisimlere etkiyen normal kuvvet ile doğru orantılıdır ve aralarında sürtünme katsayısı olarak bilinen bir sabit oran mevcuttur.
3. Kinetik sürtünme kayma hızından bağımsızdır.

Sürtünme, birbirine göre izafi hareket eden yüzeyler arasında yağlayıcı madde bulunup bulunmaması açısından kuru sürtünme, sıvı sürtünme olarak 2'ye ayrılmaktadır.

1.2.1.1. Kuru Sürtünme

Kuru sürtünme yağlanmamış iki katı cisim arasında oluşan sürtünme çeşididir. Kuru sürtünme sadece vakum ortamında gerçekleşmektedir. Sürtünme, sürtünmenin meydana geldiği çevre ve çevreyi oluşturan etkenlerin etkisindedir. Atmosfer etkisinde olduğunda, yüzeylerde absorbe edilmiş gazlar neticesinde oluşan oksitler, yağlar ve kalıntılar gibi kimyasal bileşenler sürtünmeyi kısmen azaltmakta ve yağlayıcı bir rol oynamaktadırlar. Oluşan bu yüzey tabakaları vakum ortamında etkin bir şekilde temizlenmekte ve temiz bir yüzey elde edilmektedir. Bu sayede tam olarak metal-metal teması görülmekte ve kuru sürtünme meydana gelmektedir. Kuru sürtünmenin şematik gösterimi Şekil 3'te verilmektedir.



Şekil 3. Kuru sürtünme şematığı

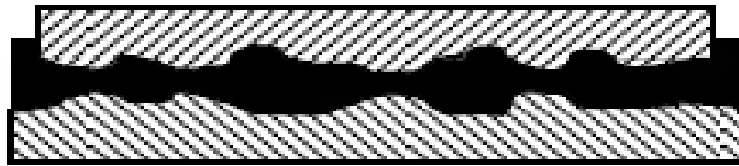
Kuru sürtünmede, yüzeyler doğrudan birbiriyle temas halinde olduğundan yumuşak olan malzemede aşınma meydana gelmektedir. Bunu önlemek için genelde yağlayıcı olarak tanımlanan malzemeler kullanılmaktadır. Bu durumda sürtünme yağlanmış yüzeyler arasında meydana gelecektir, bu sürtünme çeşidine sıvı sürtünme denmektedir. Fakat bazen bu tam olarak mümkün olmaz ve yüzeyler arasındaki yağ filmi yeterli kalınlığa ulaşamaz ve bazı pürüz tepcikleri birbirleriyle temas halinde olabilir. Kuru sürtünme ile sıvı sürtünme arasında yarı sıvı sürtünme denilen bir durum ortaya çıkmaktadır. Yarı sıvı sürtünme şematığı Şekil 4'te verilmektedir.



Şekil 4. Yarı sıvı sürtünme şematığı

1.2.1.2. Sıvı sürtünme

İki yüzey arasındaki yüzey pürüzlülüklerinin karşı malzemeye temas etmeyecek şekilde bir yağ tabakası tarafından ayrılmış olduğu sürtünme çeşidine sıvı sürtünme denmektedir. Bu durumda sürtünmede rol oynayan ana etken yağın vizkozitesidir [3]. Sıvı sürtünme şematik gösterimi Şekil 5'te verilmektedir.



Şekil 5. Sıvı sürtünme grafiği

1.2.2. Aşınma ve Aşınma Mekanizmaları

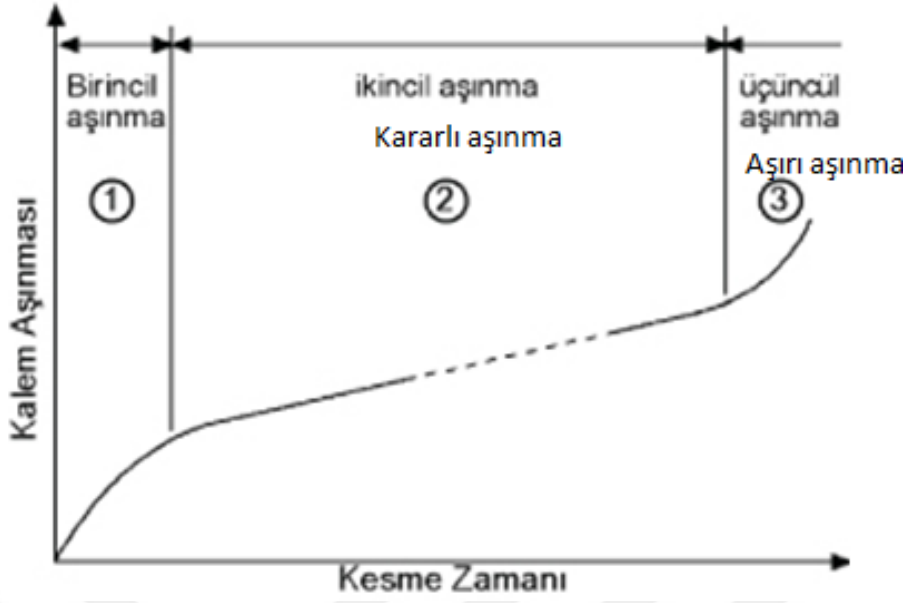
Aşınma, birbirine göre izafi hareket eden iki yüzeyin sürtünmesi sonucunda mikroskobik boyutta parçaların kopması sonucunda meydana gelen, istenilmeyen malzeme kaybıdır. Bu kayıplar neticesinde makine elemanları çalışma toleranslarının dışına çıkmakta ve belli bir süre sonra da fonksiyonlarını yitirmektedirler. Bu durumun önüne geçilmesi için günümüzde sürtünme ve aşınmayı engellemek ve kontrol altında tutabilmek için birçok çalışma yapılmaktadır.

Aşınma makine elemanlarının ömrünü ve performansını düşürerek önemli ölçüde ekonomik kayıplara neden olmaktadır. Bu sebepten dolayı, makine tasarımında aşınmanın etkisi göz önünde bulundurulması ve önlem alınması gerekmektedir.

Aşınmanın azaltılması için makine tasarımı esnasında dikkat edilmesi gereken unsurlardan bazıları;

1. Temas basıncının düşük tutulması,
2. Kayma hızının düşük tutulması,
3. Az pürüzlü yataklama yüzeylerinin seçilmesi,
4. Yüksek sıcaklıklardan kaçınılması,
5. Sert malzemelerin kullanılması,
6. Düşük sürtünme katsayılı malzemelerin kullanılması,
7. Yağlayıcı kullanılması [4].

Malzemeler birbirleriyle ilk temas ettiklerinde karşılıklı pürüzler birbirleriyle etkileşimde bulunmaktadır. Bununla birlikte sisteme yük ve harekette eklendiğinde, yük nedeniyle pürüzlerde ezilme, hareket nedeniyle de sürtünme meydana gelmektedir. İlk aşamada yüksek pürüzler ezilirken, zaman ilerledikçe küçük pürüzler birbirleriyle temas etmektedirler. Yüklemenin devam etmesiyle de pürüzler gitgide azalarak, gerçek temas alanı görünen temas alanına yaklaşmaktadır. Aşınma safhaları Şekil 6'da verilmektedir.

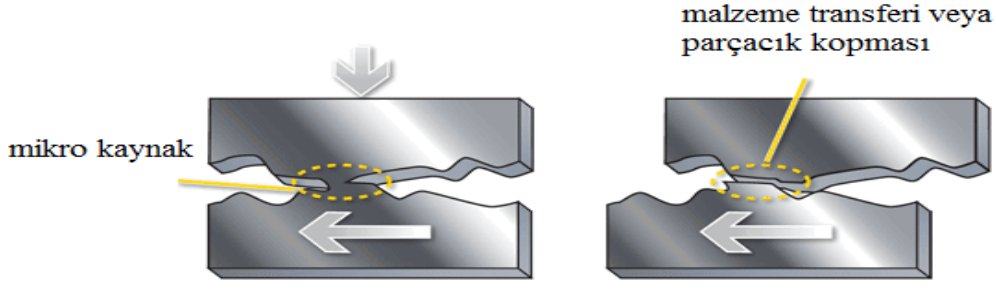


Şekil 6. Aşınma safhaları [5]

Aşınma, daha öncede bahsedilen etkileşimler sonucu ortaya çıktığından, pratikte bir aşınma mekanizması değil, birden çok aşınma mekanizması halinde görülmektedir. Bunlar adezyon, abrazyon aşınma, yorulma aşınması, korozyon aşınmasıdır. Bu mekanizmalar, aşınan yüzeylere uygulanan yük, temas geometrisi, aşındırıcı parçacığın boyutu gibi etkenler baz alınarak sınıflandırılmaktadırlar.

1.2.2.1. Adezyon Aşınması

Kayma sürtünmesi yapan ve metalik yapıları birbirine benzeyen yüzeyler arasında meydana gelen aşınma türüdür. Birbirine temas eden yüzeylerdeki temas alanları çok küçük olmasından ötürü bu noktalarda çok yüksek basınçlar meydana gelmektedir. Bu yüksek basınç sebebiyle de temas noktalarında malzemeler akma noktasına ulaşmasıyla bölgesel mikro kaynaklar oluşmaktadır. Bu sırada devam eden izafi hareket nedeniyle de oluşan mikro kaynak bağı kopar ve sonuçta yüzeyden malzeme kaybı oluşarak aşınma meydana gelmektedir. Şekil 7'de oluşan mikrokaynak bağlantısı ve kopma şekli gösterilmektedir.



Şekil 7. Mikro kaynak bağlantısı ve kopma şekli

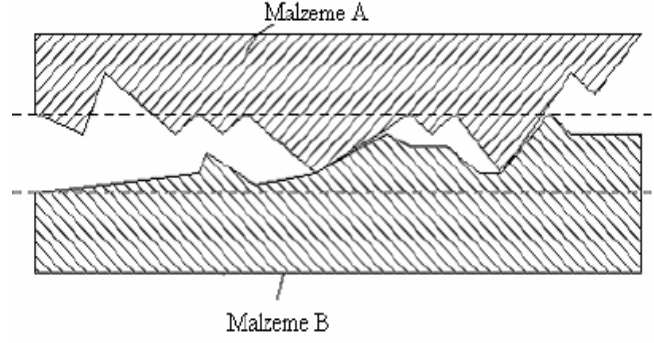
Eğer malzemenin mukavemeti, oluşan kaynak noktalarındaki bağ kuvvetinden büyük ise kopma sadece kaynak noktasında oluşmakta ve malzeme kaybı meydana gelmemektedir. Bu bağ kuvveti malzeme yüzeyi ne kadar temiz ise o kadar kuvvetli olmaktadır.

1.2.2.2. Abrazif Aşınma

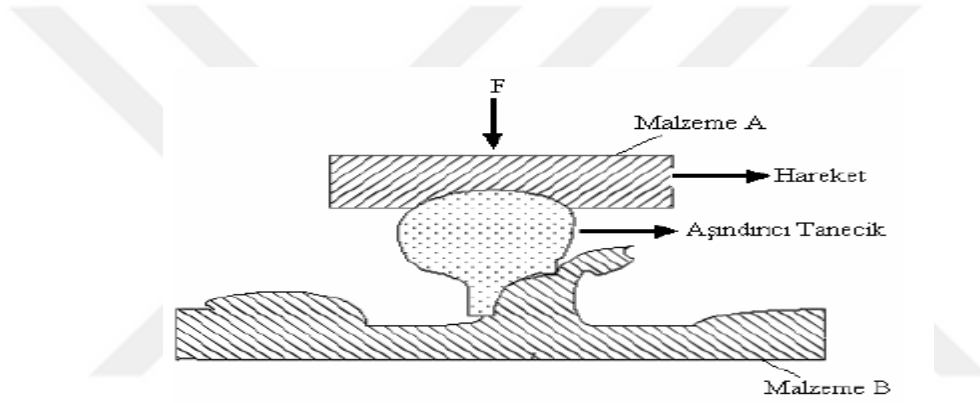
Birbirine göre izafi hareket ederek sürtünen yüzeyler arasındaki, sert yüzey pürüzlerinin veya tanelerinin yumuşak olan malzeme yüzeyini çizmesi ile üzerinden talaş kaldırması şeklinde meydana gelen aşınma türüdür. Bu pürüzler yüzeyde oksidasyon sebebiyle meydana gelen sert parçacıklar olacağı gibi dışarıdan da sisteme dahil olabilmekte ve bir kesici takım gibi davranarak yumuşak malzemeden talaş kaldırmaktadır. Çok hızlı meydana gelen ve etkisini çabuk gösteren bir aşınma türü olmasından dolayı eğer önlem alınmazsa büyük maddi kayıplara neden olmaktadır.

Abrazif aşınmanın hızı yüzeylere etkileyen normal kuvvetin düşürülmesiyle azaltılabilmektedir. Bu sayede aşındırıcı parçacığın yüzeye daha az batması ve oluşan mikro çizimin derinliğinin daha az olması sağlanabilmektedir.

Sürtünme sadece iki malzemenin karşılıklı etkileşimi sonucu oluşmakta ise, bu aşınmanın türü 2 elemanlı abrazif aşınmadır. Şematik gösterimi Şekil 8’de görülmektedir. Fakat aşınma 2 malzeme arasında değil de, araya giren farklı bir parçacığın oluşturduğu hasardan meydana gelmekte ise, bu aşınmanın türü 3 elemanlı abrazif aşınmadır. Şematik gösterimi Şekil 9’da görülmektedir.



Şekil 8. 2 elemanlı abrazif aşınmanın şematik gösterimi



Şekil 9. 3 elemanlı abrazif aşınmanın şematik gösterimi

Abrazif aşınmayı önleyebilmek için alınacak tedbirler şunlardır;

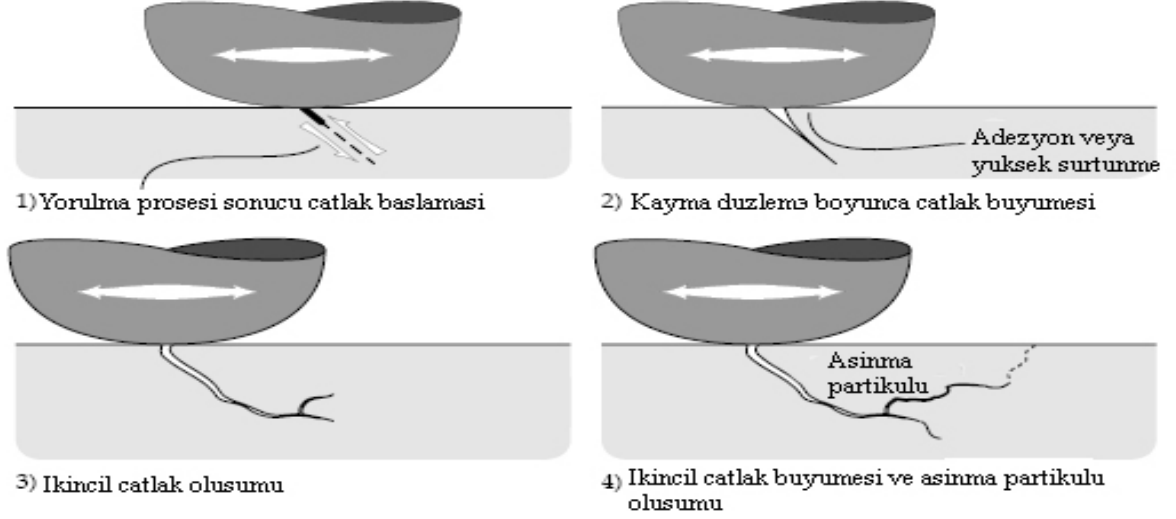
1. Yüzeylerin, uygun sertleştirme teknikleri kullanılarak sertlikleri artırılmalı
2. Dışarıdan yüzeyler arasına girebilecek parçacıklara karşı sistemin sızdırmazlığı sağlanmalı

1.2.2.3. Yorulma Aşınması

Yorulma aşınması, birbirleriyle temasta bulunan yüzeylerin tekrarlı yüklemeye maruz kalması sonucunda, özellikle rulmanlar, dişli çarklar ve kam mekanizmaları gibi makine elemanlarının yapılarında küçük çukurların ve mikro çatlakların oluşması şeklinde kendini gösteren bir aşınma türüdür.

Bu bahsi geçen makine elemanlarında yüzeylerin temas alanları çok küçük olduğundan, temas noktalarında oluşan basınç çok yüksek olmaktadır. Bu yüksek basınç

etkisindeki yüzeylerin altında kayma gerilmesi oluşmakta ve bu gerilmeler tekrarlı olduğunda çatlak başlangıcı meydana gelmektedir. Çatlak oluşumu ve büyüme mekanizması Şekil 10'da verilmektedir.

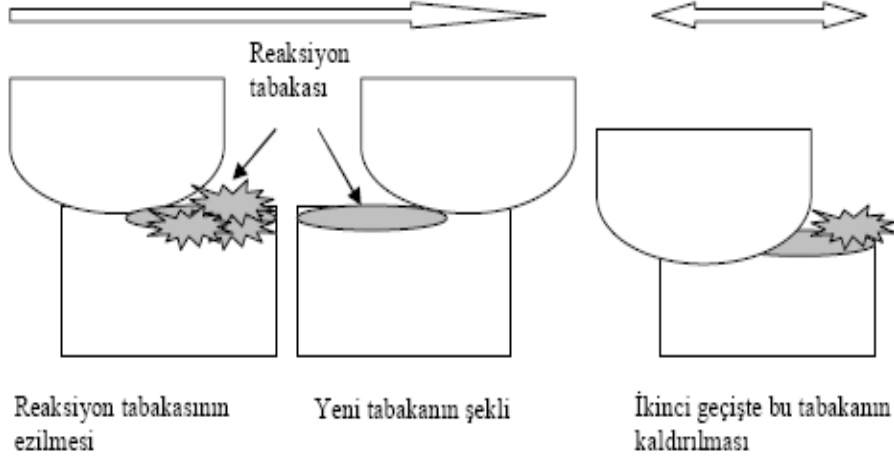


Şekil 10. Yorulma sonucu çatlak oluşumu ve büyümesi

Yorulma aşınmasını önlemenin en temel yolu etkileşim halindeki yüzeylerin sürtünme katsayısının azaltılmasıdır. Yağlama da bir önlem olarak sayılabilir, fakat yağın etkisine çok dikkat edilmesi gerekmektedir. Yüksek basınç altında yağ çatlaklar arasında sızar ve çatlakların büyümesinde önemli rol oynar. Bununla birlikte yüksek kayma ve basma mukavemetine sahip malzemeler kullanılması gerekmektedir.

1.2.2.4. Korozyon Aşınması

Korozyon aşınması, genellikle metal veya metal alaşımlarının çevreleriyle girdikleri kimyasal ve elektrokimyasal reaksiyonlar sonucunda yüzeylerinde oluşan tabakaların, sürtünme nedeniyle kopması sonucunda meydana gelen aşınma türüdür. Şematik gösterimi Şekil 11'de verilmektedir.



Şekil 11. Korozyon aşınmasının şematik gösterimi

Korozyon aşınması için alınabilecek önlemler;

1. Ortamın hava ile temasını kesmek,
2. Yüze korozyon direncine sahip kaplama yapmak,
3. Oksidasyonu önleyici özel yağlayıcı maddeler kullanmak şeklinde sıralanabilmektedir.

1.3. İnce Film Kaplamaların Büyüme Mekanizmaları ve Kaplama Yapıları

İnce film kaplama genel olarak, bir malzemenin sürtünme, aşınma, korozyon, dekoratif, elektrik ve ısı özelliklerinin iyileştirilmesi için malzemenin tamamına ya da belirli bir bölgesine, uygun kaplama metodu kullanılarak gerçekleştirilen bir yüzey işlemdir.

İnce filmlerin yüzeye biriktirilmesi 6 safhadan oluşmaktadır [6].

1. Yüze ulaşan atom ve moleküllerin yüzeye bağlanmaktadır. (Adsorpsiyon)
2. Film yapısına girmeden önce belli bir mesafe yüzey üzerinde yayılmaktadır. (Difüzyon)
3. Yüze adsorbe olan atomlar birbirleriyle ve yüzeye reaksiyona girerler bununla birlikte yüzeye ve birbirleriyle bağ oluşturmaktadırlar.
4. Film malzemesi yüzeye kaynaşır bu ilk kaynaşmaya çekirdeklenme adı verilmektedir.
5. Film büyümesi meydana gelmektedir.

6. Film ile taban malzeme arasında difüzyona bağlı bir etkileşim meydana gelmektedir. Bu etkileşim sayesinde kuvvetli bir yapışma elde edilmektedir

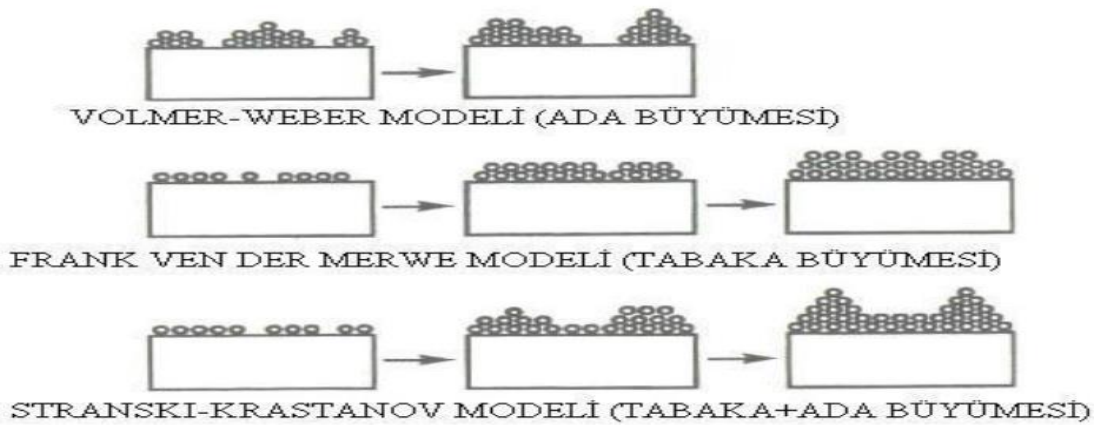
İnce film kaplamaların özellikleri 4 etkene bağlı olmaktadır ve bu etkenler film büyümesini ve özelliklerini etkilemektedirler [7].

- Taban malzemenin yüzey koşulları; yüzey morfolojisi (pürüzlülük, istenmeyen pariküller), yüzey kimyası, yüzeydeki kılcal çatlaklar ve yüzey kararlılığı
- Yüzey kaplama işleminin detayları ve sistem geometrisi; adatomların geliş açısı, taban malzeme sıcaklığı, kaplama hızı, iyon bombardımanı
- Taban malzeme yüzeyinde film büyüme detayları; adatomların yüzeydeki hareketliliği, çekirdeklenme, ara yüzey oluşumu, ara yüzey çatlağı oluşumu, iyon bombardımanı, film büyüme yapısı,
- Kaplama işlemi sonrasında meydana gelen reaksiyonlar; ortamla film yüzeyinin reaksiyonu, ısıl ve mekanik çevrimler, korozyon, ara yüzeyin bozulması, yumuşak yüzeylerin deformasyonu

İnce film kaplamalarda başlıca 3 film büyüme modeli bulunmaktadır [8].

1. Ada büyümesi (Volmer-Weber Modeli)
2. Tabaka büyümesi (Frank-van der Merwe Modeli)
3. Tabaka+Ada büyümesi (Stranski-Karastanov modeli)

Bu modellerin şematik gösterimleri Şekil 12’de verilmektedir.

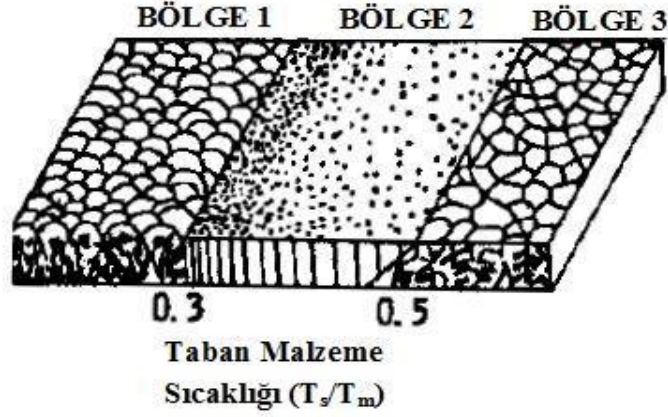


Şekil 12. Film büyüme modelleri

Ada büyümesi, taban malzeme yüzeyinde çekirdeklenmenin meydana gelmesi ve oluşan bu çekirdeklerin 3 boyutlu adacıklar halinde büyümesiyle gerçekleşmektedir. Bu büyüme modeli, adatomların (adsorbe olmuş atom) birbirleriyle yaptığı bağların, taban malzeme ile yaptıkları bağlardan daha kuvvetli olması durumunda meydana gelmektedir. Tabaka büyümesinde, en küçük kararlı çekirdeğin büyümesi, taban malzeme boyunca 2 boyutlu olarak gerçekleşmekte ve sonuç itibarıyla film tüm taban malzeme yüzeyini düzlemsel olarak sarmaktadır. Bu büyüme modeli, adatomların birbirleriyle yaptıkları bağ kuvvetinin taban malzeme ile bağlanmaları için gerekli kuvvete eşit ya da daha düşük olduğu durumlarda gerçekleşmektedir. Bu durumda oldukça kuvvetli bağlanmış ilk katmanın üzerini, daha zayıf bağlı ikinci katman kapatmaktadır [9, 10]. Stranski-Karastanov modeli ise, başlangıçta 1 ya da 2 boyutlu tek tabakayla büyüyen filmlerin daha sonra enerji bakımından daha aktif hale gelerek 3 boyutlu ada şeklinde büyümesiyle oluşmaktadır. Bu modelde 2 boyuttan 3 boyuta geçiş elastik şekil değiştirme enerjisi tarafından sağlanmaktadır [11]. Geçiş, eklenen tabakaların meydana getirdiği toplam elastik şekil değiştirme enerjisinin, 3 boyutlu ada oluşturmak için gerekli enerjiden daha büyük olduğu durumlarda meydana gelmektedir. Bu durum özellikle, düşük sıcaklıkta yüzey hareketliliğinin düşük olduğu durumlarda metal-metal sistemlerde oldukça yaygın olarak gözlenmektedir [9, 10].

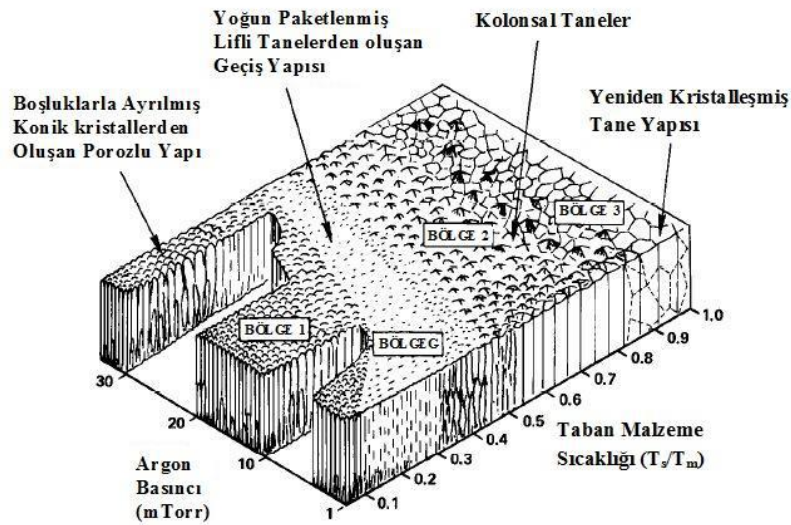
Kaplamaların sahip olduğu özellikler kaplamaların başlıca mikro yapılarına bağlıdır. Kaplamaların mikro yapılarının kaplama parametreleriyle olan ilişkilerini ortaya koymak için günümüze kadar pek çok sayıda çalışma yapılmıştır. Bu amaçla yapısal bölge modelleri geliştirilmiştir. Yapısal bölge modelleri ilk olarak vakum ortamında yapılan kaplamalar için 1969 yılında Movchan-Demchishin tarafından geliştirilmiştir [9]. Şekil 13'de görüldüğü gibi bu bölge modelinde taban malzeme sıcaklığının ve film kalınlığının film yapısına etkisi modellenmiştir. Ayrıca farklı T_s/T_m oranlarında (T_s : °K cinsinden kaplama işlemi sırasındaki film sıcaklığı, T_m : °K cinsinden filmin ergime sıcaklığıdır.) oluşan 3 farklı yapısal bölge gösterilmektedir. Bölge 1 ($T_s/T_m < 0,25-0,3$) lifli tanelerden oluşan ve çok sayıda gözenekli tane sınırı içeren ince taneli bir yapıdır. Kaplama sıcaklığının çok düşük olmasından ötürü adatomların difüzyonu ihmal edilebilir seviyededir. Bu düşük adatom hareketliliğine bağlı olarak, kaplama sırasında tanelerin sürekli çekirdeklenmesi sonucu ince taneli kubbeli konik yapılar meydana gelmektedir. Ayrıca bölge özelliklerine ek olarak yapının yoğunluğunun düşük olması ve artık gerilme miktarının yüksek olması da verilebilmektedir [9]. Bölge 2 ($0,25-0,3 < T_s/T_m < 0,45$)

homojen kolonsal tanelerden oluşmakta ve tane boyutu Bölge 1'e göre daha büyük olmaktadır. Yapısı düzgün ama daha mat görünümlüdür. Bu bölge de yüzey difüzyonu etkin hale gelmektedir. Bölge 3 ($T_s/T_m > 0,45$) yapısında kolonsal tanelerin genişliği yeniden kristalleşme ve kütle difüzyonu ile birlikte artmaktadır. Bu kolonsal tanelere eş eksenli taneler de denilmektedir.



Şekil 13. Movchan-Demchishin tarafından geliştirilen yapısal bölge modeli

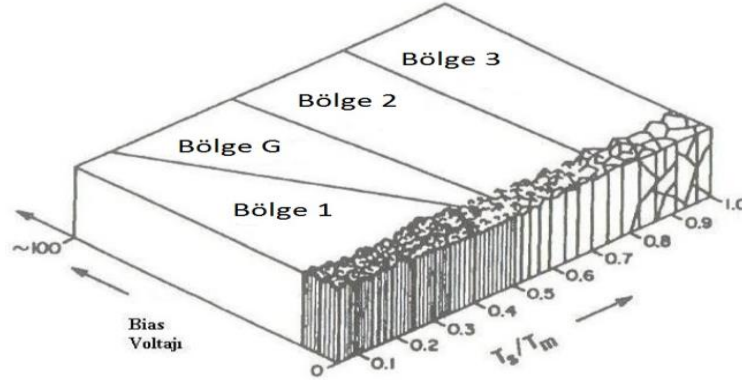
Thornton, Movchan-Demchishin tarafından geliştirilen bu yapısal bölge modelini Şekil 14'deki gibi geliştirmiştir.



Şekil 14. Thornton tarafından geliştirilen yapısal bölge modeli

Geliştirilen bu modelde Bölge 1 ve Bölge 2 arasına bir Bölge G yapısı eklenmiştir. Bölge G yapısı, yoğun düzende lifli tanelerden oluşmakta ve boşluk miktarı diğer bölgelere göre daha az olmaktadır. Ayrıca daha yoğun ve daha düzgün bir yapıya sahip olmaktadır. Bölge G yapısı, saf metallerin kaplanması sırasında belirgin bir şekilde oluşmamakta, kompleks alaşımların ve refrakter bileşiklerin kaplanması sırasında net bir şekilde gözlenebilmektedir [9]. Şekilde görülmekte olan Bölge 3 yapısında ise, hacimsel difüzyon son derece önemli hale gelmektedir. Bu bölge yapısında meydana gelen hacimsel difüzyon, yeniden kristalleşme, tane büyümesi ve yoğunlaşmaya neden olmaktadır.

Messier, Bölge 1 ile Bölge G sınırının lineer olmadığını ve uygulanan bias gerilimine göre değişiklik gösterdiğini tespit etmiştir. İyon bombardıman enerjisinin artmasıyla birlikte, Bölge G'nin genişliği artmakta ve Bölge 1'in ise genişliği azalmaktadır. Tespit edilen bu durumun şematik gösterimi Şekil 15'de verilmektedir.



Şekil 15. İyon bombardımanı ve sıcaklığın bölge yapılarına etkisi

Şekil 15'de görüldüğü gibi, kaplama işlemi sırasında bias geriliminin artması Bölge 1 yapısının oluşma aralığını dikkate değer bir oranda daraltmaktadır. Bu durumun sebebi şöyle açıklanabilmektedir; yüksek bias gerilimi ile birlikte seçilen kaplama yöntemine göre sıçratılan ya da buharlaştırılan atomların enerjilerinde önemli ölçüde artış meydana gelmektedir ve bu artış nedeniyle yüzeye biriken atomların hareketliliği ve çekirdeklenme hızı da artmaktadır [9].

1.4. Endüstriyel Amaçlı Sert Kaplamalar ve Gelişmeler

Günümüzde bilim dünyasında ve sanayide, birbirleriyle eş çalışan parça yüzeylerinin ince sert filmlerle kaplanması uygulamalarıyla alakalı araştırma ve geliştirme çalışmaları her geçen gün artmaktadır. 70 ve 80'li yıllarda, birçok yeni kaplama türü araştırılmış, geliştirilmiş ve birçoğu başarılı bir şekilde ticari olarak kullanıma sunulmuştur. Bu çalışmalarda ana malzeme çok büyük değişikliklere maruz bırakılmadan istenilen özelliklere uygun olacak şekilde malzeme yüzeylerinin hazırlanması amaçlanmaktadır. Yumuşak ve sert taban malzemeler üzerine kaplanmış ince sert filmlerin kombinasyonu tribolojik olarak birçok avantaj sağlamaktadır. Sanayide uygulanan ilk kaplamalar genelde metal kesme ve metal şekil verme takımlarında kullanılmıştır. Bunun nedeni, o zamanlarda kullanılan yüzey kaplama yöntemlerinin işlem sıcaklığının yüksek olmasından dolayı, yüksek sıcaklıktan etkilenmeyen taban malzeme kullanma zorunluluğudur. Fakat daha sonra Fiziksel Buhar Kaplama yönteminin geliştirilmesiyle beraber bu kısıtlama ortadan kalkmış ve pek çok farklı uygulama alanlarında kaplamaların kullanılmasının önü açılmıştır. Literatürdeki çalışmalar da incelendiğinde yataklar, kesme takımları ya da endüstriyel kalıplar gibi pek çok uygulamada kullanılan malzemelerin yüzeylerine uygun koruyucu bir kaplama uygulandığında bu malzemelerin tribolojik ömürlerinin dikkate değer bir şekilde arttığı gözlenmiştir [12, 13]. Özellikle vakum teknolojisindeki gelişmeler, daha yüksek adezyona sahip kaplamaların üretilmesine ve kaplama esnasında pek çok parametrenin kontrol edilmesine olanak sağlamaktadır.

Kesme takımları ve kalıplar üzerine kaplanan seramik kaplamalar en başarılı uygulamalardır. Bu kaplamalar yüksek sıcaklıklarda yüksek sertliğe ve düşük iç gerilmelere sahip olmalarından dolayı yüzeye tutunma kabiliyetleri yüksek oldukları için difüzyon ve abrazyon aşınmaya karşı iyi koruma sağlamaktadırlar. Böylece kullanım ömürleri 10 kat veya daha fazla iyileştirilebilmektedir.

Geleneksel olarak sert kaplamalar iyi tribolojik özelliklere sahip ve mekanik anlamda yüksek sertlikte kaplamalar olarak tanımlanmaktadırlar. Optik, elektronik ve savunma uygulamaları ile ilgili modern teknolojilerin gelişimi ile birlikte sert kaplama teriminin tanımı genişlemektedir.

Malzeme yüzeyine biriktirilen sert kaplamalar, öngörülen deney tasarımı ve uygun kaplama parametrelerinin seçimiyle beraber, malzemenin aşınma direncini önemli ölçüde artırmakta ve sürtünme katsayısını da çok düşük seviyelere düşürmeye olanak

sağlamaktadırlar. Bu kapsamda 70 ve 80'li yıllardan günümüze kadar olan süre zarfında pek çok ikili (TiN, AlN, ZrN... vb), üçlü (TiAlN, TiCrN... vb), tek tabakalı, çok tabakalı kaplama uygulamaları geliştirilmiştir. Özellikle geçiş metal nitrürleri pek çok alanda ticari olarak yaygın şekilde kullanılmaktadırlar. Geçiş metallerin nitrürleri kovalent, metalik ve iyonik bağlarının karışımını içermekte ve bu bağ yapıları kaplamaların yüksek sertlik ve aşınma direnci, kimyasal kararlılık, iyi elektriksel iletkenlik ve süper iletkenlik gibi özelliklerin gelişmesine katkıda bulunmaktadır [14].

1.4.1. TiN Kaplamalar

Tüm FBK kaplamalar içinde en eski ve en bilinen kaplama türü TiN kaplamalardır. Genel olarak TiN kaplamalar demir, çelik vb. metallerin işlenmesinde, alüminyum alaşımlarının işlenmesinde ekstrüzyon, enjeksiyon ve kesme kalıplarında kullanılmaktadır. Ayrıca sahip olduğu altın renginden dolayı dekoratif amaçlı kullanıldığı pek çok alanda mevcuttur. TiN kaplamaların genel özellikleri Tablo 1'de verilmektedir.

TiN kaplamalar yüksek sertliği ve düşük ısıl geçirgenliği sayesinde ısı transferini engeller, takımların ısınarak sertliğinin düşmesini önler, krater oluşumunu ve serbest yüzey aşınmasını azaltır. Performans yönünden kaplanan parçaların ömründe 3-30 kat arasında bir artış sağlamaktadır [15, 16].

TiN kaplamaların yapısal özellikleri üzerinde, azot akış oranı, bias voltajının etkileri, birikme oranı araştırıldığında, azot akış oranını artırdıkça yüzey pürüzlülüğünün ve sertliğin arttığı gözlenmiştir. Bias voltajının artması filmin daha yoğun olmasını sağlamıştır. Birikme oranındaki artışın gerilme, sertlik ve yüzey pürüzlülüğünü artırdığı bulunmuştur [17].

Yapılan başka bir çalışma sonucunda nitrürlenmiş yüzeylere yapılan TiN kaplamaların yüzeye çok iyi tutunmadığı, bunun sebebinin nitrüleme sonucu oluşan beyaz tabaka olduğunu belirlenmiştir. Beyaz tabaka yapısı Fe_2N_4 olduğundan TiN ile iyi bağ oluşturmadığı görülmüştür. Bu yüzden Fe_xN fazının yüzeyden kaldırılması ve TiN'ün doğrudan reaksiyona girmesi ile daha iyi bağ oluşturacağı düşünülmektedir [18].

Wilson ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada, kuru ortamda yapılan aşınma deneylerinde TiN kaplamaların aşınma miktarlarının artan yük ile birlikte arttığı ve 100 N yükün üzerinde keskin bir şekilde aşırı plastik deformasyona uğradığı rapor edilmiştir [19].

TiN'ün aşınma özelliklerinin incelendiği bir çalışmada, düşük sıcaklık ve düşük kayma hızlarında yapılan deneylerde, aşınma miktarının düşük olduğu, fakat 450°C üzerindeki sıcaklıklarda yapılan deneylerde, aşınma direncinin azaldığı ve çabuk bir şekilde hasara uğradığı vurgulanmıştır. Bunun nedeni ise TiN kaplamaların yüksek sıcaklıklarda oksitlenme davranışlarının iyi olmaması şeklinde açıklanabilmektedir. Bu nedenle bu kaplamaların yüksek sıcaklıklarda aşınma dirençlerini artırmak için çeşitli elementler eklenerek oksitlenme direnci artırılmaya çalışılmaktadır [20].

Tablo 1. TiN kaplamanın özellikleri [16]

Kimyasal Bileşimi	TiN
Sertlik (HV)	2900±200
Oksidasyon sıcaklığı (°C)	550
Sürtünme katsayısı	0.65
Yüzey pürüzlülüğü (µm)	0.2
Kalınlık (µm)	2-3
Renk	Altın Sarısı

1.4.2. ZrN Kaplamalar

ZrN kaplamalar iyi aşınma direncine, yüksek sertlik ve sünekliğe ayrıca düşük sürtünme katsayısına sahip ve bu özelliklerinden dolayı da endüstride kullanılan oldukça iyi bir kaplamadır. Genel olarak demir dışı yumuşak metal ve alaşımları iyi soğutmalı ortamlarda kesme ve bu metal ve alaşımların talaşlı imalat işlemlerinde kullanılmaktadır. Kullanım alanının bu denli kısıtlı olmasının sebebi, endüstride kullanılan diğer kaplama çeşitlerine göre adezyon dayanımının daha düşük olmasından kaynaklanmaktadır.

Genel olarak bakıldığında TiN'e benzer özelliklere sahip olduğu görülmektedir. Rengi TiN kaplamaya göre daha açık ve göz alıcı olduğundan dolayı dekoratif uygulamalarda geniş bir uygulama alanı bulmaktadır. Ayrıca çok önemli özelliklerinden biri de, insan vücuduna biyolojik olarak en uygun kaplama çeşidi olmasıdır. Bu sebepten dolayı da özellikle tıbbi implantlarda kullanılmaktadır. ZrN kaplamaların genel özellikleri Tablo 2'de verilmektedir.

Yapılan bir çalışmada, ZrN ile TiN kaplamaların aşınma hızları karşılaştırıldığında, düşük yük (1N) ve kısa süreli (500 çevrim) parametrelerde uygulanan aşınma testlerinde ZrN'ün aşınma hızının TiN'e göre %50 daha düşük olduğu belirlenmiştir. Ayrıca aynı

çalışmada, ZrN'ün sürtünme katsayısının TiN'den ortalama %40 daha düşük olduğu gözlenmiştir [21]. Genel olarak düşük sürtünme katsayısı, yüksek aşınma direncine karşılık gelmektedir. Ancak aşınma direnci üzerine tek etken bu değildir. Aşınma direnci yüksek bir kaplamanın, düşük sürtünme katsayısına sahip olmasının yanı sıra, yüksek sertliğe, yüksek adezyon mukavemetine ve düşük yüzey pürüzlülüğüne sahip olması gerekmektedir.

Yapılan bir çalışmada, gerçekleştirilen aşınma deneylerinde ZrN kaplamanın düşük kayma hızlarında abrazif aşınmaya maruz kaldığı, yüksek kayma hızlarında ise adeziv aşınmaya rastlandığı belirtilmektedir [22].

ZrN kaplamanın aşınma özelliklerinin incelendiği başka bir çalışmada, kaplama AISI 1045 çeliği üzerine dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemiyle kaplanmıştır. Al_2O_3 bilye ile 2N yük ve 500 çevrim şartlarında yapılan pin on disk aşınma deneyleri sonucunda yapılan incelemelerde, oda sıcaklığından itibaren artan sıcaklıklarda sürtünme katsayısında artış tespit edilmiştir. Bunun nedeni ise yüzeyde oluşan metal oksitlerden dolayı abrazif aşınma meydana geldiği ve bu nedenle de sürtünme katsayısının arttığı şeklinde vurgulanmıştır. Aynı çalışmada, ZrN kaplamaların oda sıcaklığında, kaplanmamış yüzeye göre aşınma dayanımını %31 oranında artırdığı tespit edilmiştir [23].

Yapılan başka bir çalışmada, Si altlık üzerine PVD ile kaplanan ZrN ve ZrC kaplamaların mikroyapıları ve aşınma özellikleri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara bakıldığında, nano sertlik sonuçları oldukça yüksek değerlerde iken, incelemelerde kütleli halde küçük oksijen yığınları gözlenmiştir. Ayrıca iki kaplamanın da düşük sürtünme katsayısı ve aşınma hızlarında olduğu fakat özellikle ZrN'ün daha iyi değerlere sahip olduğu incelemeler sonucunda rapor edilmiştir [24].

Tablo 2. ZrN kaplamanın özellikleri [16]

Kimyasal Bileşimi	ZrN
Sertlik (HV)	2800±200
Oksidasyon Sıcaklığı (°C)	600
Sürtünme Katsayısı	0,61
Kalınlık (µm)	2-3
Yüzey Pürüzlülüğü	0,2
Renk	Açık Sarı

1.4.3. TiZrN Kaplamalar

TiN, yüksek sertlik, yüksek termal ve kimsayasal kararlılık, iyi aşınma direnci gibi özelliklerinden dolayı endüstride kesme takımları gibi birçok alanda kendine yer bulmaktadır. Fakat 450-500°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda yapılan mekanik işlemlerde düşük oksidasyon direncinden dolayı, kaplama hasara uğramaktadır. Yapılan birçok çalışmada, TiN'e Zr ilavesi meydana gelen TiZrN kaplamalar, yüzeyde oluşan oksit tabakası sayesinde mükemmel aşınma direnci sergilemektedir. Bununla birlikte, sertliği de dikkate değer bir şekilde artırdığı rapor edilmektedir [25].

TiZrN, doğru akım veya radyo frekans reaktif sıçratma, vakum ark kaplama gibi farklı kaplama teknikleriyle kaplanabilmektedir. Birçoğu altlığın ısıtılması temeline dayanmaktadır. Fakat sıçratma tekniğinin daha çok tercih edilmesi, işlemin düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesi ve altlığa ısı verilmesine gerek kalmamasından kaynaklanmaktadır. Bu durum işlem süresince hem zamandan, hem de masraftan tasarruf edilmesini sağlamaktadır.

Yapılan bir çalışmada, 0 ve 500V arasında farklı bias gerilimlerinde kaplanan TiZrN kaplamaların sonuçları incelendiğinde, en yüksek değerler, 36 GPa sertlik ve 77mN Lc₂ ile 300V bias geriliminde elde edilmektedir [26].

Yapılan başka bir çalışmada, silicon wafer numunelere, doğru akım dengesiz manyetik alanda sıçratma işlemi ile TiZrN film kaplanmış ve 700, 800, 900, 1000°C'de vakum altında ısıl işlem uygulanmıştır. Sonuçlar incelendiğinde 1000°C'de ısıl işlem uygulanan numunelerde ZrO₂ fazı görülmüş ve bu nedenle meydana gelen hacim genişlemesi yüzünden bası kalıntı gerilmelerinde dikkate değer bir artış olduğu gözlenmiştir. Ayrıca en düşük oksidasyon oranı da 1000°C'de 3 saat süren ısıl işlem sonucunda kaplanan TiZrN filmlerde görülmüştür [27].

V.V. Uglov ve arkadaşlarının yapmış olduğu bir çalışmada, vakum ark kaplama tekniği ile kaplanan TiZrN filmlerde, elde edilen nano sertliğin 40 GPa değerine ulaştığı rapor edilmiştir [28].

1.4.4. TiCN Kaplamalar

TiCN kaplamalar karbon içeren reaktif gazlar kullanılarak elde edilmektedir. Karbon oranı artırıldığından dolayı sertlikleri TiN kaplamalarına kıyasla daha yüksektir ve daha

düşük sürtünme katsayısını sahiptir. Fakat TiN'ün kullanıldığı her kullanım alanı için uygun olmamaktadır. Sadece yüksek sertlik ve tokluk gerektiren frezeler, raybalar, matkaplar, zimbalar ve kesme kalıpları için kullanılmaktadır. TiCN kaplamaların genel özellikleri Tablo 3'te verilmektedir.

Yapılan bir çalışmada, yüzeyi nitrülenmiş AISI H13 çeliğine TiCN kaplanmasıyla, çeliğin yüzey mikro sertliğinde ve aşınma ömründe dikkate değer bir artış olduğu gözlenmiştir [29].

Yapılan başka bir çalışmada, yüksek karbon oranının endüstriyel uygulamalarda TiCN'ün ömrünü önemli ölçüde artırdığı gözlenmiştir [29].

Senna ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada M2 yüksek hız çeliği ve orta karbonlu çelik üzerine reaktif manyetik alanda sıçratma yöntemiyle TiCN kaplanmıştır [30]. Yapılan incelemelerde taban malzeme bias geriliminin artmasının kaplamanın yapısını yoğun bir hale getirdiği, yüksek karbon oranının kaplamanın sertlik ve adezyon direncini artırırken, korozyon direncini azalttığı gözlenmiştir [30].

Dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemiyle kaplanan TiCN'ün tribolojik özellikleri incelendiğinde, sıcaklık arttığında sürtünme katsayısı ve aşınma miktarının gözlemlendiği belirtilmiştir [31]. Bu çalışma ile TiCN kaplamaların yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanmak için verimli olmadığı görülmüştür.

Tablo 3. TiCN kaplamanın özellikleri [16]

Kimyasal Bileşimi	TiCN
Sertlik (HV)	4000 ± 400
Oksidasyon sıcaklığı (°C)	400
Sürtünme katsayısı	0,45
Kalınlık (µm)	2-5
Yüzey pürüzlülüğü (µm)	0.18
Renk	Violet (Menekşe)

1.4.5. TiAlN Kaplamalar

TiAlN kaplamalarda yüksek sertlik değerine sahip TiN fazı aşınma direncini artırırken, yumuşak olan AlN fazı ise sürtünme katsayısının düşük olmasını sağlamaktadır [32]. Kaplama tabakasının özellikleri alüminyum miktarına göre değişmektedir. TiAlN kaplamasının rengi Ti/Al oranına bağlı olarak siyahtan bronzla doğru değişmektedir. TiAlN

kaplamaların genel özellikleri Tablo 4’te verilmektedir. TiAlN kaplamalar endüstride pek çok alanda başarılı performans göstermektedir. Bu performansın başlıca sebebi kaplama yüzeyinde oluşan Al_2O_3 tabakasıdır. Bu tabaka sayesinde özellikle yüksek sıcaklıklarda takım ve kalıplar için TiN ve TiCN kaplamalarından daha iyi performans sergilemektedir.

TiAlN kaplamaların önemli özellikleri yüksek sertlik, yüksek oksidasyon direnci, yüksek sıcaklıklarda sertlik ve düşük termal iletkenlik olarak özetlenebilmektedir. Bu sayılan özellikler TiAlN’ü kuru talaşlı imalat, yüksek hızlı işleme, sıcak ekstrüzyon ve basınçlı döküm uygulamaları için ön plana çıkarmaktadır. Yapılan bir çalışmada TiAlN kaplamaların 750-800 °C’ ye kadar oksidasyon direnci olduğu, ayrıca korozyon dirençlerinin ise TiN ve CrN kaplamalarından daha yüksek olduğu vurgulanmıştır [33].

TiAlN kaplamaların sahip olduğu düşük termal iletkenlik sayesinde, talaşlı imalat uygulamalarında ısının büyük kısmının talaş yoluyla atılmasını sağlamaktadır. Bu nedenle de taban malzeme termal olarak yüklenmez ve daha yüksek kesme hızlarına çıkılabilmektedir [34].

Yapılan çalışmada değişik bias gerilimlerinin TiAlN kaplamaları üzerine etkisi incelendiğinde, bias gerilimi arttıkça sertlik ve adezyon direncinin azaldığı ifade edilmektedir [35].

Yine bias gerilimi etkilerinin araştırıldığı başka bir çalışmada ise, düşük bias gerilimi ile elde edilen kaplamanın yoğun ve kolonlu bir yapıya sahip olduğu vurgulanırken, bias arttıkça amorf bir yapının gözlemlendiği vurgulanmaktadır [36].

Yapılan bir çalışmada ise, azot gaz akışının TiAlN kaplamalar üzerindeki etkisi incelendiğinde, azot akışının giderek artmasıyla birlikte kaplamada kolonlu yapının küçüldüğü ve daha yoğun bir yapının elde edildiği bildirilmektedir [33].

Tablo 4. TiAlN kaplamanın özellikleri [16]

Kimyasal Bileşimi	TiAlN
Sertlik (HV)	3600±400
Oksidasyon Sıcaklığı (°C)	800
Sürtünme Katsayısı	0,42
Kalınlık (µm)	2-5
Yüzey Pürüzlülüğü (µm)	0,2
Renk	Siyah/Füme

1.4.6. TiAlVN Kaplamalar

TiN kaplamalara göre yüksek sertlik, oksidasyon direnci ve aşınma direncine sahip TiAlN kaplamalar yüksek hızlarda işlem yapan talaşlı imalat takımlarında kullanılmaktadır. Fakat TiAlN kaplamaların sürtünme katsayı değerleri bazı uygulamalarda dezavantaj yaratmaktadır. Bu sebepten dolayı, bu kaplamaların sürtünme katsayısını düşürmek için kaplama parametreleri ve farklı element katkıları yapılan birçok çalışmaya literatürde rastlanmaktadır. Özellikle vanadyum katkısının bu kaplamaların yüksek sıcaklık uygulamalarında sürtünme, aşınma davranışlarında kayda değer katkı sağladığı birçok çalışmada rapor edilmektedir [37].

Yapılan bir çalışmada, yüksek hız çeliği HS6-5-2C (DIN 1.3343) taban malzemesi üzerine katodik ark kaplama tekniği ile farklı bias gerilmeleri ve sıcaklıklarda TiAlVN kaplanmıştır. Yapılan incelemeler sonucunda bias geriliminin artması sertliği de beraberinde 43GPa değerine kadar artırmıştır. Bununla birlikte 500°C sıcaklıkta sertliğin 18 GPa'a gerilediği ifade edilmiştir [38].

Yapılan başka bir çalışmada, AISI M2 yüksek hız çeliğine manyetik sıçratma yöntemiyle TiN, TiAlN ve TiAlVN kaplanmış ve bu kaplamaların mikro yapıları incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre TiN kaplamalara Al eklenmesiyle birlikte mikro yapıdaki kafes sabiti değeri azalmış, bununla birlikte TiAlN kaplamalara V eklenmesi kaplama mikroyapısının kafes sabiti değerini artırmasını sağladığı rapor edilmiştir. Ayrıca aynı çalışmada en yüksek sertlik değerine de TiAlVN kaplamalarda ulaşıldığı gözlenmiştir [39].

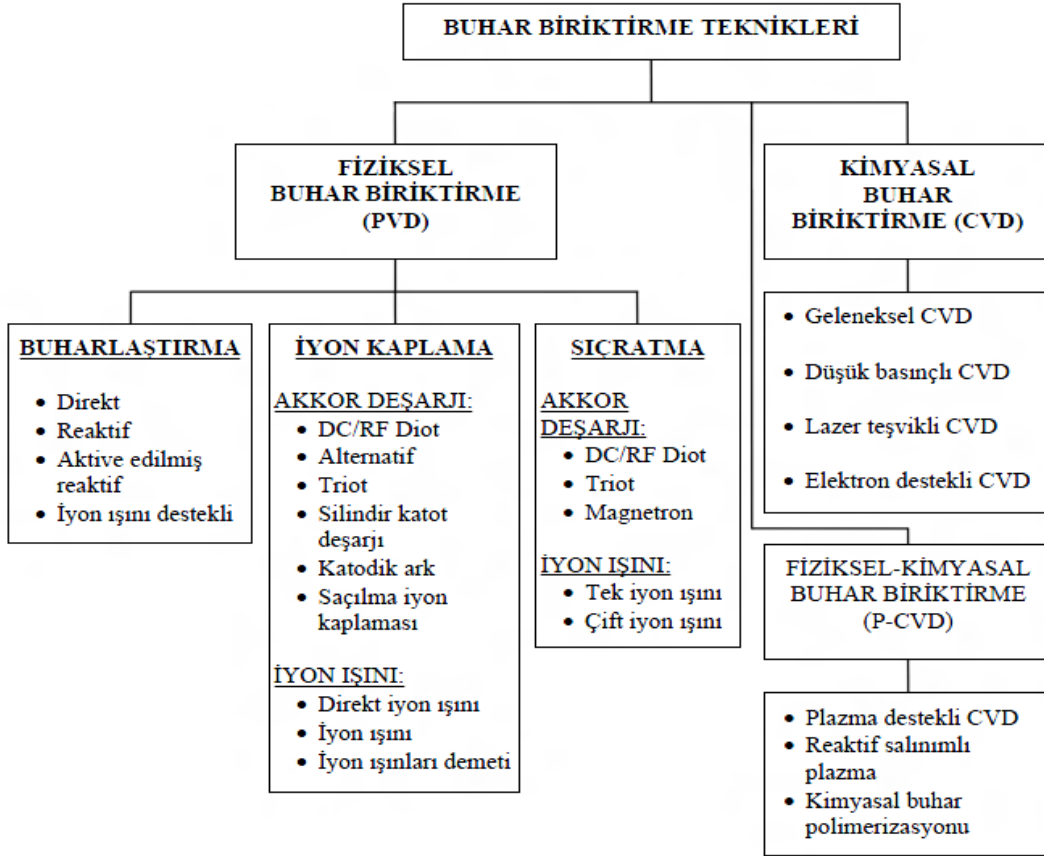
Tillmann ve arkadaşlarının, TiAlVN kaplamaların aşınma özellikleri üzerine yapmış olduğu bir çalışmada, TiAlVN'ün oda sıcaklığında yüksek sertlik ve aşınma direnci sergilediği bildirilmektedir. Ayrıca yüksek sıcaklıklara çıkıldığında kaplama yüzeyinde oluşan V_2O_5 tabakası sayesinde sürtünme ve aşınma davranışının kayda değer şekilde iyileştiği rapor edilmektedir [40].

1.5. Kaplama Üretiminde Kullanılan Yöntemler

1.5.1. Buhar Fazında Kaplama Teknikleri

Modern teknolojilerle yapılan yüzey işlemlerinde, buhar fazından yapılan kaplamalar çok hızlı teknolojik ve bilimsel gelişmelerin sağlandığı kaplama tekniklerinin başında gelmektedir. Bunun temel nedenlerinden biri seramik kaplamaların bu teknikler kullanılarak kolayca yapılabilmesidir. Tablo 5’de buhar fazında yapılan kaplama tekniklerinin sınıflandırılması görülmektedir.

Tablo 5. Buhar fazında kaplama teknikleri[41]



Günümüzde bu teknikler endüstride pek çok alanda kabul görmektedir. Kaplama işlemlerini vakum ortamında gerçekleştirmek hava ortamına göre pek çok avantajlara sahiptir. Bu avantajlara;

- Kaplamanın istenilen kimyasal orana daha yakın olması,
- Atmosfer koşullarındaki nem ve tozdan arındırılması,

- Kaplamanın daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi örnek olarak verilebilmektedir.

Atmosfer koşullarındaki nem ve tozdan arındırılması kaplamaların ömrünü büyük oranda iyileştirmektedir ve bu durum kaplama ile taban malzeme arasında kuvvetli adezyona sebep olmaktadır [42].

Tablo 5'te görüldüğü üzere buhar kaplama teknikleri fiziksel buhar kaplama ve kimyasal buhar kaplama (CVD) olmak üzere 2'ye ayrılır. CVD tekniğinde, sıcak taban malzemesi yüzeyi üzerinde atomistik olarak bir kaplama oluşturmak için, termal olarak ayrışabilen veya diğer gaz ya da buharlarla kimyasal olarak reaksiyona giren, buharlaşabilen bir kaplama malzemesi kullanılmaktadır. Bu yöntem bir gaz fazından kimyasal reaksiyonlar sonucu elde edilen yeni fazın yüzeye biriktirilmesi esasına dayanmaktadır. Kimyasal reaksiyonlar, genellikle 1500-2200 °C sıcaklık aralığında ve yaklaşık olarak 0,5 Torr'dan atmosfer basıncına kadar değişebilen bir basınç aralığında meydana gelir. CVD kaplamalar nispeten iyi yapışma gösterirler, fakat yüksek taban malzemesi sıcaklıklarının (1000-1200 °C) gerekmesi, bu tekniğin uygulamalarını yüksek sıcaklıklara dayanabilen taban malzemeleri ile sınırlandırmaktadır. Ayrıca bu sıcaklıklar, parçanın özellikleri ve yapısında değişimlere neden olabilmektedir.

Tablo 5'de görüldüğü üzere her iki teknik kendi içerisinde pek çok dallara ayrılmaktadır. Ancak bu çalışmada kullanılan kaplama yönteminden dolayı fiziksel buhar biriktirme yöntemleri üzerinde durulacaktır.

1.5.1.1 Fiziksel Buhar Kaplama Teknikleri

Fiziksel buhar kaplama tekniği, esas olarak vakum altında bulunan malzemelerin buharlaştırılarak veya sıçratılarak atomların yüzeyden kopartılması ve kaplanacak olan taban malzeme yüzeyine atomsal veya iyonik olarak biriktirilmesi esasına dayanmaktadır. Diğer bir ifade ile fiziksel buhar kaplama tekniği, kaplamak için üretilen buhar akısının fiziksel yöntemlerle oluşturulduğu ve kaplama işlemlerinin vakum ortamında gerçekleştirildiği bir yöntemdir [43]. Bu teknik yüksek vakum altında atomik seviyedeki buharın taban malzeme üzerine biriktirilmesi ile gerçekleştirilir ve kaplama sıcaklığı genellikle 500°C'nin altındadır.

İlk fiziksel buhar kaplamalar (FBK) Michael Faraday tarafından 1850 yılında tellerin buharlaştırılması vasıtasıyla yapılmış olup, o dönemdeki kaplamaların kalitesi çok düşük

olduğundan ve vakum elde edebilmek için kullanılan donanımların yeterli olmamalarından dolayı bu konular bilimsel bir merak olarak kalmışlardır. 1888 yılında Kundt FBK tekniği ile üretilmiş ince filmlerin yansıtma özellikleri üzerine bir takım çalışmalar yapmış ve bunu takip eden yıllarda, ince metal film tabakaların kinetiği, gazların difüzyonu ve gaz-metal reaksiyonları üzerine bir takım akademik çalışmalar yapılmıştır [44]. İlk sıçratma kaplamaları 19. Yüzyılın ortalarında Grove tarafından floresan tüpler ile alakalı bir çalışmada gerçekleştirilmiştir ve çoğunlukla sıçratma yöntemiyle imal edilen kaplamalar 1930'lu yıllara kadar ayna yapmak için kullanılmıştır. 1920'li yıllarda difüzyon pompasının geliştirilmesi kaplama odasının vakum buharlaşmayı kontrol edebilmek için yeterince düşük seviyelerdeki basınç değerlerine düşürülmesine olanak sağlayarak kaplama teknolojisinin geliştirilmesinde önemli katkılar sağlamıştır. Vakum teknolojisinde sağlanan gelişmeler sonucunda ise, FBK tekniği endüstriyel olarak kullanılmaya başlanmıştır.

FBK tekniği ile hemen hemen her metal, alaşım, seramik, metaller arası ve bazı polimerik malzemeler ile bunların karışımları, vakumdaki çalışma sıcaklıklarında kararlı olan her malzemedan (metaller, seramikler, plastikler ve kâğıt gibi) üretilmiş taban malzemeleri üzerine kolaylıkla kaplanabilmektedir. Günümüzde hala basit vakum buharlaştırma yöntemiyle kaplamalar üretilmektedirler. Günümüzde FBK teknikleriyle üretilen tribolojik kaplamaları dört grupta toplamak mümkündür [7, 45, 46].

1. Aşınmaya dirençli sert seramik kaplamalar
2. Yumuşak katlı yağlayıcı kaplamalar
3. Çok katlı ya da kompozit kaplamalar
4. Hibrit kaplamalar

Buhar fazında biriktirme işlemi aşağıdaki 5 kademelerde gerçekleşmektedir [44].

1. Kaplanacak malzemenin hazır hale getirilmesi,
2. Kaplanacak malzemenin sıvı veya katı fazdan buhar fazına geçirilmesi,
3. Bileşiklerin kaplanmasında, buhar fazındaki kaplanacak malzemeye ilave olarak ortama verilen reaktif gaz ve ikisi arasındaki reaksiyon gelişimi,
4. Buhar fazının, kaynaktan kaplanacak parça yüzeyine taşınımı,
5. Buhar fazının yüzeyde biriktirilmesi, film çekirdeklerinin oluşumu ve gelişimi,

FBK tekniğinin avantajları şu şekilde özetlenebilir:

1. Teorik olarak her çeşit metal, alaşım, seramik ve polimer kaplamaları elde etmek mümkündür. Hemen hemen her taban malzemesi üzerine biriktirilebilmektedir.

2. FBK teknolojisi ile kaplamaların yanı sıra; saç, folyo ve boru gibi parçalarda biriktirilebilmektedir.
3. Biriktirme hız aralığı oldukça geniş ve yüksek hızda üretim yapılabilir.
4. Kaplamalar mükemmel yapışma özelliğine sahip olmaktadır.
5. Kaplama sonrası elde edilen yüzey pürüzlülüğü, taban malzemesi yüzey pürüzlülüğüyle hemen hemen aynı olduğundan, kaplama işlemi sonrasında zımparalama ve parlatma gibi yüzey işlemlerine gerek duyulmamaktadır.
6. Kontrollü vakum ortamı, yüksek saflıkta kaplamaların elde edilmesini sağlamaktadır.
7. FBK tekniklerinin hiçbiri, çevreye zararlı zehirli atıklar üretmezler.
8. Kaplama işlemlerinin nispeten düşük sıcaklıklarda yapılması, ısı işlem görmüş takım çeliklerinin sertlik kaybını önlemektedir.
9. Geometrik olarak parçaların döner mekanizmalarla homojen olarak kaplanabilmesi mümkündür ve kaplama kalınlığının düşük olması (1-5 μ m) parça toleransını muhafaza edilmesini sağlamaktadır.
10. Kesici takımlar, keskin köşe ve uçlarının özellikleri bozulmadan kaplanabilmektedirler, ayrıca takımlar ve kalıplar bilindikten sonra tekrar kaplanabilmektedirler.

FBK tekniği;

- Termal buharlaştırma,
- Sıçratma,
- Reaktif ve reaktif olmayan katodik ark kaplama,
- İyon kaplama (plating),
- Darbeli lazer kaplama yöntemlerini içermektedir [47].

Temel FBK işlemleri iki ana başlıkta incelenir: sıçratma (sputtering) ve buharlaştırma (evaporation) [42, 47].

1.5.1.1.1. Buharlaştırma Tekniği

Buharlaştırma tekniği, katı malzemeyi buhar akısına dönüştürmede kullanılan en eski, en yaygın ve aynı zamanda en kolay tekniklerden birisidir. Tekniğin esası, hedef malzemenin ısıtılması ile birlikte, sahip olduğu buhar basıncının artırılmasına ve bu sayede kritik sıcaklıkta ortam basıncını aşarak hedeften buhar olarak ayrılıp daha sonra taban

malzeme üzerine biriktirilmesine dayanmaktadır. Buharlaştırma işlemi genelde vakum ortamında yapılmaktadır. Bunun sebebi, yüksek ısı girişi olmadan makul değerlerde kaplama akısı sağlayabilmektir. Aynı zamanda sistem vakum ortamında olduğundan, buharlaşan atomlar kaplanacak parçaya doğru enerjilerini kaybetmeden ilerleyebilmektedirler ve parça üzerinde önce çekirdek oluşumu ve daha sonra çekirdeğin gelişimi şeklinde birikmektedirler. Buharlaştırma sistemlerinde kaynak malzemesi, toz, tel veya çubuk şeklinde olabilmektedir ve buharlaştırılmaları için çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Bunlar,

- Rezinstanslı buharlaştırma
- Radyasyonlu buharlaştırma
- Radyo frekansı (RF) endüksiyonuyla buharlaştırma
- Elektrik arkli buharlaştırma
- Lazerli buharlaştırma
- Elektron ışınli buharlaştırma olarak sıralanmaktadır.

Buharlaştırmanın başlıca avantajı diğer biriktirme teknikleriyle kıyaslandığında daha basit ve ucuz olması aynı zamanda yüksek biriktirme hızlarına sahip olmasıdır. Buharlaştırma tekniği, buhar türlerinin düşük kinetik enerjilerinden dolayı, genelde düşük kaplama yapışması oranıyla sonuçlanmaktadır. Ayrıca yüksek taban malzemesi sıcaklıkları, ince taban malzemelerinin yapısının bozulmasına ve metalik taban malzemelerine yapılan ısı işlemin değişikliğe uğramasına neden olabilmektedir. Bu yüzden diğer buhar biriktirme tekniklerine göre, tribolojik uygulamalarda daha az tercih edilmektedir. Fakat basit oluşu, düşük maliyeti ve kaplama üretme oranının bazı durumlarda dakikada 100 μ m değerlerinde olması bu yöntemi diğer yöntemlerle yarışabilir bir konuma getirmektedir.

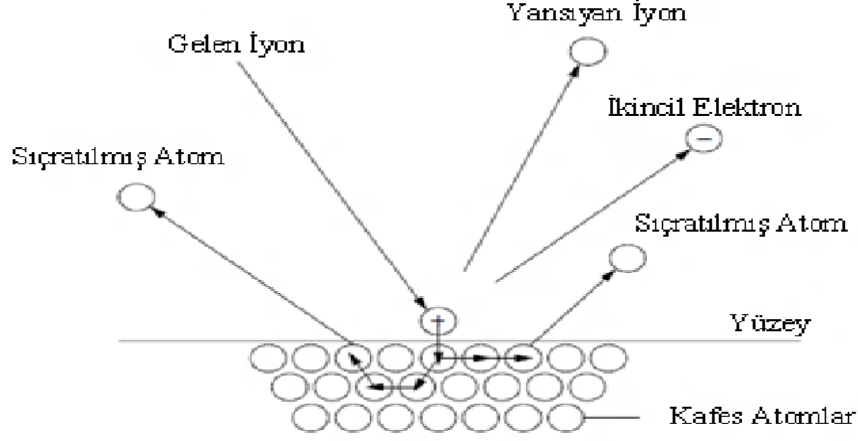
Kaplanan malzemenin enerjili parçacıklar tarafından (iyon ve enerjili nötronlar) bombardıman edilmesi çok büyük bir öneme sahiptir. Bu nedenle plazma üretme yöntemi kaplanan filmin özellikleri ve yapısı için çok büyük öneme sahiptir. Atomik olarak kaplanan filmlerin özellikleri kaplanan malzemeye, taban malzemenin yüzey kimyasına ve morfolojisine, yüzey hazırlama işlemlerine, kaplama yöntemine ve kaplama parametrelerine çok güçlü bir şekilde bağlıdır [7, 48].

1.5.1.1.2. Sıçratma Tekniđi

Fiziksel buhar biriktirme yöntemlerinden diđeri olan sıçratma ilk defa 1852 yılında Grove tarafından doğru akım gaz deşarj tüplerinde gözlenmiştir. Burada Grove, deşarj tüplerinin katot yüzeylerinin enerjili iyonlar tarafından sıçratıldığını ve katot malzemelerinin deşarj tütünün iç duvarına kaplandığını gözlemlemiştir. O zamanlarda, tüp içerisinde katot yüzeylerinin bozulmasına neden olduğundan istenmeyen bir durum olarak kabul edilen sıçratma işlemi, günümüzde sıçratma yüzey temizleme, ince film kaplama, yüzey ve yüzey katmanları analizi gibi alanlarda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [48]. Sıçratma yöntemi, 1877'li yıllara kadar aynaları kaplamak için kullanılmıştır. Daha sonra, radyo frekans (RF) sıçratmanın geliştirilmesi, yalıtkanların direk kaplanmasına izin vermiş ve manyetik alanda sıçratmanın geliştirilmesi ise taban malzemeye zarar vermeksizin çok daha yüksek kaplama oranları sağlamıştır. Bu iki teknik, sıçratmanın, yüksek kalitede metal, alaşım ve basit inorganik bileşikler kaplamak için, elektron ışını ve termal buharlaştırma gibi diđer fiziksel buhar kaplama (PVD) yöntemleri ile yarışabilmesine izin vermiştir.

Temel olarak sıçratma momentum transferini esas alan bir yöntemdir. Sıçratma tekniğinde, buhar fazının elde edileceđi hedef malzeme pozitif gaz iyonları ile bombardımana tutularak, hedef malzeme yüzeyinden atom veya atom grupları kopartılmaktadır. Hedef malzeme yüzeyinden kopartılan atom veya atom grupları, oluşan plazma içerisinde buhar fazına geçmektedirler [44, 49]. Taban malzemeler, sıçratılmış atomların akışını kesecek şekilde yerleştirilmektedir. Buhar fazının taban malzeme yüzeyi üzerinde biriktirilmesi neticesinde, sıçratma ile buhar fazının elde edildiđi fiziksel buhar kaplama işlemi gerçekleşmiş olmaktadır. Bu teknikte, yüzeye bir parçacık çarptığında ortaya çıkan etki, yüzeye çarpan parçacığın enerjisine, geldiđi açıya, yüzey atomlarının bağ enerjisine ve çarpışan parçacıkların kütesine bağlıdır. Buharlaştırma yöntemi ile malzemelerin kaplanması işleminde hedef malzemenin ergimesinden dolayı kaplamanın kimyasal oranında kayıp meydana gelebilirken, bu durum, sıçratma yönteminde kaplama malzemesinin momentum transferiyle taban malzemeye kaplanmasından dolayı meydana gelmez. Bu durum sıçratma yönteminin çok yaygın bir şekilde kullanıldığını gösteren nedenlerin başında gelmektedir [50]. Sıçratma işleminde, ortamdaki diđer malzemeler ile reaksiyona girmeyecek asal gaz iyonları kullanılmaktadır. Sıçratma işlemi için yaygın olarak pozitif yüklü argon gazı iyonları kullanılmaktadır [44].

Sıçratma olayı, şematik olarak Şekil 16’da gösterilmektedir.



Şekil 16. Sıçratma işleminin şematik gösterimi

Sıçratılmış atomların ortalama enerjileri, 10-40 eV arasında değişir. Buharlaştırmada ise, buharlaşmış atomların 0,1-0,3 eV’luk enerjilere sahip olduğu görülür. Bu yüzden de sıçratma tekniği, buharlaştırma ve diğer birçok kaplama teknolojisiyle karşılaştırıldığında nispeten yüksek enerjili bir tekniktir. Kaplama malzemesi, buhar fazına kimyasal veya termal bir işlemde ziyade mekaniksel bir işlemle (momentum değişimi) geçtiğinden dolayı, hemen hemen her malzeme bu teknikle kaplanabilmektedir.

Sıçratma kaplama tekniklerinin diğer ince film kaplama yöntemlerine göre bazı ayırt edici avantajları bulunmaktadır. Bu avantajlar:

1. Taban ve film malzemelerinin sınırsız olması.(örneğin metaller, yarı iletkenler, yalıtkanlar, alaşımlar, bileşikler)
2. Düşük sıcaklıklarda refrakter malzemelerin kaplanmasının kolaylığı
3. Çok tabakalı ve çok bileşenli filmleri kolaylıkla kaplayabilme
4. Filmlerin kalınlığının üniform olması
5. Filmlerin adezyonunun çok yüksek olması
6. Sürecin çevre dostu olması

Sıçratma kaplama teknikleri bazı dezavantajlara da sahiptir. Bu dezavantajlar:

1. Hedef (kaynak) malzemeler genellikle tabaka ya da tüp şeklinde olmalıdır.
2. Vakum ortamı gerektirdiği için kurulum maliyetleri yüksektir
3. Enerji iletkenlikleri düşüktür.

4. Kaplama hızı düşüktür.

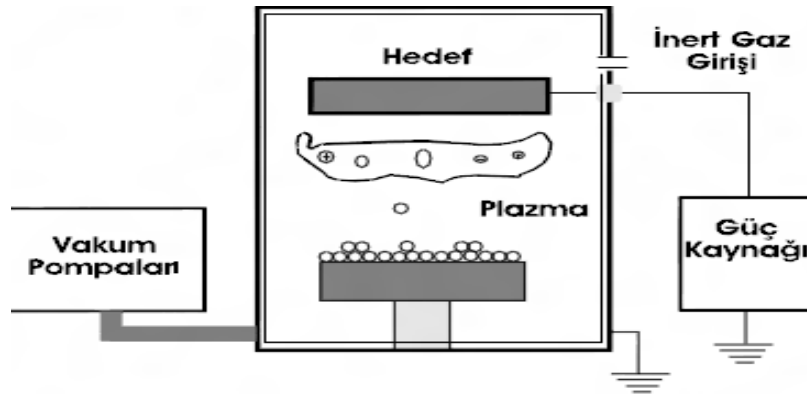
Sıçratma tekniğinde kaplama hızı ve özelliklerine etki eden faktörler:

1. Sistem geometrisi
2. Kaynak-hedef uzaklığı
3. İner gazın saflığı
4. Hedef malzemenin sıcaklığı
5. Ortam temizliği

Sıçratma tekniği, doğru akım diyot sıçratma, doğru akım triyot sıçratma, radyo frekans sıçratma ve manyetik alanda sıçratma şeklinde 4 ana başlık altında incelenebilmektedir.

1.5.1.1.2.1. Doğru Akım Diyot Sıçratma

Doğru akım diyot en basit ve en eski sıçratma kaplama tekniğidir. Kaplama odası birbirinden 10-30 cm uzaklıkta duran ve çapları 3-10 cm arasındaki iki elektrottan (anot ve katot) oluşmaktadır. Bu iki elektrot genelde birbirlerine paralel yerleştirilmektedir. Katot hem hedef malzemesinin sıçratılması için hedef taşıyıcı olarak hem de kararlı ve sürekli bir plazma eldesi için katot olarak iki işlev yerine getirmektedir. Diğer elektrot altlık malzeme için tutucu görevini görmektedir. Doğru akım diyot sıçratma şematik görünümü Şekil 17’de verilmektedir.



Şekil 17. Doğru akım diyot sıçratma şematik görünümü

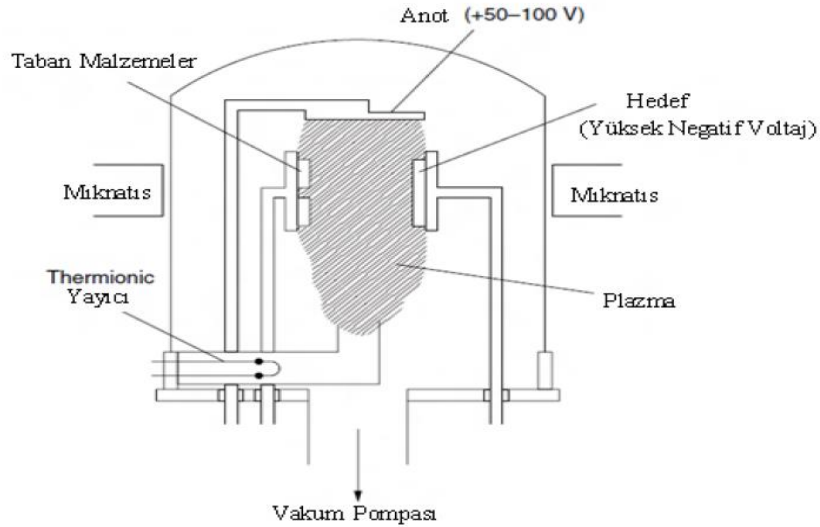
Vakum odasının havasının boşaltılmasının ve içeriye çalışma gazının verilmesinin ardından anot ile katot arasında bir plazma meydana gelmektedir. Plazma esnasında

katodun hemen önünde bir karanlık bölge oluşmaktadır. Plazma içerisindeki elektrik gerilimi düşüşünün büyük bir bölümü bu bölge üzerinde olmaktadır. Plazma içerisinde çarpışmalar sonucu oluşan iyonlar bu büyük potansiyel fark nedeniyle hedefe doğru ivmelenmektedir. İyonların enerjileri 100-1000 eV arasında olabilmektedir ve iyonlar bu enerjiyle hedef yüzeyini bombardıman etmektedir. Bombardıman ile hedef malzemenin atomları ortama sıçratılmaktadır. Sıçratılan bu atomlar belirli açısız dağılımlar ve enerjilerle hareket ederek karşı tarafta bulunan malzemeye çarpmakta ve burada birikmektedirler [51].

Bu teknik önemli dezavantajlara sahiptir. Bunlar, düşük kaplama oranı, yüksek çalışma basıncı ve kullanılacak hedef malzemenin elektriği iletme şartıdır. Bu olumsuzluklar nedeniyle, zaman geçtikçe sistemin bu dezavantajlarını ortadan kaldırmak ve performansını yükseltmek için yeni yöntemler geliştirilmiştir.

1.5.1.1.2.2. Doğru Akım Triyot Sıçratma

Doğru akım diyot sıçratma sistemine bir elektron kaynağı ve yardımcı anot eklenmiştir. Doğru akım triyot sıçratma şematik görünümü Şekil 18’de verilmektedir.



Şekil 18. Doğru akım triyot sıçratma düzeninein şematik resmi

Elektron kaynağı olarak kullanılabilen bir volfram katot ısıtarak gaz basıncından bağımsız olarak iyonlaşma verimini yükseltebilmektedir. Isıtılan katottan yayılan

elektronlar anot tarafından çekilmektedir. Yeterli anot gerilimi elektronları ivmelendirerek gaz molekülleriyle çarpışma sonucu iyonizasyona sebep olacaktır. Sıçratılmak istenen hedef malzeme, oluşan plazma içine yerleştirilir ve çoğu zaman iyonları çekmesi ve elektronları da itmesi için negatif gerilim uygulanır. İyonların hareketliliği elektronlara kıyasla daha az olduğundan potansiyel düşüş hedef malzemesi yüzeyinin hemen önünde gerçekleşmektedir [51].

Çoğu triyot sıçratma tekniğinde sisteme dışarıdan bir manyetik alan uygulanmaktadır. Böylece katottan serbest bırakılan ve anoda doğru hareket eden elektronların manyetik alanın etkisiyle çarpışma olasılığı artacağından iyonlaşma verimi de yüksek olmaktadır ve daha yüksek sıçratma hızlarına ulaşılmaktadır. Triyotlar düşük basınçlarda ve voltaj değerlerinde daha yüksek kaplama oranı sağlarlar. Triyotların dezavantajları ise eksen boyunca uniform olmayan plazma dağılımı yüzünden yüzeye uniform olmayan bombardımana neden olmasıdır [45].

1.5.1.1.2.3. Radyo Frekans Sıçratma

Doğru akım diyot sıçratma tekniği ile yalıtkan bir hedef malzemesinin sıçratılması mümkün değildir. Böyle bir sistemde herhangi bir şekilde dışarıdan plazma ateşlenebilse dahi hedef yüzeyine ivmelenen artı iyonlar burada nötr hale gelebilecekleri elektron bulamayacaklar ve yüzeyde bir artı yük oluşturacaklardır. Bu gibi durumlarda doğru akım gerilim güç kaynağı yerine radyo frekans güç kaynağı kullanılmaktadır. Bu sistemlere radyo frekans sıçratma sistemleri denmektedir. RF sıçratma yöntemi 1960'lı yıllarda özellikle dielektrik filmlerin kaplanmasında kullanılmaktaydı fakat günümüze bakıldığında kullanım alanları dikkate değer bir şekilde artmıştır [48].

Radyo frekans sistemleri genellikle 5 ile 30 MHz'lik frekanslar arasında çalışmaktadırlar. Ancak, plazma sistemleri için Federal Communications Commission'un kararlaştırdığı 13.56 MHz frekans değeri yaygın olarak kullanılmaktadır [50]. Elektrot RF jeneratörüne bağlandığı zaman, elektron ve iyonların hareketliliklerindeki farklılıklar nedeniyle elektrotta negatif bir gerilim oluşmaktadır [52]. RF sıçratma yönteminde sıçratma oranı düşük olmasına rağmen elektriği iletmeyen hedef malzemelerin kaplanmasında kullanılmaktadır. Elektriği iletmeyen hedef malzemelerin RF sıçratma yöntemiyle kaplanmasındaki en büyük dezavantajlarından biri, çoğu dielektrik

malzemelerin ısı iletim katsayılarının düşük olması, ısıl genişleme katsayılarının yüksek olması ve çoğunlukla gevrek malzemeler olmalarıdır [7, 53].

1.5.1.1.2.4. Reaktif Sıçratma Yöntemi

Reaktif sıçratma işlemi hedef malzemenin kaplanmadan önce ortamdaki reaktif gaz molekülleri ile reaksiyona girmesi sonucunda malzemeye kaplanması işlemidir. Reaktif sıçratma yönteminde temel problem, hedef malzeme yüzeyinde sıçratma işlemini engelleyen bir film oluşmasıdır. Bu duruma hedef zehirlenmesi adı verilmektedir. Hedef malzemenin zehirlenmesi sıçratma oranını ve verimliliğini olumsuz yönde etkilemektedir [7].

1.5.1.1.2.5. Manyetik Alanda Sıçratma

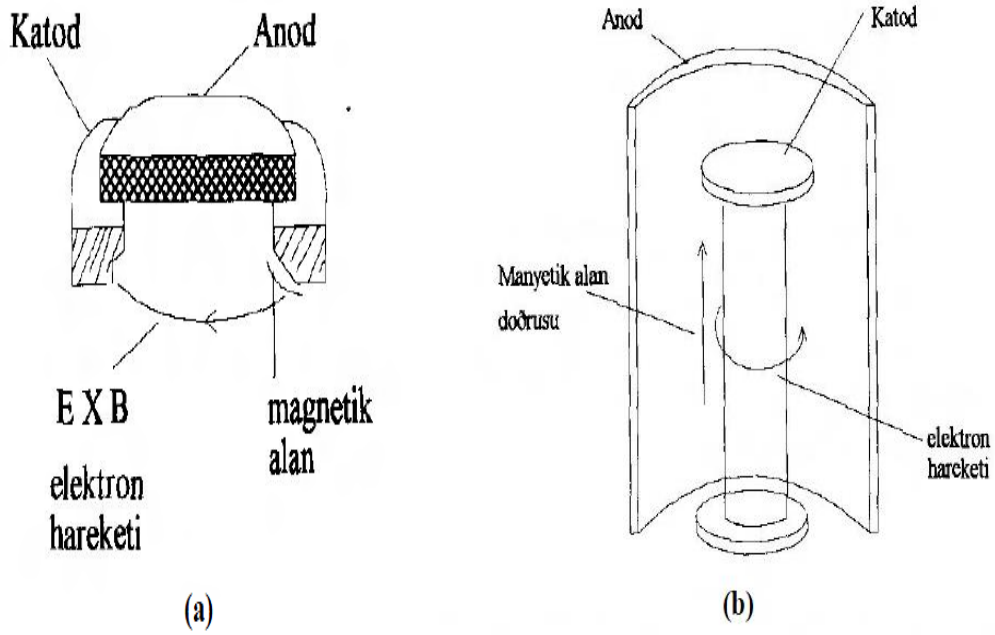
Buraya kadar ki üzerinde durulan temel sıçratma teknikleri yıllardır bilinmesine ve birçok malzeme bu sıçratma teknikleriyle başarılı bir şekilde kaplanmasına rağmen, düşük kaplama oranı, plazmada düşük iyonizasyon verimliliği ve taban malzemesinin aşırı ısınması gibi bazı dezavantajlara sahip olmaları kullanım alanlarını sınırlandırmıştır [54]. İlk kullanılmaya başlandığında kaplama özellikleri istenildiği gibi olmasa da, manyetik alanda sıçratma tekniğinde yapılan bir takım değişikliklerle günümüzde istenilen özellikte kaplamalar yapmak mümkün olmaktadır [55].

Kullanımına başlanan ilk yıllardaki olumsuzluklar dengeli manyetik alanda sıçratma ve daha sonraları dengesiz manyetik alanda sıçratma teknikleriyle aşılmıştır. Bakıldığında iki yöntem arasındaki temel farklılık, plazmanın hedef malzeme yüzeyine hapsolme derecesidir. Geleneksel manyetik sistemlerde, plazma hedef malzeme yüzeyinden 60mm alan içerisinde yoğun bir şekilde bulunmaktadır. Ancak geleneksel diyot sistemlere bakıldığında, iyonlar hedef yüzeyinden daha uzakta oluşturulmaktadır. Bu nedenle iyonların kaplama ünitesinin duvarlarına çarparak enerjilerini kaybetme ihtimalleri daha yüksek olmaktadır [54].

Manyetik alanda kaplama işleminde, katot yüzeyinde paralel olarak uygulanan manyetik alan elektron tuzakları oluşturmaktadır ve katoda yaklaşan elektron hareketlerini kısıtlamaktadır. Manyetik alan çizgisinde yakalanan elektronlar manyetik alan sebebiyle anoda yönelmektedir veya çoğunlukla gaz atomlarıyla çarpışma yaparak altlığa doğru

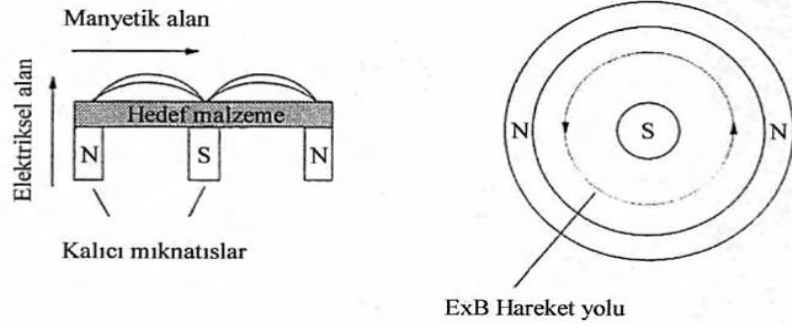
ilerlemektedir. Bu iyonlaşma mekanizması yüksek verimi sebebiyle düşük voltaj ve yüksek akım yoğunluğunda çalıştırılabilmektedir. Sonuç olarak yüksek malzeme koparma hızı elde edilmektedir [56].

Günümüzde ince film kaplamada pek çok manyetik sıçratma sistemleri kullanılmaktadır. Bunlarda en önemlileri silindirik diğeri ise düzlemsel şekilde olan sistemlerdir [48]. Düzlemsel ve manyetik sistem şematik gösterimleri Şekil 19'da verilmektedir.



Şekil 19. a) Düzlemsel manyetik b) silindirik manyetik

Doğru akım diyot sistemlerde, katottan çıkartılan elektronlar hızlı bir şekilde katottan uzaklaştıklarından dolayı plazma boşalmasını verimli bir şekilde besleyememekteydiler. Bu durum uygun bir manyetik alan kullanılarak, elektronlar hedef yüzeyinde kalacak şekilde yönlendirilebilmesi ve magnetlerin uygun düzenlenmeleri sayesinde elektronların hedef yüzeyinde daire çizmeleri sağlanabilmektedir. Bu yüksek elektron akısı yüksek yoğunlukta bir plazma sağlamaktadır [7, 52]. Dairesel düzenli manyetik alan şematigi Şekil 20'de verilmektedir.



Şekil 20. Dairesel düzenli manyetik alan

Hareket yolunu ifade eden ExB değerinde, E elektrik alanı, B ise manyetik alanı ifade etmektedir.

Manyetik sıçratma teknolojisi 1970'den bu yana aşamalı olarak endüstriyel uygulamaların kapsamına girmiştir. Dekorasyon alanında, yarıiletken ve süperiletken ince film üretiminde kullanımı hızla yaygınlaşmaktadır [57]. Bu teknoloji son 10 yılda ise Avrupa'da ve ABD'de hızlı bir gelişim göstermektedir. Bu gelişme birçok piyasa sektöründe yüksek kaliteli fonksiyonel filmler için talebin artmasından kaynaklanmaktadır [58].

1.5.1.1.2.5.1. Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma

İlk olarak, Window and Savvides (1986), geleneksel dengeli manyetik alan yönteminde mıknatısların manyetik alan konfigürasyonunu değiştirerek dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemini geliştirmişlerdir. Bu yöntemde manyetik alanın dış mıknatısları, merkezdeki mıknatısa göre daha kuvvetli seçilerek plazmanın manyetik alan çizgilerini takip etmesi ve taban malzemeye kadar yayılması sağlanmaktadır. Bu şekilde manyetik alanın dengesini bozarak, plazmanın hedef ve taban malzeme arasında, manyetik alan yardımıyla kapanması sağlanır. Bu konfigürasyon, sıçratma sırasında üretilen ikincil elektronlardan çoğunun, manyetik alan çizgileri boyunca hedef malzemeden taban malzemeye doğru gitmesini sağlar. Pozitif iyonlar da elektrostatik çekimle elektronları takip eder. Böylece taban malzeme yakınında iyonizasyon gelişir ve taban malzeme yüzeyindeki iyon bombardımanı artar.

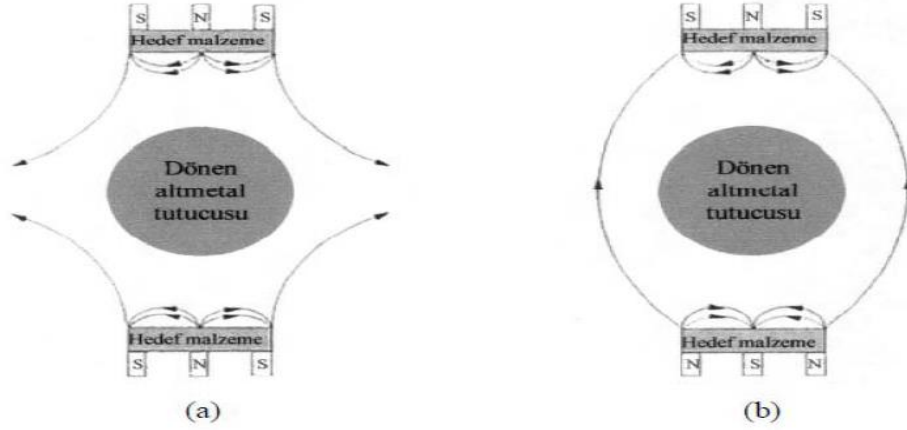
Taban malzemeye yüksek iyon akımı gönderebilme ve enerjiyi değiştirebilme yeteneği, dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemini çok yönlü kaplama sistemi haline

getirmiştir. Bu yöntemle kaplama parametreleri geniş bir aralıkta değiştirilerek çok kaliteli metal kaplamalar yapılabilmektedir [59].

Dengesiz manyetik sistem, bazı elektronların ortamdaki kaçmasına müsaade edildiği manyetik konfigürasyon sistemidir. Dengesiz manyetik alan sistemler, elektronların bilerek katot yüzeyinden daha uzakta da plazma oluşturabilmeleri için elektronların kaçmasına müsaade edecek şekilde tasarlanmıştır [7].

1.5.1.1.2.5.2. Kapalı-Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma

Dengesiz magnetronlar sağladıkları faydalara rağmen bu teknik ile karmaşık bileşenli uniform kaplamalar elde etmek zordur. Bu yüzden, bu teknolojiyi ticari olarak kullanmak için çoklu magnetron sistemleri geliştirilmiştir. Bu sistemlerde mıknatıslar özdeş yada karşıt kutuplu şekilde düzenlenmektedirler. Birinci durumdaki konfigürasyon ‘aynalı’ olarak, ikinci durumdaki konfigürasyon ise ‘kapalı alan’ olarak tanımlanmaktadır ve her iki durumda Şekil 21’de gösterilmektedir [54].

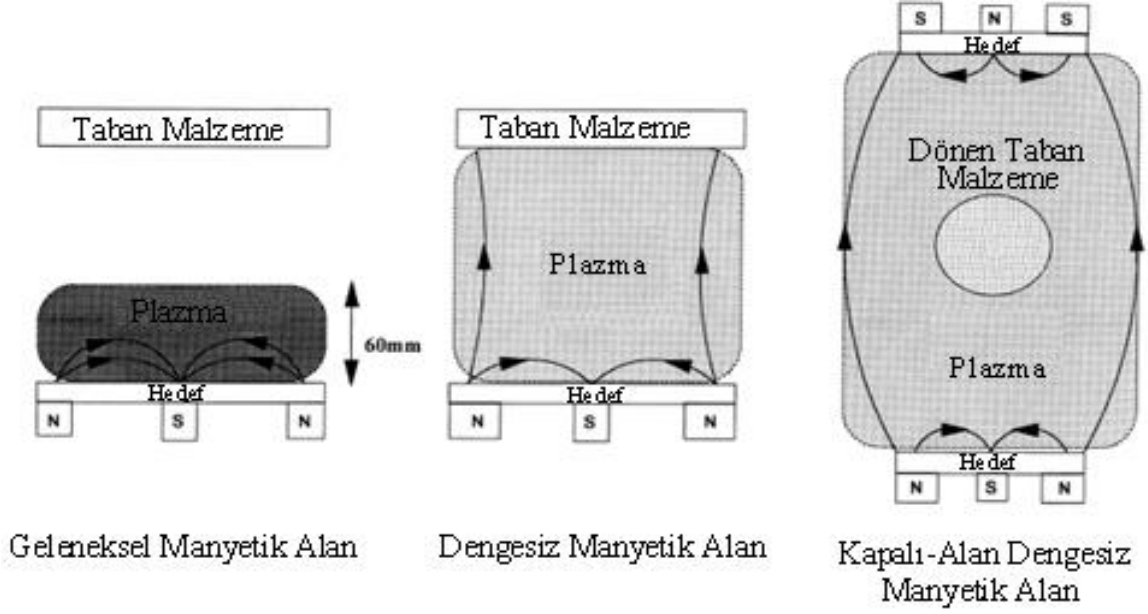


Şekil 21. Kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma sistemleri a) aynalı b) kapalı alan

Aynalı sistemlerde manyetik alan çizgileri kaplama odası duvarlarına doğru gitmektedir. Ancak bu sistemde çizgileri takip eden ikincil elektronların plazmadan kaçmasına neden olarak malzeme bölgesinde plazma yoğunluğunu düşürmektedir.

Kapalı alan sistemlerde ise, manyetik alan çizgileri birbirleriyle bağlanmaktadır ve ikincil elektronlar için kapalı bir tuzak oluşturmaktadırlar. Bu nedenle elektronların dışarı kaçma ihtimali azalmasından dolayı, taban malzeme bölgesinde yoğun bir plazma

meydana gelmekte ve buda filmin uğrayacağı iyon bombardımanını artırmaktadır. Geleneksel, dengesiz ve kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma sistemlerinin karşılaştırması Şekil 22’de verilmiştir.



Şekil 22. Geleneksel, dengesiz, kapalı-alan dengesiz manyetik alanda sıçratma sistemlerinde manyetik alan çizgilerinin ve plazma görünümünün karşılaştırılması

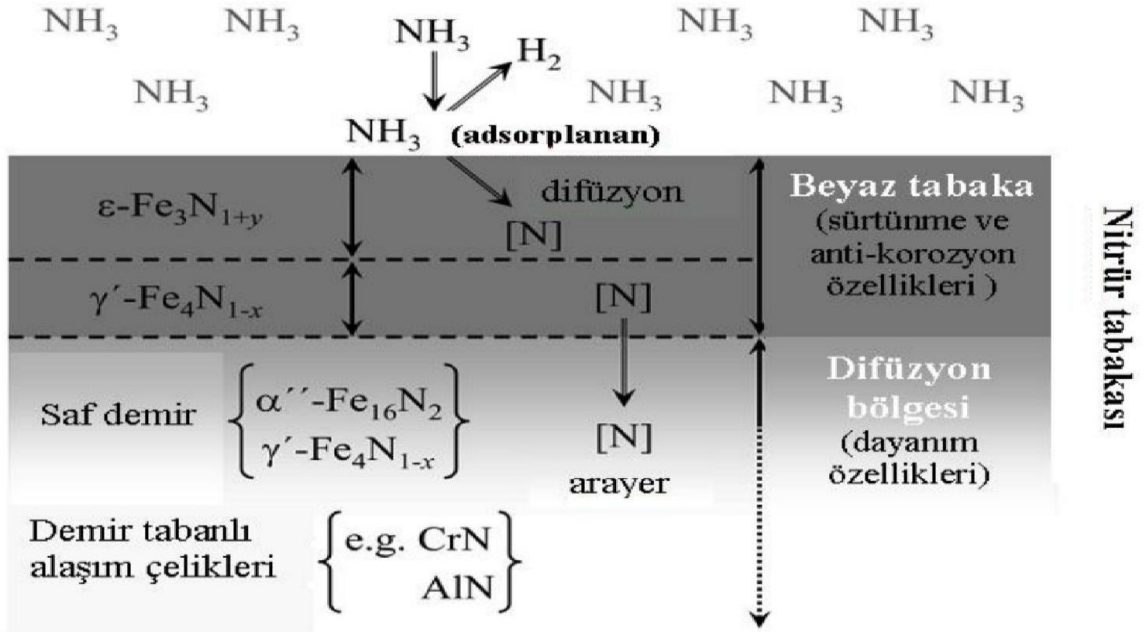
Bu yöntem, büyük ve karmaşık şekilli taban malzemeler üzerine yüksek büyüme hızlarında kaliteli metal ve alaşım kaplamanın yanı sıra, oksit, nitrür ve karbür gibi seramik kaplamaların yapılmasını da sağlamaktadır. Ayrıca kademeli kaplamaların üretilmesine de olanak sağlamaktadır. Bu durum, kaplama ile taban malzeme arasında yüksek adezyon performansı elde edilmesine olanak sağlamaktadır [60].

1.6. Nitrüleme İşlemi

Nitrüleme, malzemelerin yüzey sertliğini, yorulma dayanımını ayrıca aşınma direncini de geliştirmede rol oynayan, ferrit fazında azotun yayılması ile oluşan termokimyasal bir yüzey işlemi olarak tanımlanmaktadır. Azotun ferrit fazındaki demir içine difüzyonu ile mikroyapı içinde metal-nitrür bileşiklerinin bulunduğu sert bir yüzey tabakası elde edilmesini sağlar. Nitrüleme işlemi 500-590°C sıcaklıkları arasında uygulanmaktadır. İlk olarak 1900’lü yılların başlarında hidrojen içeren azot ortamında

Machlet tarafından gerçekleştirilmiş, günümüze kadar endüstri de birçok uygulamada önemli rol oynamaya devam etmiştir [61].

Nitrüleme işleminin diğer yüzey sertleştirme işlemine göre en büyük avantajlarından biri, 500-590 °C gibi nispeten daha düşük sıcaklıklarda yapılmasıdır. Ayrıca bu sıcaklık aralığında işlem boyunca, malzeme içerisinde ferritten-ostenite veya ostenitten-martenzite herhangi bir faz değişimi olmamaktadır. Dolayısıyla faz yapısında herhangi bir değişim olmadığı için kafes yapısında da herhangi bir değişim meydana gelmemektedir. Düşük işlem sıcaklığı ve yüksek soğutma hızları gerektirmemesinden dolayı, nitrüleme yapılan iş parçasında çarpılma (distorsiyon) minimum seviyededir. İşlem süresince moleküler anlamda herhangi bir boyut değişimi söz konusu değildir, yalnızca azot (N) difüzyonundan dolayı çelik yüzeyinde yoğunluk değişimi olmakta ve ufak bir büyüme görülmektedir [62]. Nitrüleme sonrasında malzeme yüzeyinde alaşım tabakası ve hemen altında difüzyon bölgesi olmak üzere içyapıları farklı iki tabaka bölgesi oluşmaktadır. Bu bölgeler Şekil 23'te gösterilmektedir.



Şekil 23. Nitrür tabaka yapısı

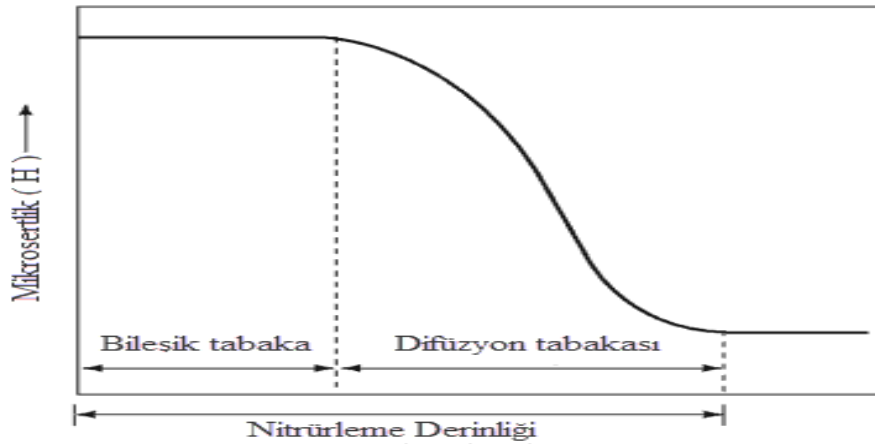
Malzeme yüzeyinde oluşan bu iki tabaka metalografik inceleme sırasında kolayca ayırt edilebilmektedir. Yüzeydeki azotça zengin olan beyaz tabaka olarak da bilinen alaşım tabakası çoğunlukla hegzagonal sıkı paket (HSP) yapıdaki $\epsilon\text{-Fe}_3\text{N}$ ve YMK yapıdaki

γ' -Fe₄N fazlarından oluşmaktadır [63,64]. Yapılan çalışmalarda bu iki fazdan yalnızca biri oluştuğunda daha iyi mekanik özelliklerin oluştuğu vurgulanmıştır. Tabaka kalınlığı arttıkça süneklik azaldığından dolayı, beyaz tabakanın en iyi kullanım özelliğine tek fazlı ve minimum kalınlıktaki yapıda ulaşacağı söylenebilmektedir [65]. Sadece birkaç mikron kalınlığında olan bu alaşım tabakasına beyaz tabaka denmesinin sebebi ise, metalografik incelemede beyaz görünmesidir.

Beyaz tabakanın hemen altındaki bölge difüzyon tabakası olarak adlandırılır, oldukça kalın olan bu difüzyon tabakası beyaz tabakayı desteklemektedir. Bu tabakada dışarıdan gelen azot, ferrit fazının içinde çözünmektedir. Şekil 23'de görüldüğü gibi, saf demir yerine, nitrür yapıcı (krom, molibden, alüminyum) elementleri içeren bir alaşım kullanılırsa, difüzyon bölgesinde bu elementlerin nitrürleri oluşmaktadır [66]. Beyaz tabaka malzemenin aşınma ve korozyon dirençlerinin gelişmesini sağlamakta, difüzyon tabakası ise yorulma dayanımının artmasında önemli rol oynamaktadır. Aynı zamanda beyaz tabakanın ϵ ve γ' fazlarının farklı kafes yapılarını içermesi nedeniyle yüksek iç gerilmelere sahip olmasından dolayı, bu tabakada en ufak bir kuvvetin etkisinde dahi kalırsa mikro çatlaklar oluşmaktadır [67].

Nitrür tabakasının sertliği ve kalınlığı, nitrürleme süresine ve sıcaklığına, alaşım elementlerinin miktarına ve azot verici ortama bağlıdır. Beyaz tabaka ve difüzyon tabakasının sertliklerine etki eden faktörler aynıdır. Beyaz tabakanın sertlik değeri alaşımlı çeliklerde, alaşımsız çeliklere göre daha fazladır. Difüzyon tabakasının ise tam tersi olarak alaşımsız çeliklerde, alaşımlı çeliklere göre daha fazladır [68].

Şekil 24'te nitrür tabakasının yüzeyden itibaren sertlik değişimi verilmektedir.



Şekil 24. Nitrür tabakasının yüzeyden itibaren sertlik değişimi

1.6.1. Nitrürleme Öncesinde Yapılacak İşlemler

Nitrürleme yapılacak bir malzemeye, nitrürleme öncesi şu işlemler uygulanmalıdır:

- Parça tornada işlenerek hazırlanacaksa, yüzey düzgünlüğüne dikkat edilmelidir. Düzgün olmayan bir yüzey işlem sırasında ve sonrasında bir takım sorunlar ortaya çıkarmaktadır. Eğer yüzey düzgün olmazsa oluşan beyaz tabaka pul pul dökülebilir ya da çatlayabilir.
- Isıl işlemlerle birlikte istenilen mukavemet değerleri sağlanmalıdır. Isıl işlem sırasında tane boyutunun büyümemesine dikkat edilmelidir. Aksi halde yapılan işlem sonrasında çok pürüzlü ve çatlamaya hazır bir yüzey meydana gelebilmektedir.
- Yapılan ısıl işlemler sonrasında ise çelik istenilen şekle getirilmeli, pürüzlülüğü minimuma indirgenmelidir.
- Nitrürleme öncesinde parça çok iyi temizlenmeli, parça yüzeyinde herhangi bir toz ya da tufal bulunmamalıdır.

1.6.2. Nitrürleme Yöntemleri

Çeliğin içine yayılacak azotun sağlandığı ortama bağlı olarak çeşitli nitrürleme işlemlerinden 4 tanesine büyük önem verilmektedir.

1. Plazma nitrürleme
2. Gaz Nitrürleme
3. Tuz banyosunda (sıvı) nitrürleme
4. Toz nitrürleme

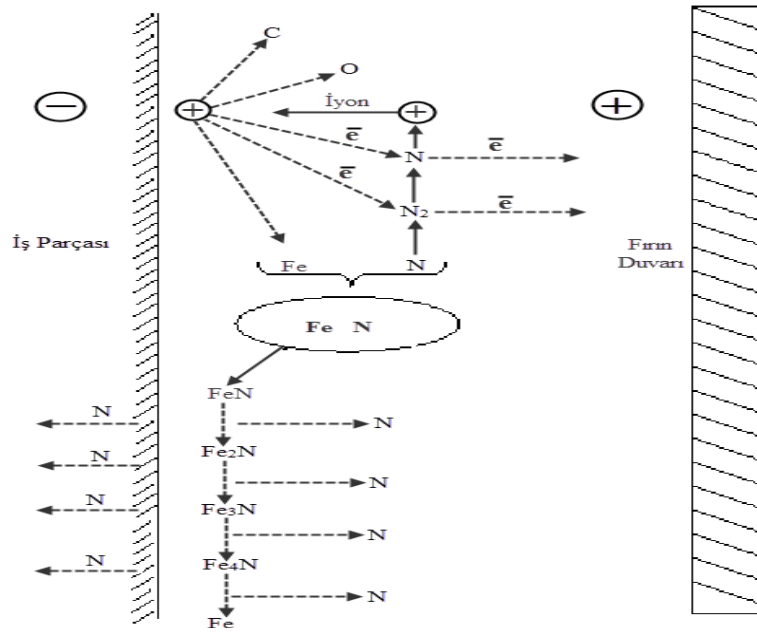
1.6.2.1. Plazma Nitrürleme

Plazma (İyon) nitrürleme özellikle çeliklere uygulanan, ileri seviyede ve yaygın kullanımlı bir yüzey sertleştirme yöntemidir. Otomotiv endüstrisinde bazı elemanlarda ve kesici takım imalatında kullanılmaktadır. İlk olarak 1930 yılında İsviçreli mühendis Bernard Berghaus tarafından patenti alınmıştır. 1960'lı yıllardan itibaren uygulama alanı bulan plazma (iyon) nitrürleme, diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine göre nispeten yeni bir yöntem olmakla birlikte, günümüze pek çok alanda uygulanmaktadır. Özellikle

otomotiv sanayinde, metalurji sektöründe ve takım imalat sanayinde uygulama alanı bulan iyon (plazma) nitrüleme yöntemi, çeliklerin yüzey sertleştirilmesinde yaygınca kullanılmaktadır.

Plazma nitrüleme işleminin yaygınca kullanım sebeplerinden biri diğer yüzey sertleştirme yöntemlerine göre sağlamış olduğu üstünlüklerdir. Bu üstünlükler içinde en önemlileri kuşkusuz, sadece iş parçasının ısıtılması ve aynı yüzey sertliği için işlem süresinin daha kısa olması nedeniyle sağlanan enerji tasarrufudur. Nitrüleme işlemi sırasında boyutsal değişim ve deformasyonun en az seviyede olması, düşük basınçlarda çalışıldığından dolayı gaz tasarrufunun maksimum düzeyde olması, nitrürasyon yapılması istenilmeyen bölgelerin yalıtımının mümkün olması, gaz veya diğer atıklarla çevreyi kirlenmemesi, insan sağlığı açısından zararlı olmaması, nitrüleme parametrelerinin otomasyona uyumlu olması, iş parçası üzerindeki tüm bölgelerde homojen azot difüzyonunun sağlanabilmesi, nitrülenecek parçanın büyüklüğü ve ağırlığının önemli olmaması bu yöntemin sağlamış olduğu önemli üstünlüklerdir.

Plazma nitrüleme, azot gazının iyonlarına ayrıştırılarak metal yüzeyine emdirilmesi olayıdır. İşlem metal yüzeyinde kimyasal reaksiyonlar sonucu gerçekleşmektedir. Bu reaksiyonlar, metal yüzeyinde ve yüzeye çok yakın bölgelerde sert ikinci faz parçacıklarının (nitrürlerin) oluşmasına neden olmaktadır. Plazma nitrüleme işleyiş mekanizması Şekil 25'te verilmektedir.



Şekil 25. Plazma nitrüleme işleyiş mekanizması

Nitrülenmiş çeliklere uygulanan deneyler, mekanik özelliklerin nitrüleme sonrası çeliğin mikro yapısına bağlı olduğunu göstermiştir. Genel olarak nitrüleme sonucu, mukavemet değerleri artar. Bu değerlerin artması ise mikro yapıya bağlıdır. Elde edilen sertlik büyük ölçüde nitrüleme sıcaklığına bağlıdır. Uzun nitrüleme sürelerinde temperleme ve çökelti büyümesi nedeniyle sertliğin azaldığı bilinmektedir. Plazma nitrüleme uygulanmış çeliklerin nitrür tabakalarının özellikleri Tablo 6'da verilmektedir.

Tablo 6. Plazma nitrüleme uygulanmış çeliklerdeki nitrür tabakalarının özellikleri [68].

Metalin türü	İsmi	Nitrüleme sıcaklığı, °C	Yüzey sertliği, HV	Tabaka kalınlığı, µm	Bileşik bölge kalınlığı, µm
Karbon çeliği	1045	510-570	Eğme sertliği	300-760	3,8-15
Gri dökme demir	G2500	510-540	327-423	100-200	5,1-10
Alaşımlı çelik	4140 9310	480-540 510-550	471-697 336-832	300-760 300-760	3,8-15 3,8-10
Nitrülenebilir çelik	Nitralloy 135	480-540	697-1245	250-760	1,3-10
Sıcak iş takım çeliği	H13	480-540	697-1004	100-330	2,5-5,1
Soğuk iş takım çeliği	D2	450-540	697-1004	130-250	-----
Yüksek hız takım çeliği	M2	480-510	800-1245	30-100	-----
Paslanmaz çelik	303	540-570	674-1245	50-130	-----

Plazma nitrülemenin en belirgin avantajları;

- a) Plazma nitrüleme yöntemi sıcak iş takım çelikleri, soğuk iş takım çelikleri, yüksek hız çelikleri, ıslah çelikleri, düşük alaşımlı çelikler gibi çok çeşitli malzeme türlerinde başarıyla kullanılmaktadır.
- b) Sadece iş parçasının ısıtılması nedeniyle enerji tasarrufu sağlanır ve ısı verim yüksektir.
- c) İşlem süresi açısından değerlendirme yapıldığında; diğer nitrürasyon yöntemlerine göre aynı sıcaklık ve derinlik için işlem süresi yaklaşık %50-70 daha kısadır.
- d) İşlem sırasında deformasyon riski minimum düzeydedir.
- e) Düşük basınçlarda çalışıldığında gaz tasarrufu sağlanabilir.
- f) Nitrürasyon yapılmak istenilmeyen yüzeylerin mekanik olarak izolasyonu mümkündür. Bu sayede lokal sertleştirmeler mümkün hale getirilir.
- g) Gaz veya diğer atıklarla çevreyi kirletmez, insan sağlığı açısından zararlı değildir.
- h) Otomasyona uyumludur. Sistem değişkenlerinin kontrol altında tutulması kolaydır.

- 1) İş parçası üzerindeki girinti ve çıkıntılar üzerinde homojen azot difüzyonu sağlanabilir.
- i) Nitrürlenecek parçanın büyüklüğü ve ağırlığı önemli değildir.
- j) İlk kurulum maliyeti diğer geleneksel nitrürleme yöntemlerine nazaran pahalı olmasına karşın işletme, çalışma ve bakım gibi diğer bütün maliyetlerde göz önünde bulundurulduğunda yöntem, parça başına maliyet açısından diğer geleneksel yöntemlerle rekabet edecek konuma ulaşmaktadır.
- k) İstenmeyen beyaz tabakanın (FeN, Fe₂₋₃N) kalınlığının kontrolü yapılabilir.
- l) İşlem neticesinde yüzeyde çok az pürüzlülük oluşur.

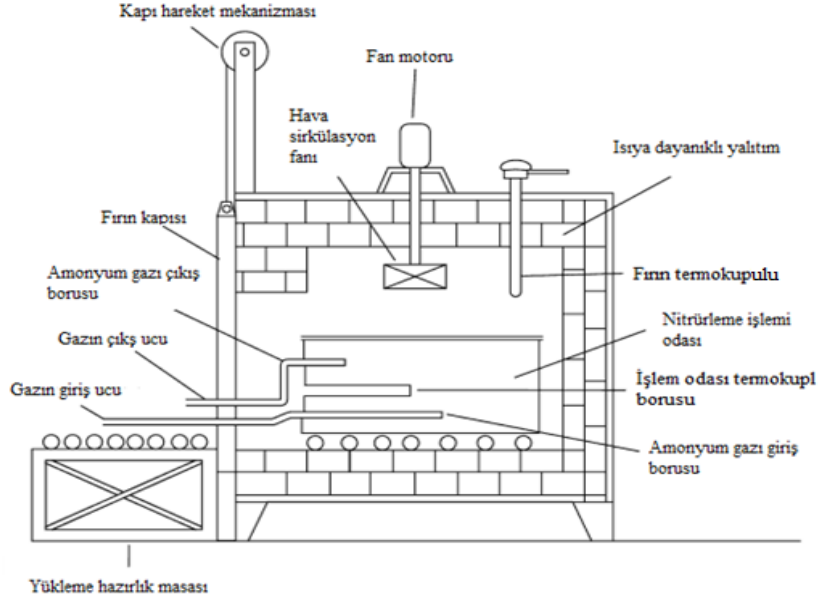
Dezavantajları ise;

- a) Plazma nitrürleme sisteminin kurulumunun pahalı olması ilk yatırım giderlerinin yüksek olmasına sebep olmaktadır. Bu nedenle sadece seri üretimde ekonomiktir.
- b) İşlem sonrası su verme imkânı olmaması dezavantajlarından biridir. Su verme işlemi bazı durumlarda yorulma dayanımını artırmakta kullanılmaktadır
- c) Nitrürlenecek parçanın hacmine, dolayısıyla reaksiyon fırının hacmine bağlı olarak 40 kW ila 1000 kW arasında enerji gereksinimine ihtiyaç vardır.

Plazma Nitrürleme işlemi ilk olarak yüksek mukavemet istenen yerler için kullanılmaya başlanmıştır. Daha sonra askeri amaçlı olarak değişik makine ve malzeme parçaları için uygulamalar devam etmiştir. Günümüzde özellikle Almanya, Fransa, Avustralya, Çin ve Japonya'da çok geniş amaçlı olarak kullanılmaktadır. İşlemin uygulandığı malzemeler yapı çelikleri, karbonlu çelikler, dökme demirler, ıslah çelikleri, nitrürasyon çelikleri, sıcak iş çelikleri, yüksek hız çelikleri, maraging çelikleri, paslanmaz çelikler, bakır ve titanyum olarak sıralanabilmektedir.

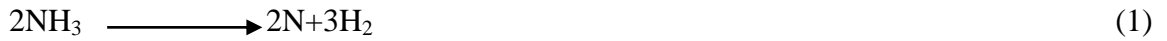
1.6.2.2. Gaz Nitrürleme

Gaz nitrürleme azotun çelik yüzeyine difüzyonunun belirli sıcaklık ve basınçta kontrollü bir atmosfere sahip bir fırın ortamında gerçekleştirildiği yüzey sertleştirme yöntemidir. Gaz nitrürleme fırınının şematik gösterimi Şekil 26'da verilmektedir. Parçanın bulunduğu fırının içerisinden uygun sıcaklıkta azot içeren NH₃ gazı geçirildiğinde azot içeren gaz parçalanır ve açığa çıkan azot parçaya difüze olmaktadır. Bu nitrürleme yönteminde işlem sıcaklığı bütün malzemeler için 500-590°C arasındadır [69].

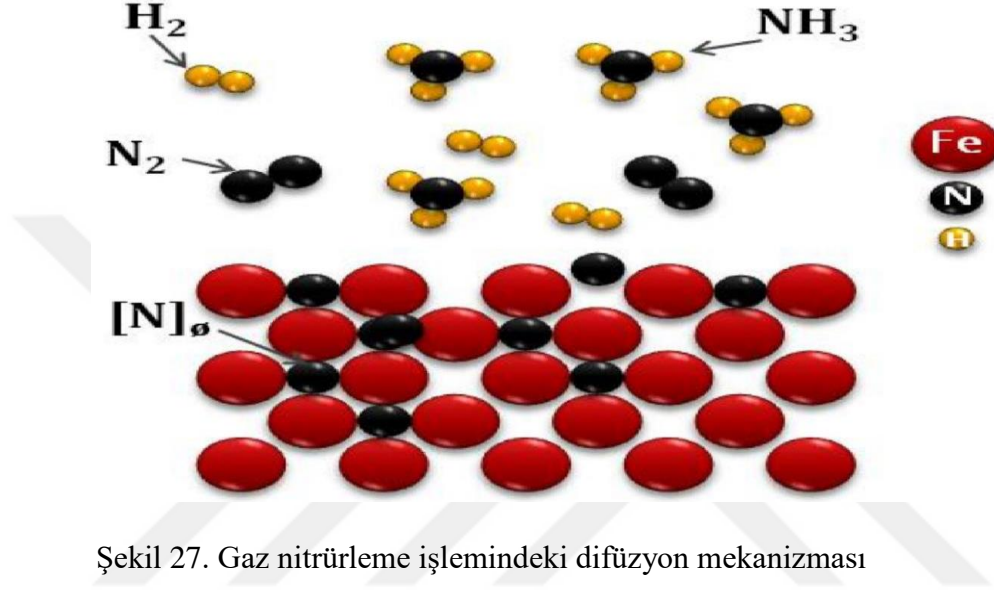


Şekil 26. Gaz nitrüleme fırınının şematik görünümü

Gaz nitrüleme işleminde parça, taşıyıcı gaz atmosferine maruz bırakılmaktadır. Taşıyıcı gaz olarak amonyak kullanılmakta, amonyağın parçalanmasıyla birlikte açığa çıkan azotun parça yüzeyine difüzyonu gerçekleşmektedir. Bu proses genellikle 4 aşamadan meydana gelmektedir. İlk aşamada -45°C sıcaklıkta çelik tüpler içinde depolanan sıvı amonyak, sıcak bir akışkanın geçtiği ortamda tutulmasıyla birlikte belli bir basınçta buharlaşarak, gaz amonyak olarak ayrı bir tankta depo edilir. Tankta depo edilen bu gaz halindeki amonyak, önceden ısıtılmış fırın içerisine gönderilmekte ardından iş parçasına ve onu çevreleyen paslanmaz çelikten imal edilmiş malzeme ile girdiği gaz-metal etkileşimi sonucunda ayrılmaktadır. Bu ayrışma esnasında azot ve hidrojen atomları açığa çıkmaktadır. Açığa çıkan azot atomlarının bir kısmı çeliğe nüfuz ederken bir kısmı da moleküler azota (N_2) dönüşmektedir. Hidrojen atomları ise birleşerek moleküler hidrojene (H_2) dönüşmektedirler. Amonyakın ayrışması, azotun parça yüzeyine difüzyonu ve nitrür oluşumu denklemleri aşağıda verilmektedir.

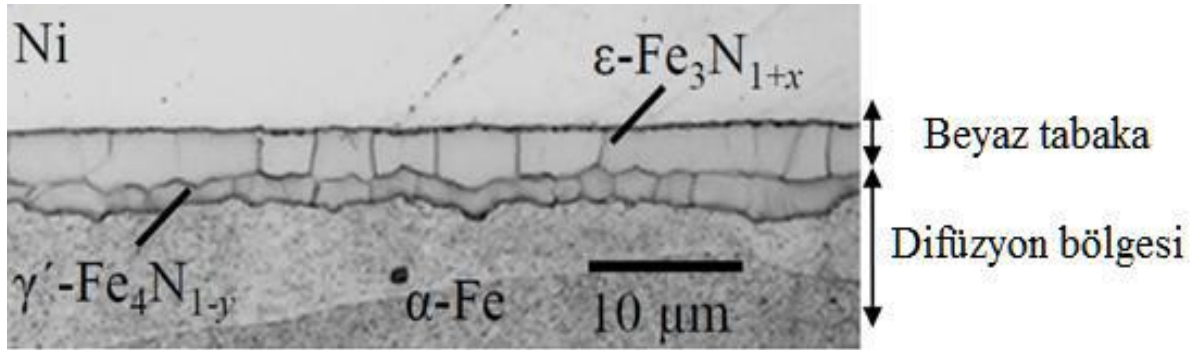


İkinci aşamada ise çözülmüş olan N_2 ve H_2 molekülleri ile saf haldeki amonyağın gaz atmosferi boyunca difüzyonu gerçekleşmektedir. Gaz nitrürlemenin 3. aşamasında ise azot parça yapısındaki demirle Fe_3N ve Fe_4N bileşiklerini oluşturmasıyla birlikte çok sert ve kırılğan bir faz meydana gelmiş olmaktadır. 4. ve son aşamada ise iş parçasının içerisine difüzyon gerçekleşmektedir. Prosesin difüzyon mekanizması Şekil 27’de verilmektedir.



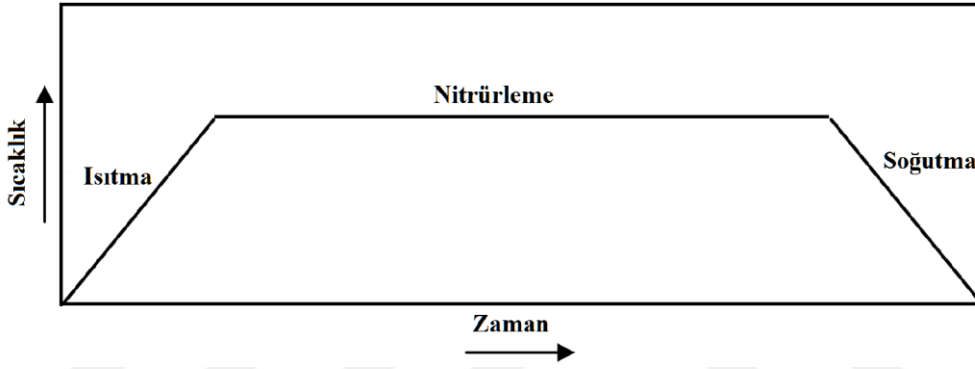
Şekil 27. Gaz nitrürleme işlemindeki difüzyon mekanizması

İş parçasının nitrürlenmiş bölgesi, içerisinde FeN barındıran alaşım tabakası (beyaz tabaka) ve çözülmüş veya alaşım elementleriyle nitrür oluşturmuş azotun yer aldığı difüzyon tabakası olmak üzere alt gruplara ayrılmaktadır. Şekil 28’de nitrür tabakasının dağıldıktan sonraki optik mikroskop görüntüsü verilmektedir.



Şekil 28. Gaz nitrürlenmiş parçanın dağıldıktan sonraki optik mikroskop görüntüsü

Gaz nitrürleme prosesi temelde ısıtma, nitrürleme ve soğutma olmak üzere 3 aşamada gerçekleşmektedir. Isıtma süresince malzemenin sahip olduğu iç gerilmeler giderilmektedir. Nitrürleme aşamasında ise işlem daha önce de belirtildiği gibi düşük sıcaklıklarda yapıldığı için herhangi bir faz dönüşümü meydana gelmemekte ve parça boyutsal kararlılığını korumaktadır. Soğutma aşamasında ise yine ostenit sıcaklığının altında işlem yapıldığından dolayı, faz dönüşümü gerçekleşmemekte ve aynı zamanda daha az çarpılma ve deformasyon oluşmaktadır. Nitrürleme işleminin aşamaları Şekil 29'da verilmektedir.



Şekil 29. Nitrürleme işleminin aşamaları

Avantajları;

- İşlem sıcaklığı düşük olduğu için çarpılma ve deformasyon olmamakla birlikte, yüksek yüzey sertliği elde edilmektedir.
- Parçanın çekirdek yapısı nitrürleme ile değişmemektedir.
- Nitrürlenmiş parçalar yüksek aşınma direnci göstermekte ve yorulma karakteristikleri iyi olmaktadır.
- Çalışma alanı ve nitrürlenmiş parçanın kirlenmesi söz konusu değildir.

Dezavantajları;

- Uzun işlem zamanı gerektirmesi
- Beyaz tabaka oluşumu
- Beyaz tabakanın uzaklaştırılmasıyla birlikte adhezif aşınma direncinin azalmasıdır.

1.6.2.3. Tuz Banyosunda (Sıvı) Nitrürleme

Banyo nitrürleme işlemi yüksek miktarda siyanat içeren tuz banyolarında yapılmaktadır. Yüksek sıcaklarda siyanürden (CN) karbon ayrışmasına benzer olarak, düşük sıcaklıklarda azot ayrıştırılarak iş parçasının yüzeyine difüze edilmektedir. İşlem 510-580°C arasında gerçekleşmektedir. Banyo nitrasyonun diğer nitrürleme yöntemlerine göre avantajı 500°C gibi düşük sıcaklıklarda daha yüksek sertliğe ulaşabilmesi ve diğer yöntemlerle eşit nüfuz derinliğine daha kısa sürede (hızlı ısınma) ulaşabilmesidir. Parçaların tuz banyosuna daldırılıp alınması da gaz fırınlarındaki nitrürleme işlemine göre daha basittir. Sıvı nitrürleme işlem sonunda parça boyutunda değişme olmayacağından dolayı işlenmesi tamamlanmış parçalara uygulanmaktadır. Ayrıca bölgesel olarak kısmi daldırılarak, bölgesel nitrasyonda yapılabilmektedir. Ancak hızlı ısınmasından dolayı oluşabilecek deformasyon tehlikesi tuz banyosu nitrürleme işleminin kusurları arasında gösterilmektedir. Diğer kusurlarından biri de kalın kaplama tabakası ve sertleştirilmiş altlık istenen uygulamalar için uygun olmaması gösterilmektedir. Fakat ekonomik olması nedeniyle endüstride diğer nitrürleme işlemlerinin yerini başarılı bir şekilde alabilmektedir. Kullanımı gaz nitrürleme ile benzer prensiptedir.

Tuz banyosu nitrürleme de erimiş potasyum (K) ve sodyum (Na) siyanür tuzları kullanılmaktadır. Siyanür banyosunda 510-580°C sıcaklık aralığında siyanür tuzlarındaki karbon ve azot çeliğe difüze olmaktadır. Karbon difüzyonu nedeniyle yapıda ϵ fazında ($Fe_{2-3}C_xN_y$) oluşmaktadır [70]. Sıvı nitrürleme ile büyük nitrür tabakası elde edilememektedir, ancak ekonomik olması, malzemenin çabuk ısınmaması ve çekirdeğin aşırı temperleme ile yumuşamaması gibi özellikleri diğer nitrürleme yöntemlerine göre avantajı olarak kabul edilmektedir. Sıvı nitrürleme de nitrürleme süresinin uzaması ile parça yüzeyinde boşluklar oluşabilmektedir, bunun önlenmesi için tuz banyosuna O_2 verilerek, siyanat (CNO) homejenliği düzenlenerek parça yüzeyinde boşluk oluşumu kontrol altına alınabilmektedir [71].

1.6.2.4. Toz Nitrürleme

Bu nitrürleme işlemi temel olarak, parçanın nitrürleme tozu ile kutular içerisine uygun şekilde yerleştirilmesi prensibine dayanmaktadır. Yaklaşık olarak ağırlıkça %15 oranında nitrürlemeyi hızlandırıcı malzeme öncelikle kutu tabanına yerleştirilmektedir.

Sonrasında işlem parçası yerleştirilir ve nitrasyon tozları da tabaka halinde parça üzerine yerleştirilmektedir. Bu işlem sırasında parçanın, nitrülemeyi hızlandırıcı malzemelere temas etmesi gerekmektedir. Yeterli miktarda toz tabakası ve parça da yerleştirildikten sonra kutular sıkıca kapatılarak sıcaklığı 520-570 °C arasında olan fırın içerisine yerleştirilmektedir. Böylece nitrüleme işlemi fırın içerisinde bekletilerek yapılmış olmaktadır. Genellikle işlem süresi 3-7 saat arasında sürmektedir. Nadiren de olsa 12 saate kadar çıkmakta fakat 12 saati geçmemesi tavsiye edilmektedir. Nitrüleme işlemi sonucunda parça yüzeyinde oluklaşma ve kabarma meydana gelebilmektedir [72].

1.6.3. Nitrüleme İşleminin Aşınma Direncine Etkileri

Bir metalin aşınma direnci malzemenin yüzey yapısına ve sertliğine göre değişmektedir. Bu yüzden literatüre bakıldığında nitrüleme işlemleri yüzey sertliğini artırdığı sonucuna bağlı olarak, aşınma direncini artırdığı yorumu da yapılabilmektedir.

Yapılan bir çalışmada, nitrüleme sonucu oluşan ϵ ve γ fazındaki beyaz tabakanın aşınma ve gevreklik özelliklerinin iyi olduğu görülmektedir. Fakat alt tabakaya inildiğinde difüzyon tabakasındaki tane sınırı nitrürlerinin oluşması engellenirse aşınma özelliğinin çok daha iyi olacağı vurgulanmıştır. Nitrülenecek parçanın yapısında bulunan Cr ise aşınma direncine olumlu etki sağlamaktadır [73].

Kesici takımlarda ise eğer kesici kenarın sertliği belli bir değeri aşarsa, kenarın küçük parçaları kopmakta ve talaş kaldırma devam ettikçe, kesici kenar körleşerek aşınma meydana gelmektedir. Yani bu uygulamadaki gibi abrazif aşınma şeklindeki aşınma türüne nitrüleme tavsiye edilmemektedir. Yapılan literatür çalışmasında bu yorumu destekler sonuçlar göze çarpmaktadır. Farklı sertlikteki çelikler üzerine uygulanmış, nitrülemiş çelik, nitrülenmiş çelik üzerine FBK ve nitrülenmemiş çelik numunelerine, abrazif aşınma testleri uygulandığında, en düşük aşınmanın nitrülenmemiş çelikte olduğu görülmektedir [74].

Genel olarak ıslah edilmiş ve nitrüleme işlemi uygulanmış numunelerin deneylerinde nitrülenmiş bölgenin aşınmadaki olumlu etkileri görülmüştür. Plazma nitrüleme sonrasında sürtünme katsayısı düşmüştür. Ayrıca aşınma izlerine bakıldığında plazma nitrüleme işleminin aşınmayı azalttığı da belirtilmiştir [75].

Farklı nitrüleme süreleri ve sıcaklıklarında plazma nitrülenmiş H13 sıcak iş takım çeliğinin mikroyapısı ve aşınma davranışı incelendiğinde, plazma nitrülemeyle kalıp

ömrünün önemli ölçüde arttığı, böylelikle üretim maliyetinin önemli ölçüde düşebileceği, aşınma davranışının bileşim tabakası kalınlığına bağlı olduğu, bileşim tabakasının kalınlığının artmasıyla birlikte aşınma hızının arttığı tespit edilmiştir [76].

1.6.4. Nitrürleme+PVD Kaplama İşleminin Aşınma Direncine Etkileri

Alüminyum alaşımlarından elde edilen kalıplar ekstrüzyon işlemlerinde aşırı termal ve mekanik gerilmelere maruz kalmaktadırlar. Ayrıca kalıp ve parça arasındaki etkileşim bölgelerinde kayma sürtünmesi ve adhezif aşınma meydana gelmektedir [75].

Kalıp performansı ve ekstrüzyon işlemi ile elde edilen ürün kalitesini iyileştirmek için kullanılan yöntemler arasında en yaygını, sıcak iş takım çeliklerine uygulanan nitrürleme işlemi ile arkasından uygulanan FBK teknikleri kullanılarak yapılan ‘dubleks’ işlemlerdir. Süper sert filmler ile çelik taban malzemeleri arasındaki sertlik farkı sistemin plastik deformasyon özelliklerinde farklılıklar oluşmasına neden olmaktadır. Bu yüzden de sert filmlerin koruyucu özelliklerinde azalma görülmektedir. Bunu önlemenin en yaygın yolu, çelik taban malzemesini kaplamadan önce, nitrürleme işlemine tabii tutarak sertliğinin artırılmasıdır [77].

FBK tekniği taban malzeme sertliklerine kıyasla yumuşak bir yüzey üzerine uygulandığında, sertlik açısından uyumsuzluk yaratacak ve kaplamadan tam olarak faydalanılamayacaktır. Bu yüzden nitrürleme gibi bir geçiş bölgesi oluşturmak kaplamanın servis süresini uzatacaktır [78].

Nitrürleme işlemi ile elde edilen yük taşıma kapasitesindeki artış, PVD kaplamanın yüksek aşınma direnci ile birleştiğinde istenilen özellikler bütünü elde edilmiş olmaktadır. ‘dubleks’ işlemle istenilen özelliklerin elde edilişi Şekil 30’da şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 30. Dupleks işleme istenilen özelliklerin elde edilmesi

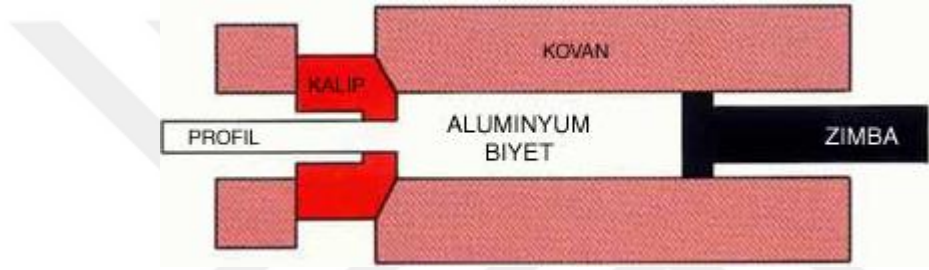
Sert kaplamaların tribolojik performansı genelde kullanılan taban malzemesinin elastik ve plastik deformasyon performansı ile sınırlıdır. Dupleks işlemlerle, aşınma, yorulma ve korozyon dirençlerinde performans artırımı sağlanırken taban malzemenin ise yük taşıma kapasitesi artırılmış olmaktadır. Nitrüleme işlemi ile birlikte, oluşan bileşik ve difüzyon tabakaları, sonrasında yapılacak olan sert kaplamalara mekanik destek sağlamaktadır, ayrıca yumuşak taban malzemelerinde karşılaşılan yumurta kabuğu etkisi azaltılmaktadır.

Yapılan bir çalışmada, $X_{38}CrMoV_{5-1}$ taban malzemesi üzerine plazma nitrüleme ve PVD tekniği ile nano yapılu $Ti(B,N)$ ve TiB_2 kaplamalarını içeren dupleks işlem gerçekleştirilmiş ve alüminyum ekstrüzyon kalıpları ile yapılan uygulamalarda ürün yüzey kalitesi ve kalıp ömrü konusunda gelişmeler olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca Fe_4N bileşimini içeren veya yalnızca difüzyon tabakası bulunan altlıklarda $Ti(B,N)$ ve TiB_2 kaplamalarının yapışma kalitesinin daha iyi olduğu tespit edilmiştir [79].

Batista ve arkadaşları; Plazma nitrülenmiş ve nitrülenmemiş H13 sıcak iş çeliğini PVD tekniği ile TiN kaplamışlar ve bu şekilde oluşturulan iki farklı özellikteki yüzeyin aşınma direncini incelemiştir. Yaptıkları çalışma sonucunda; plazma nitrüleme sonrasında yapılan TiN kaplamanın daha iyi bir aşınma davranışı sergilediğini ve bunun nedeninin PVD kaplama öncesi yapılan plazma nitrüleme sayesinde ana malzeme ile kaplama arasında bağın güçlenmesi olduğunu vurgulamışlardır [80].

1.7. Çalışmanın Amacı ve Kapsamı

Makine imalat endüstrisinde, üretimin gerçekleştirilmesi açısından kullanılan en önemli yöntemlerden biri de ekstrüzyon yöntemidir. Bu yöntemde parça, kovan içine yerleştirilmekte ve bir zımba vasıtasıyla baskı uygulanmaktadır. Bu sayede parça, istenilen geometriye uygun olarak hazırlanan matris adı verilen kalıp içerisinden uygulanan kuvvetle geçirilerek ekstrüzyon yöntemiyle imalat gerçekleşmiş olmaktadır. Bu imalat yöntemi genellikle hafif metaller (Al, Cu, Mg, vs.) için uygulanmaktadır. Ekstrüzyon yönteminin şematik gösterimi Şekil 31’de verilmiştir.



Şekil 31. Ekstrüzyon yöntemi şematik görünümü

Üretimi yapılan parçanın, istenilen geometrik özelliklerde olması ve bu geometrinin üretim süresince daha önce belirlenen tolerans aralığında kalabilmesi, öncelikli olarak kalıp malzemesinin aşınma davranışına bağlı olmaktadır. Klasik olarak gerçekleştirilmekte olan ekstrüzyon yönteminde, imal edilen kalıplar malzemesine uygun olarak ısıl işlemlere tabii tutularak hazırlanmakta ve işleme hazır hale getirilmektedir. Bahsedilen ısıl işlemlerle hazır hale gelen kalıpların kullanımı ile elde edilecek olan üretim miktarı, malzemenin göstermiş olduğu mekanik ve tribolojik özelliklerle doğrudan bağlantılıdır. Belli bir süre zarfından sonra, kalıp aşınmaya maruz kalarak hasar görmekte ve değiştirilmek zorunda kalınmaktadır. Bu durum kalıp ve işçilik maliyetlerinin artmasının yanında hatalı ürün gibi risklerin doğmasına, dolayısıyla işletmenin rekabet gücünün azalmasına neden olmaktadır. Kullanılan bu kalıpların aşınma dirençlerinin artması, kalıp kullanım ömrünün artmasına ve ürünün maliyetini işletmenin istediği seviyelerde tutmasına yardımcı olacaktır.

Ekstrüzyon imalat yönteminde kalıp ömrü ve bakımının önemi, ürünün yüzey kalitesi veya boyutsal kararlılığının çok önem arz etmediği durumlarda ikinci plana düşmektedir. Fakat bilindiği üzere kalıp maliyetinin, ekstrüzyonun üretim maliyetleri içerisinde çok

büyük bir bölümünü kapsadığından, kalıp ömrünü artırmak için pek çok yaklaşım önerilebilmektedir. Kalıp ömrü, kalıp malzeme özelliklerine (işlenebilirlik, ısıl işlem, tokluk, aşınma ve sıcak yorulma dirençleri), proses şartlarına (ön ısıtma, ısıtma- soğutma çevrimleri, pres kuvveti, yağlayıcılar, işlem süreleri) ve kalıp yüzey özelliklerine bağlı olmaktadır.

Uygun yüzey işlemleri ile kalıp ömrü ve performansı artırılabilir. Son yıllarda, termomekanik işlemler ve elektrokimyasal yöntemlerle birleştirilmiş kaplamaların haricinde, çelik yüzeyini korumak ve termal çatlakların oluşumunu ve yayılmasını önleyebilmek amacıyla sert ince seramik kaplamaların uygulanması yaygınlaşmaktadır. FBK yöntemiyle üretilen nitrür ve karbür esaslı sert seramik kaplamaların ekstrüzyon kalıbına sağladığı faydalar şöyle sıralanabilmektedir;

- Kalıp ömrünün artması,
- Ekstrüzyon metalinin kalıp çeliğine yapışmasını engellemek,
- Kalıbın daha az sıklıkta bakım görmesi ve temizlenmesi,
- Kalıp yağlayıcılarının daha az kullanılması,
- Kalıbın ısıl çatlama karşı direncini artırmak.

Yine son yıllarda, kalıp performansı ve elde edilecek ürünün kalitesini artırmak için kullanılan yöntemler arasında, sağladığı mükemmel katkılar sayesinde dubleks işlem olarak adlandırılan çelik yüzeyine yapılan nitrürleme ve ardından uygulanan FBK tekniğinde kendine yer bulmaktadır.

Bu çalışmada da, sanayide kullanılan ekstrüzyon yönteminde büyük öneme sahip olan kalıp malzemelerinin yüzeyine nitrürleme+FBK tekniği kullanılarak, sürtünme ve aşınma dirençlerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır.

Bahsi geçen ekstrüzyon yöntemi, aynı zamanda alüminyum alaşımlarından imal edilen çeşitli profillerin üretiminde de en etkili yöntemlerden bir tanesidir. Bu yöntemde en kritik ve imalat süresince belli zaman aralıklarında değiştirilme gerekliliğinden dolayı ürün maliyetini etkileyen parça ekstrüzyon kalıbıdır. Günümüzde ekstrüzyon işlemlerinde kritik öneme sahip olan bu kalıplar genellikle sıcak iş takım çeliklerinden üretilmektedirler.

1.8. Takım Çelikleri

Endüstride yaygın olarak kullanılan takım çelikleri, talaşlı veya talaşsız imalatta kullanılan, sıcak veya soğuk haldeki iş parçalarını, kesme, dövme ve sıkıştırma

yöntemlerinden biri veya birkaçı ile şekillendirme işi yapabilen yüksek nitelikli çeliklerdir. Uygulama alanlarına, kullanıldıkları sıcaklık aralığına ve içerdikleri alaşım elementlerine bağlı olarak 4 ana grupta incelenmektedir. Bu sınıflandırma sıcak iş takım çelikleri, soğuk iş takım çelikleri, yüksek hız takım çelikleri ve plastik kalıp çelikleri şeklindedirler.

Soğuk İş Takım Çelikleri genellikle kesme, eğme, form verme, bükme kalıplarında ve 200°C'nin altında çalışırken, Yüksek Hız Takım Çelikleri yaygın olarak diğer takımların işleme ve talaşlı imalatında, 400-600 °C aralığında kullanılırlar. Diğer türlere göre daha kısa bir geçmişi olan Plastik Kalıp Çelikleri ise korozyon dirençleri ve parlatılabilme özellikleri ile öne çıkmaktadırlar.

Sıcak İş Takım Çelikleri sıcak aşınma direnci, ısıl iletkenliği, meneviş direnci ve tokluğu yüksek malzemelerdir. Metal enjeksiyon kalıpları, dövme kalıpları, ekstrüzyon profil kalıpları ve sıcak dövme yoluyla şekillendirilen pres takımları sıcak iş takım çeliklerinden üretilmektedir.

Bu çalışmanın konusu da ekstrüzyon kalıp aşınma sorunlarının çözümü olduğu için, ekstrüzyon kalıp malzemesi olarak kullanılan sıcak iş takım çeliklerini yakından incelenmesi gerekmektedir.

1.8.1. Sıcak İş Takım Çelikleri

Sıcak iş takım çelikleri yüksek sıcaklık (200°C ve üzeri) uygulamalarda kullanılan çelikler olup AISI sınıflandırma sisteminde H (Hot Work) harfi ile simgelenen takım çeliği grubudur. Sıcak iş takım çeliklerinin kullanım alanları gereği sahip olması gereken en temel özelliği uygun kimyasal kompozisyonu sayesinde tekrarlanan sıcak şekillendirme uygulamalarında yumuşamaya karşı yeterli dayanımı göstermesidir. Yüksek sıcaklıkta mekanik özelliklerini korumaları gerekmektedir.

Sıcak iş takım çelikleri içerdikleri alaşım elamanına göre üç grup altında toplanmaktadır bunlar;

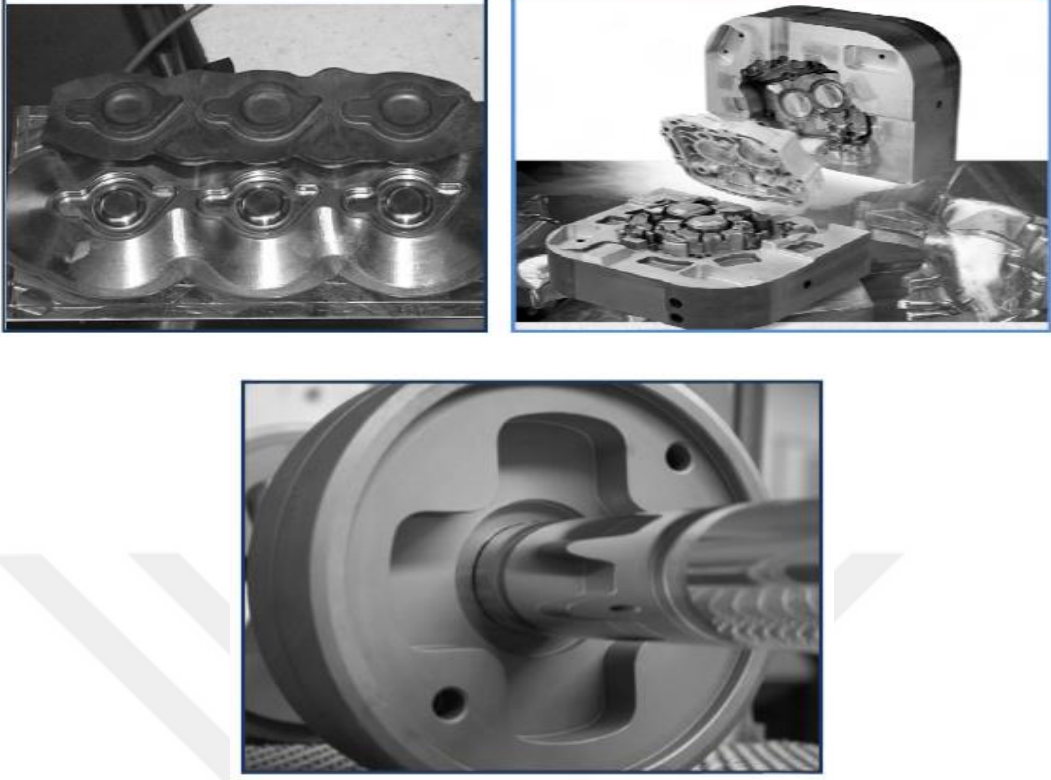
- Krom (Cr) esaslı sıcak iş takım çelikleri
- Molibden (Mo) esaslı sıcak iş takım çelikleri
- Tungsten (W) esaslı sıcak iş takım çelikleri

Sıcak iş takım çelikleri diğer metal ve metal dışı malzemelerin 200°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda şekillendirilmesinde kullanılan çeliklerdir. Bu nedenle sıcak iş takım çelikleri günümüz üretim endüstrisinde son derece büyük öneme sahiptir. Sıcak iş takım çeliklerinin

kullanım alanları içinde en büyük kısmı metal malzemelerin şekillendirilmesi oluşturmakta olup cam ve plastik esaslı malzemelerin üretiminde ve bazı makine donanımlarının imalinde çok düşük oranlarda sıcak iş takım çeliği kullanımı mevcuttur. Sıcak iş takım çeliklerinin kullanıldığı endüstriyel üretim kolları ve bu çeliklerden imal edilen kalıp parça ve aksamlar Tablo 7’de belirtilmiştir. Farklı uygulamalarda kullanılan sıcak iş takım çeliğinden imal edilen kalıplar Şekil 32’de gösterilmektedir. Sıcak iş takım çeliklerinin üretimi maalesef ülkemizde gerçekleştirilmemekte olup yerli ve yabancı çelik distribütörleri tarafından ithal edilmektedir.

Tablo 7. Sıcak iş takım çeliklerinin kullanım alanları

Malzeme No	TS 3920 Sembol	DIN 17350 Sembol	SAE/AISI	Kullanım Yerleri
1.2343	X 38 Cr5Mo1V	X38 CrMoV 5 1	H 11	Hafif metallerin işlenmesinde pres döküm kalıpları, Metal ekstrüzyon pres kalıpları ve benzeri kalıplar
1.2344	X 40 Cr5Mo1V	X 40 CrMoV 5 1	H 13	Metal ekstrüzyon preslerinde presleme ve delme mandrelleri, ayrıca hafif metal pres döküm kalıpları ve benzeri kalıplar
1.2365	X 32 Cr3Mo3V	X 32 CrMoV 3 3	H 10	Ağır metal alaşımları için pres döküm kalıpları ve presleme diskleri, tüm metaller için presleme ve delme mandrelleri
1.2713	55 NiCrMoV 6	55 NiCrMoV 6	L6	830-1370 MPa kullanım dayanımında her türlü kalıplar, cıvata ve somun üretiminde delme takımları



Şekil 32. Sırasıyla dövme, ekstrüzyon ve metal enjeksiyon uygulamalarında kullanılan sıcak iş takım çeliğinden imal edilmiş kalıplar

1.8.1.1. Sıcak İş Takım Çeliklerinde Sahip Olması Gereken Özellikler

Sıcak iş takım çelikleri demir ve demir dışı alaşımların dövülerek şekillendirilmesinde, demir ve demir dışı metallerin sıcak ekstrüzyonunda ve plastik şekillendirilmesinde, hafif metallerin yüksek basınçlı kalıp dökümünde yaygın olarak kullanılmakta olan takım çelikleridir. Sıcak iş takım çelikleri, uygulama alanına bağlı olarak ısıl yorulma, plastik deformasyon, yüksek sıcaklıkta aşınma, erozyon ve sürünme gibi farklı zorlanmalara maruz kalmaktadırlar.

Zorlanmalara karşı sıcak iş takım çeliklerinin sahip olması gereken özellikler aşağıdaki gibi sıralanabilmektedir.

- Uygulama Sıcaklıklarında Deformasyona Karşı Direnç
- Mekanik ve Termal Şoklara direnç
- Yüksek Sıcaklık Aşınma Direnci
- Isıl İşlem Deformasyonlarına Direnç
- İşlenebilirlik

H11, H12, H13 çelikleri; H10- H19 arası sıcak iş takım çelikleri arasında en düşük karbon (%0,35-%0,40) ve en düşük toplam alaşım elementlerini içermektedirler. Karbonun düşük olması bu çeliklere yüksek tokluk kazandırmaktadır. Karbür yapıcı elementlerin varlığından dolayı da ikincil sertleşme özelliği göstermektedirler. H11, H12 ve H13 en yaygın ve en çok kullanılan sıcak iş takım çelikleridir. Özellikle basınçlı döküm kalıpları, sıkma kalıpları, sıcak makaslar, dövme kalıpları için en uygun olan ve en çok kullanılan çelikler H11, H12 ve H13'tür. Sürekli olarak 540°C sıcaklıklara dek yüksek sıcaklıklarda çalışabildiklerinden beyaz metal ve alüminyumun basınçlı döküm sıkma kalıpları için seçilirler.

Bu çalışmaya ilham veren, endüstride alüminyumun ekstrüzyonunda kalıp malzemesi olarak en yaygın kullanılan malzeme AISI H13-TS X40CrMoV5-1 (1.2344) sıcak iş takım çeliğidir.

1.8.1.2. H13 ile İlgili Yapılan Literatür Çalışması

AISI H13 sıcak iş takım çeliğine değişik nitrürleme sıcaklıklarında farklı sürelerde plazma nitrürleme işlemi uygulanmıştır. Daha sonra nitrürlenmiş numunelerin oda sıcaklığındaki ve yüksek sıcaklıklardaki aşınma davranışları incelenmiştir. İncelemeler sonucunda elde edilen bulgulara göre, artan sıcaklıkla birlikte yüzey pürüzlülüğü artmasına rağmen sürtünme katsayısı yükselmektedir. Ayrıca uzun işlem süreleri sonucunda elde edilen nitrürasyon tabakasının, kısa işlem süresinde elde edilmiş tabakaya göre daha düşük aşınma hızına sahip olduğu vurgulanmaktadır. Yapılan bir diğer çalışmada, AISI H13 çelik yüzeyine biriktirilmiş TiAlCrN ve TiAlN kaplamaların karşılaştırılması yapıldığında, TiAlCrN'ün takım ömrünü iki kat daha fazla artırdığı belirtilmektedir [81].Rodriguez ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, AISI H13 çelik numunelerin yüzeyine gaz nitrürleme, FBK yöntemiyle TiAlN ve gaz nitrürleme+FBK 'dubleks' işlem uygulanıp, ball-on disk deney düzeneğinde aşınma davranışları incelenmiştir. Sonuçlara bakıldığında, sadece gaz nitrürlenmiş numune, TiAlN kaplanmış numuneye göre 5 kat daha fazla aşınma direnci göstermektedir. Oysaki dubleks işlemlili tabakaya bakıldığında neredeyse aşınma meydana gelmediği görülmektedir [82].

Yapılan başka bir çalışmada, H13 çeliğine biriktirilen CrN kaplamanın kritik yükü 40 N olarak ölçülmüş, ayrıca plazma nitrasyonlu numune üzerine biriktirilen CrN

kaplamanın kritik yükü 100 N olarak ölçülmüştür. Bununla dubleks işlem uygulanmış çeliğin aşınma direnci 4 kat daha fazla olduğu belirlenmiştir.

Kim ve çalışma arkadaşlarının yapmış olduğu bir çalışmada, CrZrN ince film kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemiyle kaplanmıştır. Sonuçlar incelendiğinde artan Zr miktarı ile daha yoğun ve kompakt bir yapı elde edildiği gözlenmektedir. Bununla birlikte, kaplamanın sertliği 34 GPa değerinde olduğu ve aşınma davranışının CrN kaplama ile karşılaştırıldığında büyük oranda iyileşme görüldüğü rapor edilmektedir [83].

AISI H13 çelik numunenin üzerine radyo frekans manyetik sıçratma yöntemi ile CrAlN ince film kaplanmıştır. Sonuçlar incelendiğinde, bu kaplama tabakası yüzeyin korozyon dayanımını kayda değer bir şekilde artırdığı gözlenmiştir. Bununla birlikte ölçümler sonucunda, yüzey sertliği 30 GPa, kaplama tabakasının scratch direncinin 59 N değerinde olduğu rapor edilmektedir [84].

Yukarıdaki çalışmalar ışığında, ekstrüzyon kalıplarında kullanılan H13 çeliği yüzeyine nitrürleme ve ardından doğru akım kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi kullanılarak TiAlZrN kaplama malzemesi kaplanması planlanmıştır. Daha sonra ise kaplamanın yapısal, kimyasal ve tribolojik özellikleri incelenecektir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Gerçekleştirilen bu çalışmada sanayide ekstrüzyonlu imalatta kullanılan kalıpların kullanım ömürlerini artırmak amacıyla uygun bir kaplama malzemesi ve kaplama yöntemi araştırılarak bu yöntemin uygulanabilmesi için gerekli uygun parametreler belirlenmeye çalışılmıştır.

2.1 Numunelerin Hazırlanması

Kaplama işlemleri öncesinde taban malzeme olarak kullanılacak H13 sıcak iş takım çeliği ticari olarak satın alınmıştır. Satın alınan çelik istenilen boyutlara (30 mm çap ve 4mm kalınlık) getirilerek kaplama numunelerinin işlem görmemiş ilk hali elde edilmektedir. Disk haline getirilen numuneler, literatüre uygun olarak, 650°C'de gerilme giderme tavlamasına tabii tutulduktan sonra, 1030°C'de yağda soğutularak sertleştirilmiştir. Ardından sırayla 500 ve 575°C'de tekrarlı olarak menevişleme işlemine tabii tutularak ortalama 54 HRC sertlik değeri elde edilmiştir. Bu işlemlerden sonra, numunelere 530°C sıcaklık seviyesinde tekrar gerilme giderme işlemi uygulanmıştır. Bu ısıl işlemlere tabii tutulan numunelerin yüzeyleri, nitrürleme işlemleri öncesinde taşlama ve kaba zımparalama işlemlerine tabii tutularak hazırlanmıştır.

2.2 Nitrürleme İşlemi

Kaplama işlemi öncesinde, metalografik olarak hazırlanan H13 çelik numunelerin nitrürleme işlemleri 525°C'de 8 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Temel gaz nitrürleme yönteminde sertleştirilecek parçanın üzerinde amonyağın 510°C sıcaklıkta akışına izin verilmektedir. Yönteme göre amonyak aşağıdaki ilk eşitlikte olduğu gibi ayrışmaktadır. Reaksiyon sonucu atomik olarak ayrışan azot ikinci eşitlikte verildiği gibi çelik tarafından absorbe edilmektedir. Çelik yüzeylerin nitrürlenmesi bu reaksiyonların tekrarlanması ile tamamlanmış olmaktadır [85, 86].



Nitrüleme işleminden sonra H13 çelik numunenin farklı bölge ve derinliklerdeki sertlik değerleri aşağıda verilmiştir.

Beyaz tabaka kalınlığı: 5-6 μm

Çekirdek sertliği: 640-660 HV

0,1mm derinlikte sertlik: 1080 HV

0,2 mm derinlikte sertlik: 722 HV

0,3mm derinlikte sertlik: 660 HV

Nitrüleme işlemine tabi tutulan numunelerin yüzeylerine kaplama işlemi öncesinde zımparalama ve parlatma işlemleri uygulanmıştır. Yapılan bu işlemler neticesinde hazırlanan numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri $0,05\mu\text{m}\pm 0,002$ olarak ölçülmüştür.

2.3 Kaplama İşlemlerinde Kullanılan Yöntem

Gerçekleştirilen ön çalışmalar sonucuna göre belirlenen kaplama malzemesini, AISI H13 sıcak iş takım çeliği yüzeyine kaplamak için, DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemde 4 tane mıknatıs kullanılarak kapalı bir manyetik alan oluşturulmak üzere, plazmanın manyetik alan çizgileri içerisinde kalarak numune yüzeyine daha iyi nüfuz etmesi sağlanmaktadır. Sistemin dengesiz olması ise, mıknatıslardan uzakta plazma oluşumunu sağlamak içindir. Kullanılan bu kaplama yönteminin en önemli avantajlarından bir tanesi, numune yüzeylerinde yük birikmesinden kaynaklanan ark oluşumunun mümkün olduğunca az olmasıdır. Ark oluşumunun az olması, kaplamaların daha homojen ve kararlı olmasına olanak sağlamaktadır. Bir diğer önemli etken ise, hedef malzeme zehirlenmesi olumsuzluğunun da tıpkı ark oluşumu gibi az olmasıdır. Yöntemin diğer avantajları;

- Kaplama oranının yüksek olması,
- Büyük ve karmaşık şekilli taban malzemelerinin kaplanmasına olanak sağlaması,
- Kademeli kaplamaların üretilmesine olanak sağlayarak, taban malzeme ile kaplama arasındaki adezyon direncini artırması,
- Taban malzemesinin ısınmasının daha düşük olması
- Plazmayı hedef malzeme yüzeyine hapsederek, iyonlaşma verimliliğinin daha iyi olması,
- 50-250 kHz gibi düşük frekanslarda çalışabilmesi şeklinde sıralanabilmektedir.

2.4. Kaplama İşlemleri İçin Deney Tasarımı

Bu çalışmada incelenmek istenen yapısal ve tribolojik özelliklerin, işlem sırasında oluşan kaplama yapıları ile ilişkili olduğu bilinmektedir. Ortaya çıkan bu yapılar, kullanılan kaplama parametrelerine bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. Bu parametrelerin bazıları; bias gerilimi, çalışma basıncı, hedef malzeme akımı, taban malzeme sıcaklığı, hedef ve taban malzemenin yerleştirilme şekli ve yeri, görev zamanı, frekans, taban malzeme ile hedef malzeme arasındaki mesafe şeklinde sıralanabilmektedir. Bu parametreler kaplama işlemi boyunca sürekli birbirleriyle etkileşim halinde bulunmaktadır ve her bir parametrenin kaplama özelliklerine kendine özgü bir etkisi olmaktadır [87].

Kaplama parametrelerinin, kaplama özelliklerine etkisini belirlemek amacıyla parametrelerden biri veya birkaçının değişken olarak seçilip diğerlerinin sabit tutulduğu geleneksel yöntem yaygın olarak kullanılmaktadır. Daha iyi kaplama özellikleri elde edebilmek için pek çok parametrenin muhtemel bütün varyasyonlarının denenmiş olması gerekmektedir, bu durum ise haliyle uzun çalışma zamanı ve yüksek maliyet gibi olumsuzlukları beraberinde getirecektir. Karşılaşılan bu olumsuzluğa karşın geliştirilen deney tasarım yöntemleri, pek çok değişken parametrelerin farklı seviyeleri arasından optimum kombinasyonu saptamasıyla, karmaşık olan işlemlerin optimize edilmesini sağlamaktadır [88]. Deney tasarımı yöntemleri arasında en çok bilinen ve kullanılanı Taguchi yöntemidir. Bu yöntemde, değişken parametreler kullanılarak yapılan deneylerden elde edilen sonuçlar Sinyal/Gürültü (S/N) oranları hesaplanarak incelenmektedir [89]. Burada sinyal değeri ölçülmek istenen değer, gürültü değeri ise ölçülmüş olan değer içerisinde istenilmeyen faktörlerin etkinliğini ifade etmektedir. Hesaplanan S/N oranlarının grafikleri elde edilerek herhangi bir değişken parametrenin kaplama üzerinde etkin olup olmadığı gözlenmektedir. Parametrelerin etki dereceleri S/N oranlarının delta istatistiğine dayanarak hesaplanmaktadır. Delta istatistiği aynı seviyenin S/N ortalamalarının en büyüğünün en küçüğünden çıkarılması ile hesaplanmaktadır. Taguchi deney tasarım yönteminde S/N oranları, daha küçük daha iyi, daha yüksek daha iyi ve nominal değer için daha iyi olarak değerlendirilmeye alındığı 3 ayrı ölçüte göre analiz edilmektedir.

Bu çalışmada deney için L_9 (3^3) ortogonal dizin tasarımı kullanılmıştır. S/N oranına ek olarak kaplamaların özelliklerine etki eden parametrelerin önemlilik seviyelerinin belirlenebilmesi için ANOVA analizi kullanılmıştır.

Çalışmada 3 değişken parametre kullanılmıştır. Bu parametreler, bias gerilimi, çalışma basıncı ve Zr hedef akımıdır. Literatürde yapılan pek çok çalışmada bias geriliminin, kaplamanın yüzey morfolojisine, kalınlığına ve tribolojik özelliklerine önemli etkilerinin olduğu ifade edilmiştir [90, 92]. Yüksek enerjili iyon ve atomların kaplama üzerine çarpmaları, yüzey morfoloji özelliklerine birçok farklı etkide bulunmaktadır. Artan bias gerilimi sebebiyle enerjisi artan iyonların, taban malzeme yüzeyinde atomlarla çarpışmasıyla birlikte sahip oldukları kinetik enerjiyi yüzeydeki atomlara transfer etmektedirler. Bu transfer nedeniyle atomlar hareket ederek daha düşük enerjili yerlere yerleşmektedir ve buda kaplamanın daha kararlı şekilde büyümesini sağlamaktadır. Aynı zamanda artan iyon bombardımanı yüzeyde bulunan atomları geriye ve ileriye sıçratma olmak üzere 2 farklı etkiye sahiptir. Bu etkiler sayesinde kaplama yapısında taneler arasında oluşabilecek boşluklar doldurulmuş ve film yoğunluğunun artmış olması sağlanmaktadır. Ayrıca yüzeydeki atomların geri sıçraması nedeniyle kaplama hızı da düşüş göstermektedir. Bias geriliminin kaplama kalınlığına etkisine bakıldığında, artan bias gerilimi ile birlikte kaplamanın maruz kaldığı iyon bombardımanının oluşturduğu çekiçleme (ion peening effect) etkisiyle kaplama kalınlığının azaldığı sonucu göze çarpmaktadır.

Kaplamalar için kullanılacak olan elementler literatür çalışmaları incelenerek sanayi uygulamalarında amaçlanan ihtiyaçları karşılama amacıyla seçilmiştir. Yapılan birçok çalışmada Ti bazlı kaplamalara Al eklenerek sürtünme katsayısının düşürülmesi sağlanmıştır. Ayrıca yüzeyde oluşan Al_2O_3 yapısı sayesinde kaplamaların oksitlenme sıcaklıklarının yükseldiği rapor edilmiştir [93]. Zr elementi ve ZrN bileşiğine ilginde son yıllarda giderek artmaktadır. Bunun başlıca sebeplerinden bazıları; yüksek termal ve kimyasal kararlılık, iyi aşınma direnci, yüksek sertlik, yüksek elektrik iletkenliği şeklinde sıralanabilmektedir [25].

Bu değerlendirmeler ışığında, bu çalışmada hedef malzeme olarak Ti, Al, Zr, reaktif gaz olarak N kullanılmıştır. Üretimi planlanan kaplamanın yapısında Ti, Al, Zr elementlerinin azotlu bileşikleri oluşturularak yüksek sertlik ve düşük sürtünme katsayısı gibi özelliklere sahip bir kaplama tabakası elde edilmesinin yanında yapıda bulunan Zr elementinin yüksek sıcaklıktaki termal kararlılığı sayesinde yüksek sıcaklık uygulamalarında üstün aşınma direnci elde edilmesi planlanmıştır. Bu amaçla, söz konusu kaplamanın elde edilmesinde kullanılacak olan parametreler Taguchi deney tasarımı ile planlanmıştır.

2.5. Kaplama İşlemi

Kaplama işlemleri öncesinde, kaplama sistemi ayrıntılı bir şekilde temizlenerek kaplama işlemine hazır hale getirilmiştir. Çalışma için belirlenen TiAlZrN dereceli (graded) filmlerin üretilebilmesi için kullanılan kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yönteminde kullanılan kaplama parametreleri Tablo 8’de gösterilmektedir. Kaplamalarda incelemek istenilen değişken parametreler Zr hedef akımı, Bias gerilimi ve çalışma basıncı olarak belirlenmiştir. Bu parametreler optimum olarak Zr hedef akımı 3A, Bias gerilimi 75V ve çalışma basıncı $2,5 \times 10^{-3}$ Torr değerlerinde belirlenmiştir. Optimum olarak belirlenen bu değerler aşağıdaki Tabloda görüldüğü gibi seviyelendirilmiştir.

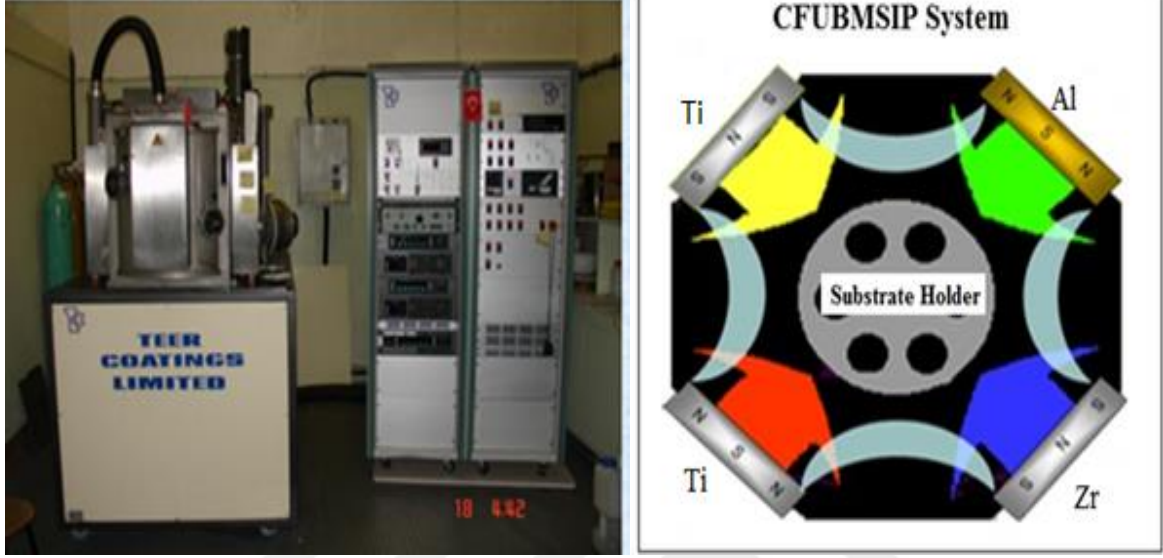
Tablo 8. TiAlZrN dereceli film kaplama parametreleri

Değişken Parametreler	Seviyeler		
	1	2	3
Zr Hedef Akımı (A)	2	3	5
Taban Malzeme Gerilimi (-V)	50	75	90
Çalışma Basıncı (Torr)	2×10^{-3}	$2,5 \times 10^{-3}$	3×10^{-3}

Sabit Parametreler	
Hedef Akımları; Ti / Al (A)	6 / 2
Ara Tabaka için Ti Hedef Akımı (A)	6
Kaplama Süresi (dak.)	60
Frekans (kHz)	100
Görev Zamanı (μ s)	2,5

Numune Adı	Zr Hedef Akımı (A)	Bias Gerilimi (-V)	Çalışma Basıncı (Torr)
R1	2	50	2×10^{-3}
R2	3	50	$2,5 \times 10^{-3}$
R3	5	50	3×10^{-3}
R4	3	75	2×10^{-3}
R5	5	75	$2,5 \times 10^{-3}$
R6	2	75	3×10^{-3}
R7	5	90	2×10^{-3}
R8	2	90	$2,5 \times 10^{-3}$
R9	3	90	3×10^{-3}

Kaplama işlemlerinin yapılması için Al, Zr ve Ti olmak üzere ayrı ayrı 3 hedef malzeme kullanılmaktadır. Hedef malzemeler Şekil 33'de gösterildiği gibi sisteme yerleştirilmektedir.



Şekil 33. DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma cihazı ve Hedef malzemelerin yerleştiriliş biçimi

Kaplama işlemi öncesinde taban malzemenin yüzeyinde oluşabilecek muhtemel kirlilikleri temizlemek amacıyla 15 dakika süreyle iyon temizleme işlemi gerçekleştirilmiştir. İyon temizleme için argon soygaz atmosferi kullanılmıştır. H13 çeliği üzerine uygulanan iyon temizleme işleminden sonra kaplama ile taban malzeme arasındaki adezyonu artırmak, oksitlenme direncini artırmak ve film taban malzeme arayüzünde oluşacak artık gerilmeleri azaltmak amacıyla 5 dakika süreyle Ti ara tabakası kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir [94]. Ardından yüksek sıcaklık nedeniyle biriken ısıl gerilmeleri azaltmak amacıyla, 15 dakika boyunca TiN, 20 dakika boyunca TiAlN ve 20 dakika boyunca TiAlZrN tabakaları numune yüzeyine kaplanmıştır. Bu kaplama işlemleri sırasında, yapısal incelemelerde kullanılmak üzere H13 numunelerle birlikte aynı ortama cam levha ve silikon wafer altlıkları yerleştirilmiş ve aynı kaplamanın bu altlıklara da biriktirilmesi sağlanmıştır.

2.6 Mikrosertlik Testleri

TiAlZrN dereceli kaplamanın ortalama mikrosertlik deęerleri Őekil 34’de grlen mikrosertlik lm cihazı kullanılarak, her bir numune iin 50 gr yk altında 10 saniyelik alıŐma sresinde 5 adet lm yapılarak gerekleŐtirilmiŐtir.



Őekil 34. Mikrosertlik lm cihazı

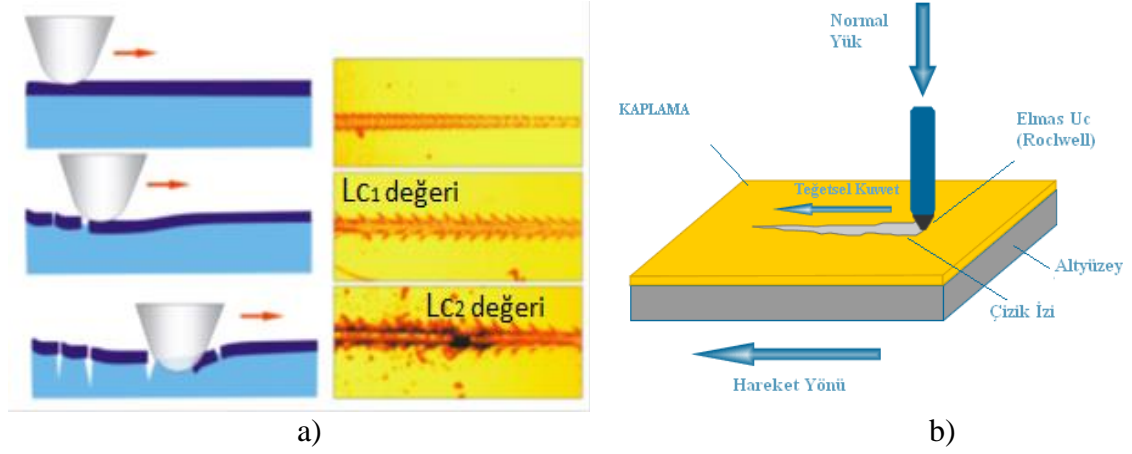
2.7. Yapısal İncelemeler

Kaplamaların yapısal zelliklerin incelenmesi amacıyla, silisyum wafer altlık zerine biriktirilmiŐ kaplama numuneleri kullanılmıŐtır. Bu incelemeler, $\lambda=1,5405 \text{ \AA}$ dalga boyuna sahip CuK_α radyasyon kaynaklı X-ray Difraktometre cihazı kullanılarak gerekleŐtirilmiŐtir. Her bir numune, $2\theta = 5 - 100^\circ$ tarama aralıęında, 3 derece/dk tarama hızında ve 0,05 derece tarama adım deęerlerinde incelenmiŐtir. Kaplamadan elde edilen X-Ray grafikleri, literatr ile karŐılaŐtırılarak deęerlendirmeleri yapılmıŐtır.

Elde edilen kaplamaların mikro yapı zellikleri, kalınlıkları ve aŐınma yzeyi fotoęrafları taramalı elektron mikroskobu ile kimyasal bileŐimleri ise EDS analizi kullanılarak karakterize edilmiŐtir.

2.8. Çizik Testi Deneyleri

AISI H13 taban malzeme yüzeyine biriktirilen TiAlZrN dereceli kompozit kaplamaların taban malzeme yüzeyine yapışma dayanımlarını belirleyebilmek için çizik (scratch) test cihazı kullanılmıştır. Kullanılan bu cihaz, CSM firması tarafından üretilmiş olan Revester model çizik test cihazıdır. Ölçümler için çapı 200 μm olan standart Rocwell C tipi uç kullanılmıştır. Deneylerde, 10 mm/dk'lık kayma hızı ve 100 N/dk'ya kadar artırılan yük değeri kullanılmıştır. Deneysel sonuçlarda meydana gelen çizikler SEM ile görüntülenerek karakterize edilmiştir.



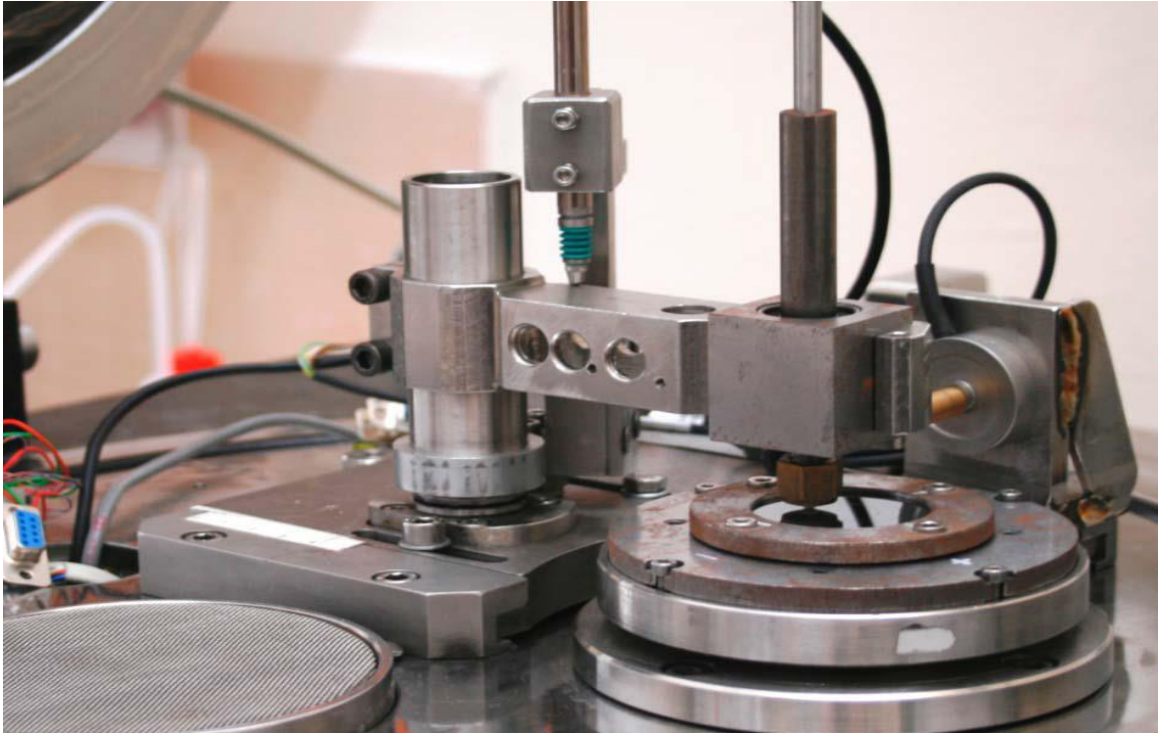
Şekil 35. a) Scratch test çizik aşamaları b) Çizik test yöntemi

2.9. Tribolojik Özelliklerin Belirlenmesi

Nitrürlenmiş H13 sıcak iş takım çeliği üzerine kaplanan TiAlZrN kaplamaların tribolojik özelliklerini belirlemek amacıyla Şekil 36'da görülen DUCOM firmasına ait bilgisayar kontrollü ball-on disk test cihazı kullanılmıştır. 60 mm/sn çevresel hızda, 2 farklı yük değerinde gerçekleştirilen deneylerde kullanılan parametreler Tablo 9'da verilmektedir.



Şekil 36. Ball on disk esaslı sürtünme ve aşınma deney düzeneği



Şekil 37. Sürtünme aşınma deney düzeneğinin ayrıntılı görünümü

Tablo 9. Triboloji deney parametreleri

Değişken Parametreler	
Aşınma İzi Çapı	Uygulanan yük
10 mm	2N
14 mm	5N

Sabit Parametreler	
Aşındırıcı Bilye	Al ₂ O ₃
Aşındırıcı Bilye Çapı	6 mm
Deney Süresi	1600 çevrim
Test Ortamı	Atmosfer
Ortam Sıcaklığı	20-24 °C
Bağıl Nem	%50-58
Çevresel Hız	60 mm/sn

Deney sonrasında aşınma hacimleri, optik profilometre kullanılarak elde edilmiştir. Aşınma hızı ise aşağıda verilen denkleme göre hesaplanmıştır.

$$W = \frac{Z}{T_{vb}} \left(\frac{kk}{\dot{Ç} \ddot{a}} \right) \quad (5)$$

Burada W aşınma hızı, V aşınma hacmi (mm³), P uygulanan yük (N) ve d aşınma mesafesi (m).

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Kaplamaların Yüzey Morfolojilerinin İncelenmesi

Cam levha altlık üzerine değişik kaplama parametreleri ile büyütülen TiAlZrN filmlerin yüzey morfolojileri taramalı elektron mikrosobu (SEM) ile incelenmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda elde edilen yüzey görüntüleri Şekil 38-46'da verilmektedir. Üretilen kaplamalar metalik açık sarı bir renkte olup, parlak bir yüzey görünümüne sahiptir. Görüntülere bakıldığında, elde edilen TiAlZrN kaplamalarının genel olarak yoğun ve düzgün bir yapıya sahip olduğunu görülmektedir. Bu yapı, kaplamalar için uygulanan manyetik sıçratma yöntemiyle sağlanmaktadır. Görülen bu düzgün yapılar, uygulanan manyetik sıçratma yöntemi ile kaplama yapısındaki iç gerilmelerin meydana getirdiği düzensizliklerin azalması ve ark oluşumunu engellemesi sayesinde meydana gelmektedir.

Deney parametreleri açısından yapılar incelediğinde, her kaplama parametresinin kaplama üzerinde farklı etkiye sahip olduğu bilinmektedir. Örneğin bu çalışmada değişken bir parametre olarak kullanılan bias gerilimi artırıldığında, kaplamanın oluşumunu sağlayan atomlar daha yüksek enerjiye sahip olmakta ve bu sayede parça yüzeyine çarptıklarında daha yoğun bir yapının oluşmasını sağlamaktadırlar [95]. Bias geriliminin artmasıyla karşılaşılan bir diğer sonuç ise, enerjisi artmış olan iyonların büyümekte olan film yüzeyine çarpmaları sonucunda yüzeyde bulunan mevcut atomların geri sıçramalarına neden olarak, kaplama hızının azalmasına yol açmaktadır.

Kaplama tabakasının yüzey SEM görüntüleri üzerinde yapılan tane boyutu hesaplamalarında elde edilen sonuçlar Tablo 10'da verilmiştir.

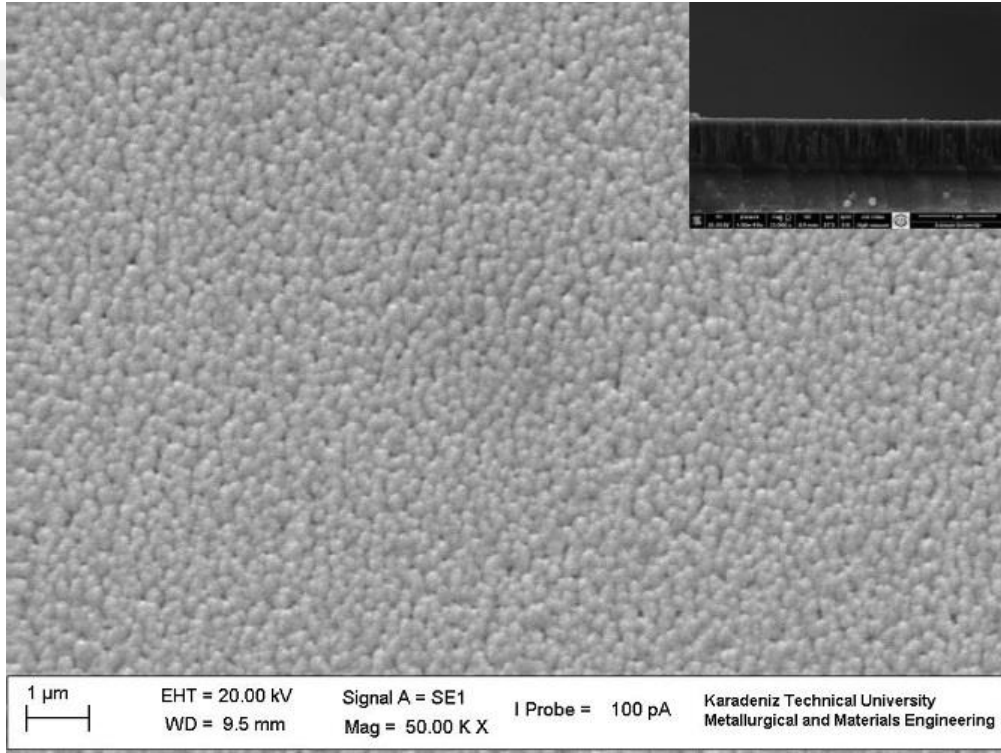
Tablo 10. Kaplamalardan elde edilen tane boyutu ölçüleri

Numune Adı	Tane Boyutu (nm)
R1	340±50
R2	375±50
R3	430±50
R4	312±50
R5	379±50
R6	334±50
R7	280±50
R8	329±50
R9	307±50

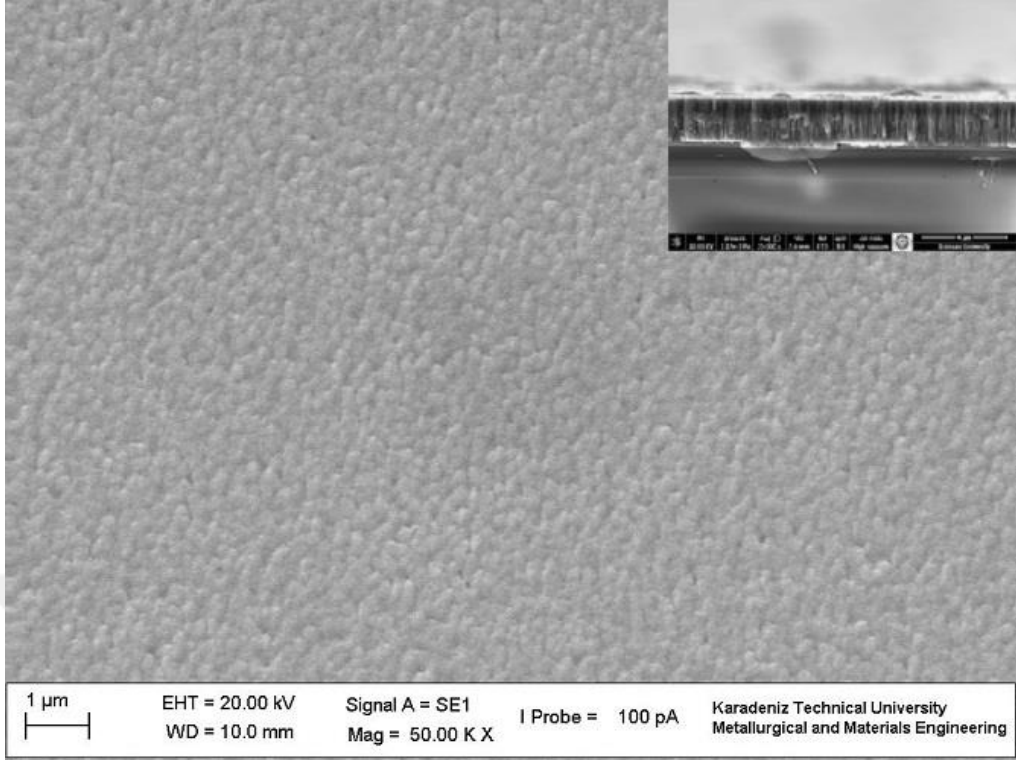
Özellikle Şekil 38'deki R1, Şekil 41'deki R4 ve Şekil 44'deki R7 numunelerinin görüntüleri ve hesaplanan tane boyutu değerleri incelendiğinde bias voltajının ve Zr akımının artmasıyla birlikte daha ince taneli ve daha kompakt yapıya sahip kaplamaların elde edildiği görülmektedir. Yüksek bias gerilimi (90V) ve yüksek Zr akımı (5A) ile birlikte taban malzeme yüzeyine ulaşan iyonların yoğunluğunda artış meydana gelmektedir. Malzeme yüzeyinde meydana gelen bu yoğun iyon bombardımanı, daha fazla çekirdeklenme bölgeleri oluşturarak yapının daha ince taneli olmasını sağlamaktadır. R1 numunesinde görülen bu daha büyük tane yapısının, adatomların (absorbe olmuş atomlar) hareketliliğinin daha düşük olmasından dolayı meydana geldiği öngörülmektedir. Bias gerilimi arttıkça kaplama tabakası tanelerinin daha küçük bir hal alması, geçmişte yapılmış kaplama çalışmalarıyla uyumlu olmaktadır. Örnek çalışmalar incelendiğinde, yapılan bir çalışmada farklı bias gerilimleri kullanılarak üretilen kaplama tabakaları incelendiğinde bias geriliminin artmasının iyon hareketliliğini artırdığı vurgulanmıştır [91]. Yu ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir diğer çalışmada ise bias geriliminin artması sonucunda adatom hareketliliğinin arttığı ve bu sayede yüksek enerjili adatomların taneler arası boşluklara girerek daha yoğun bir yapının oluşmasını sağladığı rapor edilmiştir [96].

Bias geriliminin 90 V değerinde sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numunelerinin SEM görüntüleri Şekil 44-46'da verilmektedir. En yüksek Zr akımı ve en düşük çalışma basıncı değerleri kullanılarak üretilen R7 numunesinin yüzey görüntüsü incelendiğinde ince tane boyutunun bu numunede olduğu görülmektedir. Bu durumda, R7 numunesinin en yüksek Zr akımı ve en düşük çalışma basıncına sahip olması nedeniyle biriktirilen atomların taban malzeme yüzeyine hareketleri esnasında çarpışabilecekleri gaz atomlarının

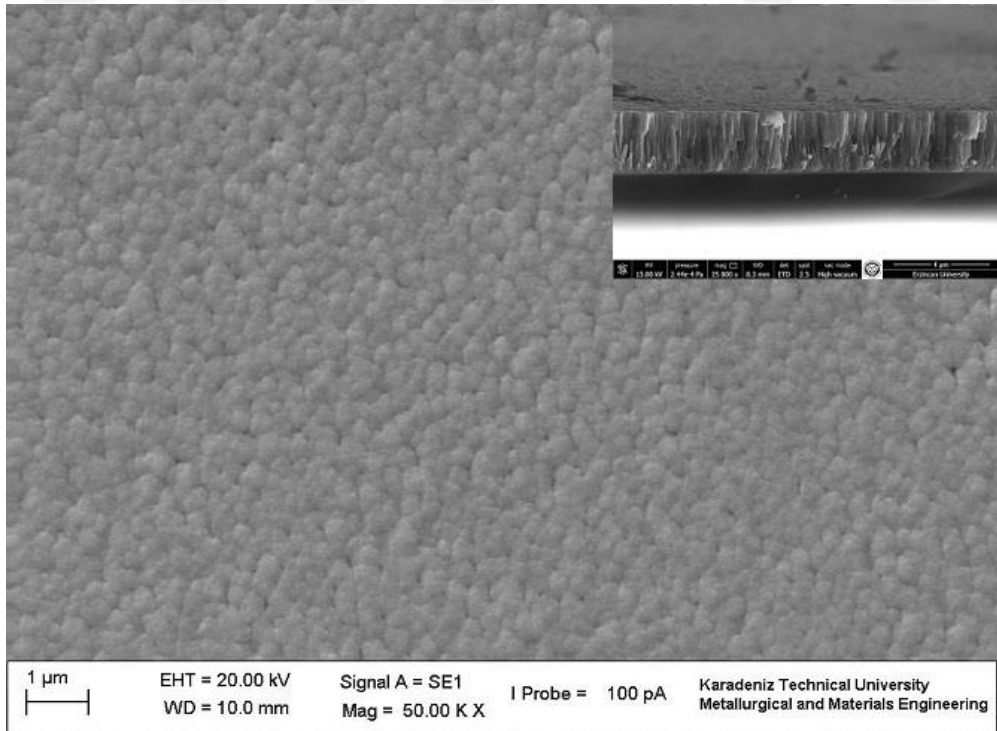
daha az miktarda olmasından kaynaklanabildiği yorumu yapılabilmektedir. Bu sayede biriktirmek üzere saçtırılan atomlar, daha yüksek çalışma basınçlı ortamlara nazaran daha yüksek enerjiye sahip olarak taban malzeme yüzeyine çarpmaktadırlar. Böylece de daha öncede bahsedildiği üzere yüzeydeki adatom hareketliliğinin artması ile birlikte daha ince tane boyutlu ve kompakt bir yapı elde edilmiş olmaktadır [97]. Karşılaşılan bu durum R1, R2 ve R3 numunelerinin yüzey görünümleri tarafından da doğrulanmaktadır. R1 numunesinde çalışma basıncı 2×10^{-3} Torr değerinde iken R3 numunesinde 3×10^{-3} Torr değerine yükseldiğinde, daha kalın taneli bir yapının elde edildiği görülmektedir.



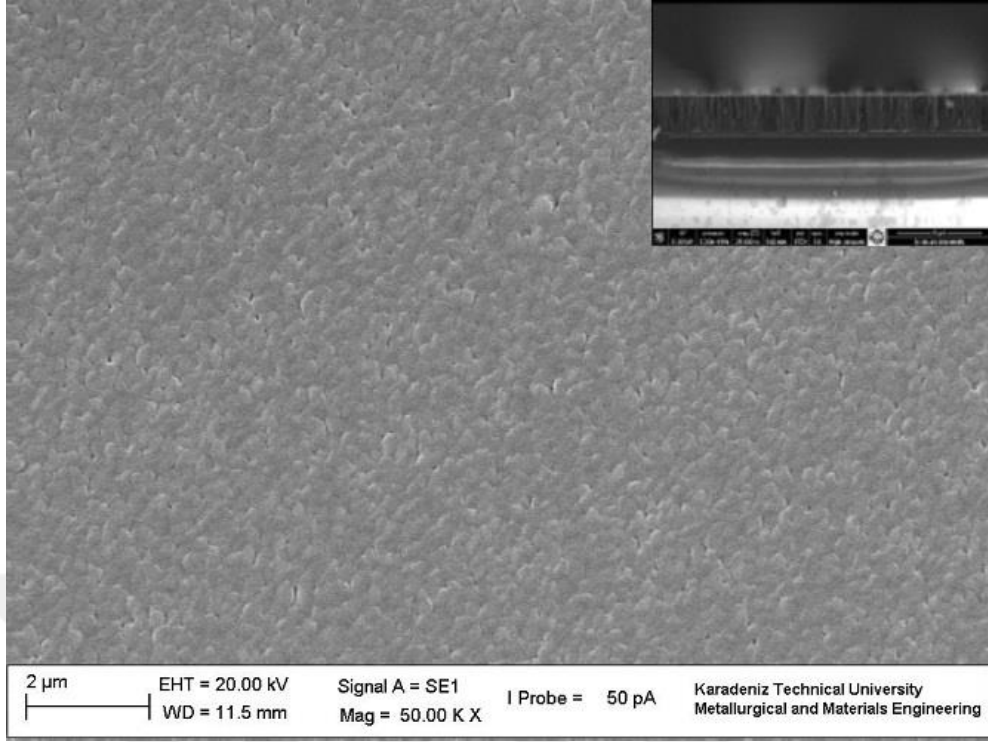
Şekil 38. R1 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü



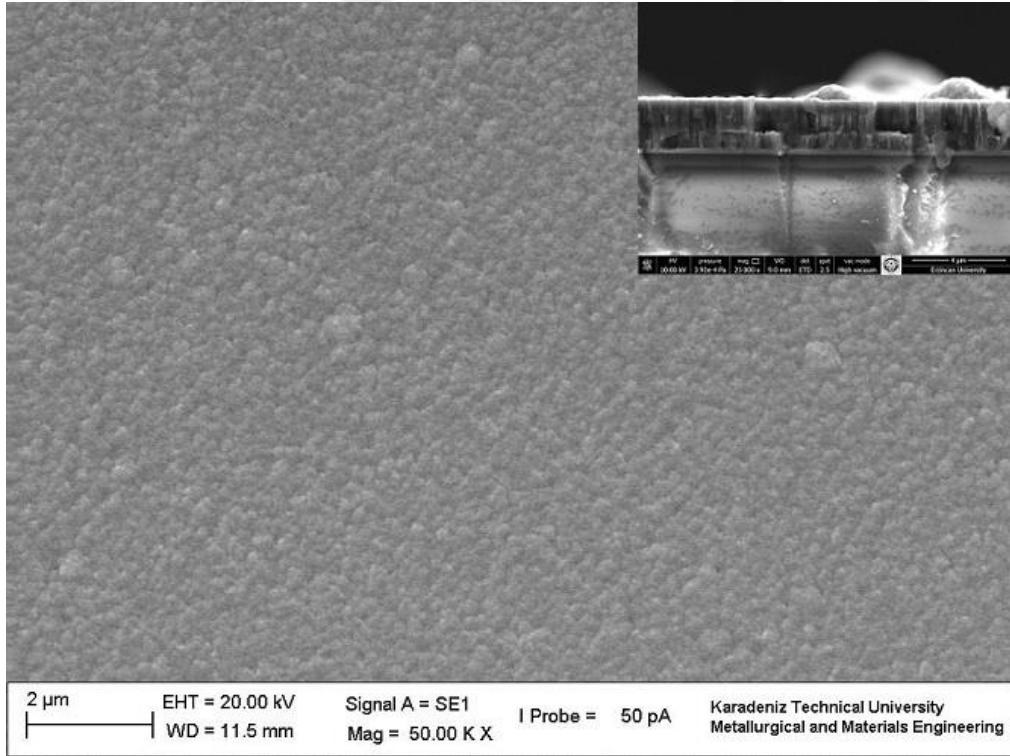
Şekil 39. R2 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü



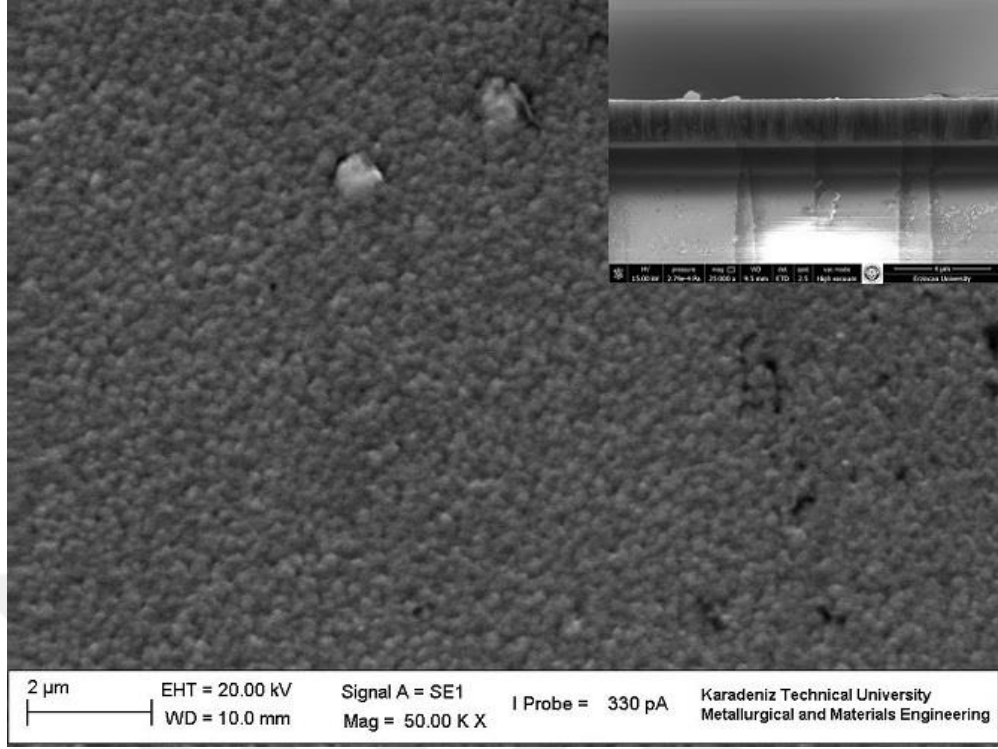
Şekil 40. R3 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü



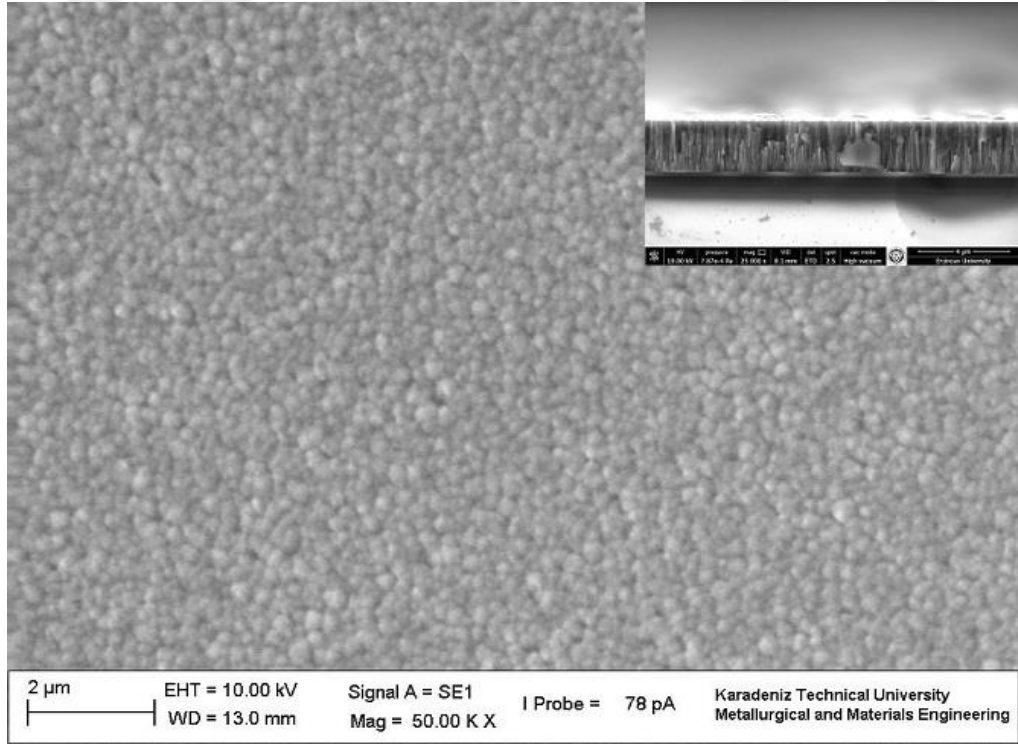
Şekil 41. R4 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü



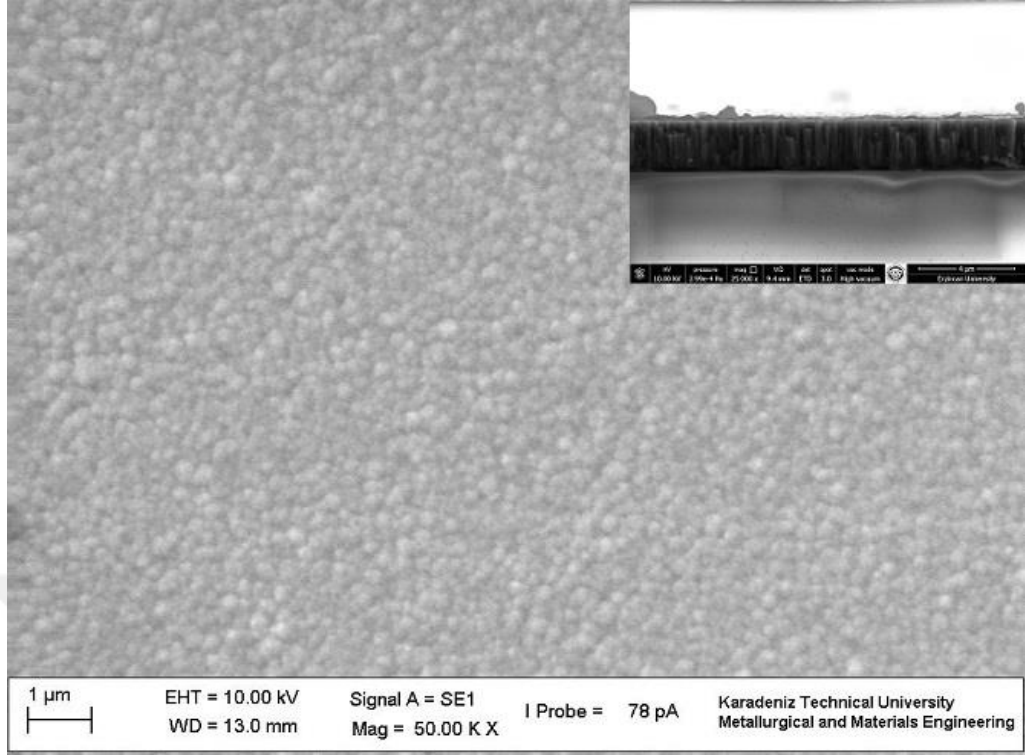
Şekil 42. R5 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü



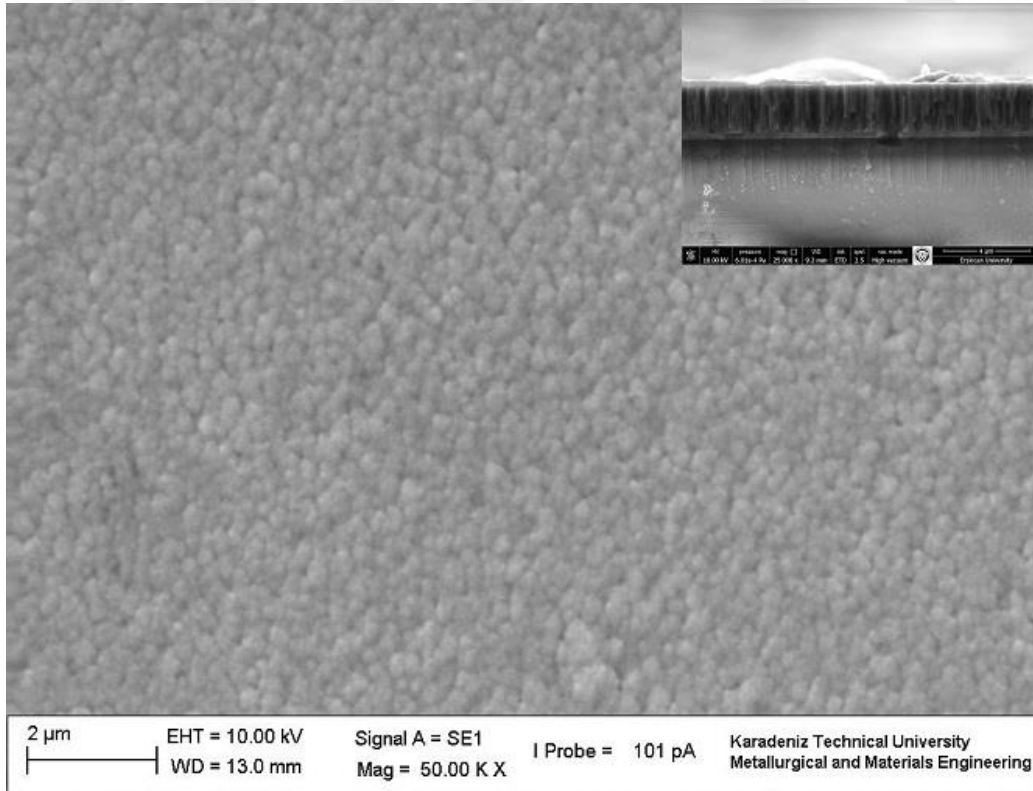
Şekil 43. R6 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü



Şekil 44. R7 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü



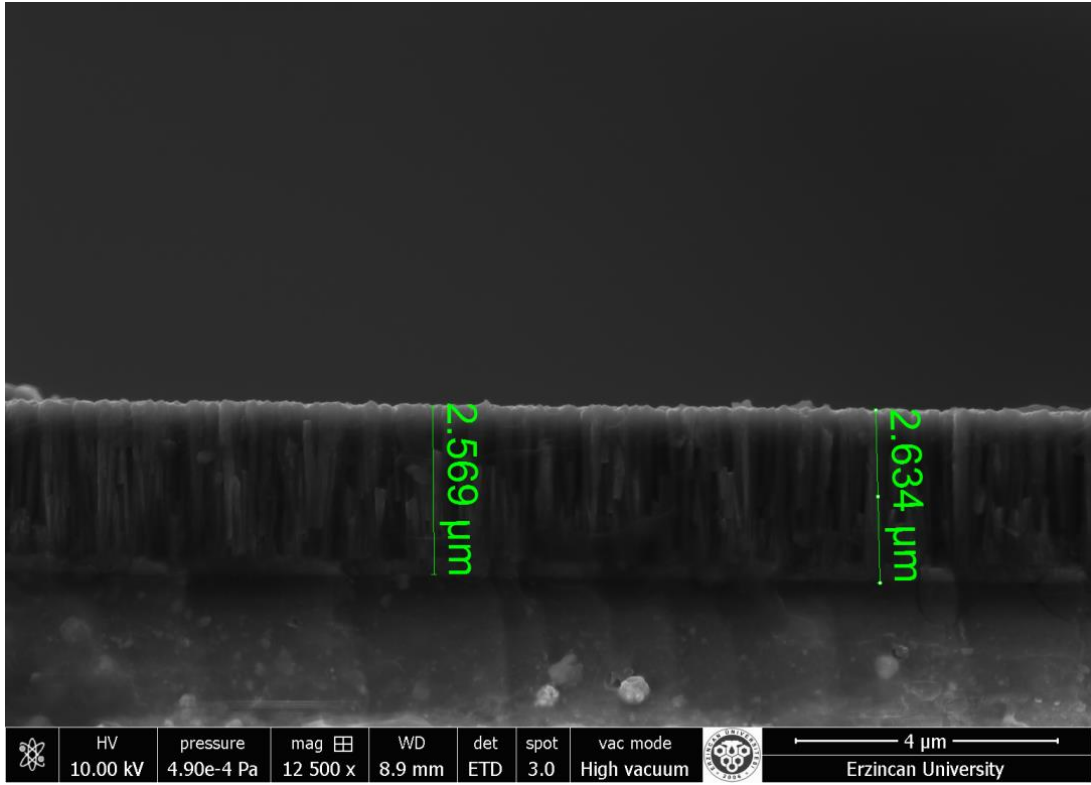
Şekil 45. R8 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü



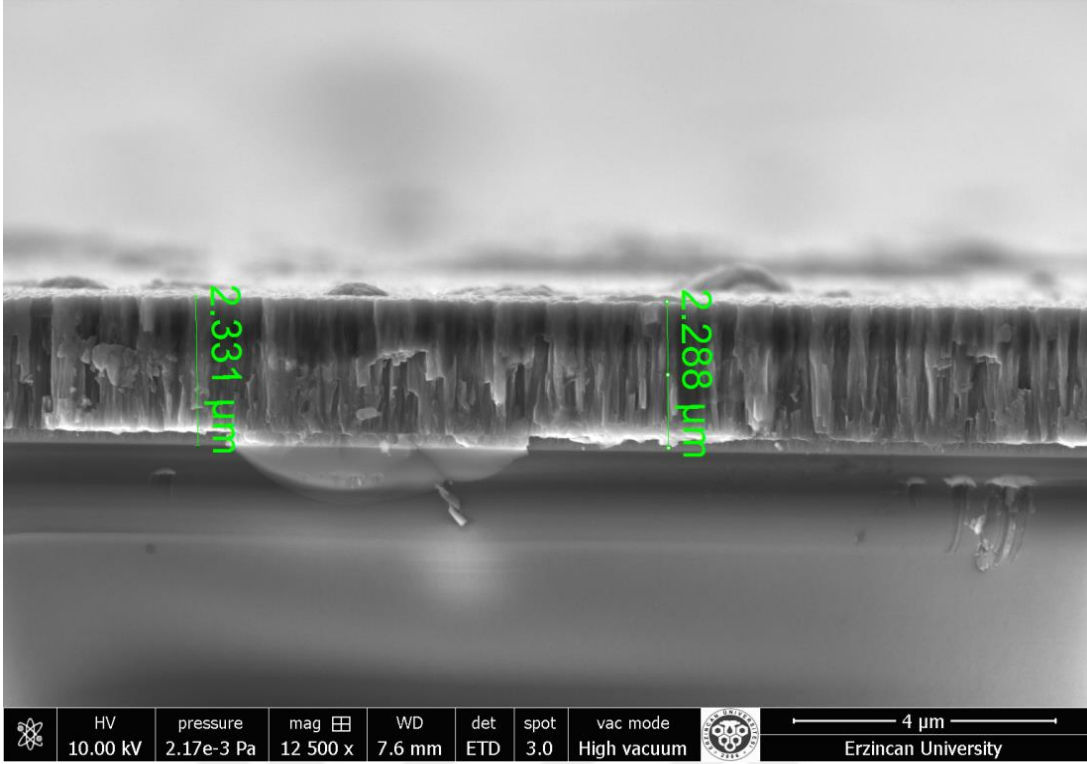
Şekil 46. R9 numunesi yüzeyinin SEM görüntüsü

3.2. Kaplama Kesitlerinin İncelenmesi

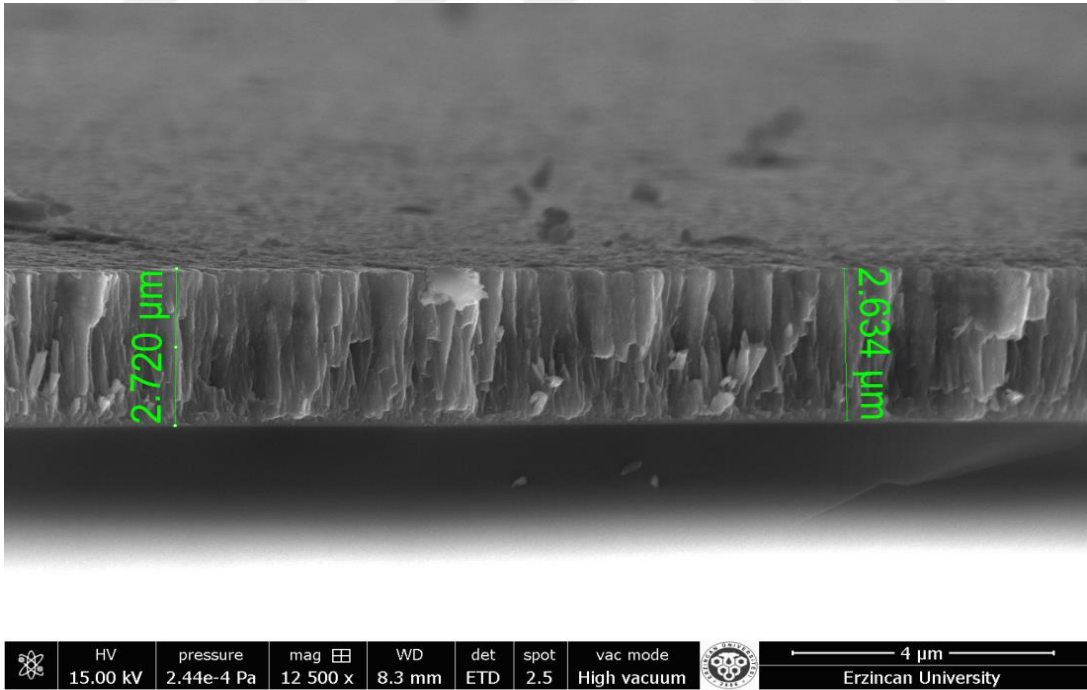
Üretimi yapılan kaplamaların kalınlıkları, cam altlıklar üzerine biriktirilmiş olan filmlerin gevrek kırılması ile elde edilen radyal doğrultudaki kesitlerin SEM görüntüleri incelenerek belirlenmiştir. Kaplama kesitlerinin SEM görüntülerinden elde edilen ölçümler Şekil 47-55’de verilmiştir. Bu görüntüler incelendiğinde, kaplama tabakasının kolonsal bir yapıda ve kaplama düzlemine dik doğrultuda büyümüş oldukları görülmektedir. Kesitlerin SEM görüntüleri kullanılarak elde edilen kaplama kalınlıkları Tablo 11’de verilmiştir.



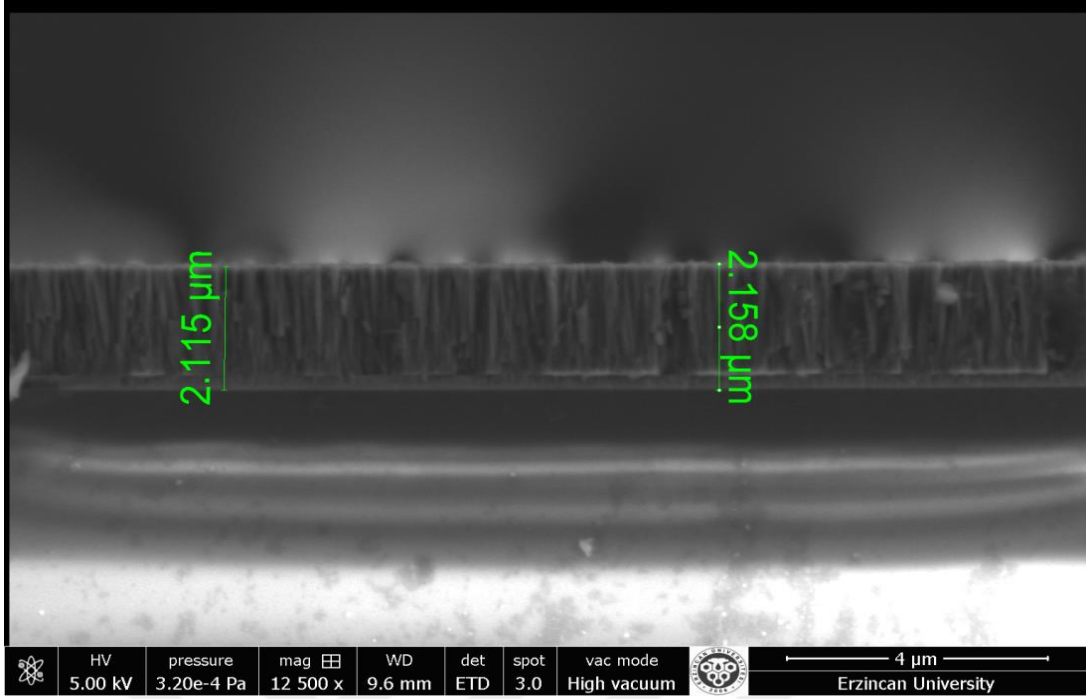
Şekil 47. R1 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü



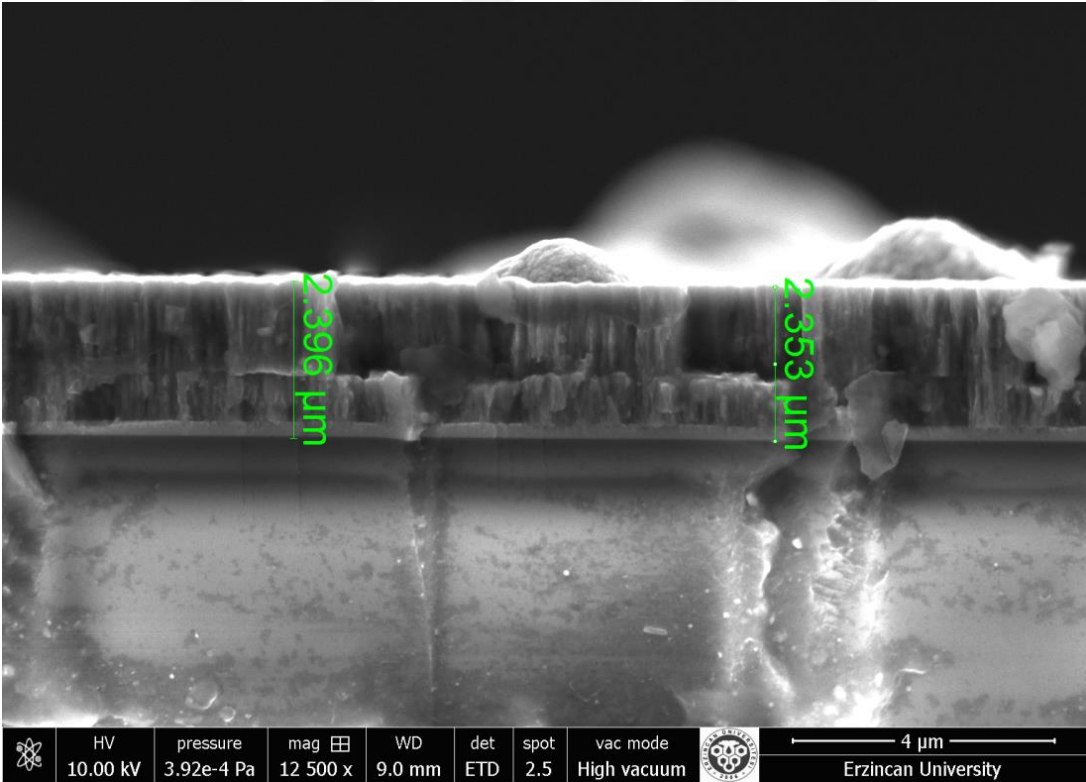
Şekil 48. R2 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü



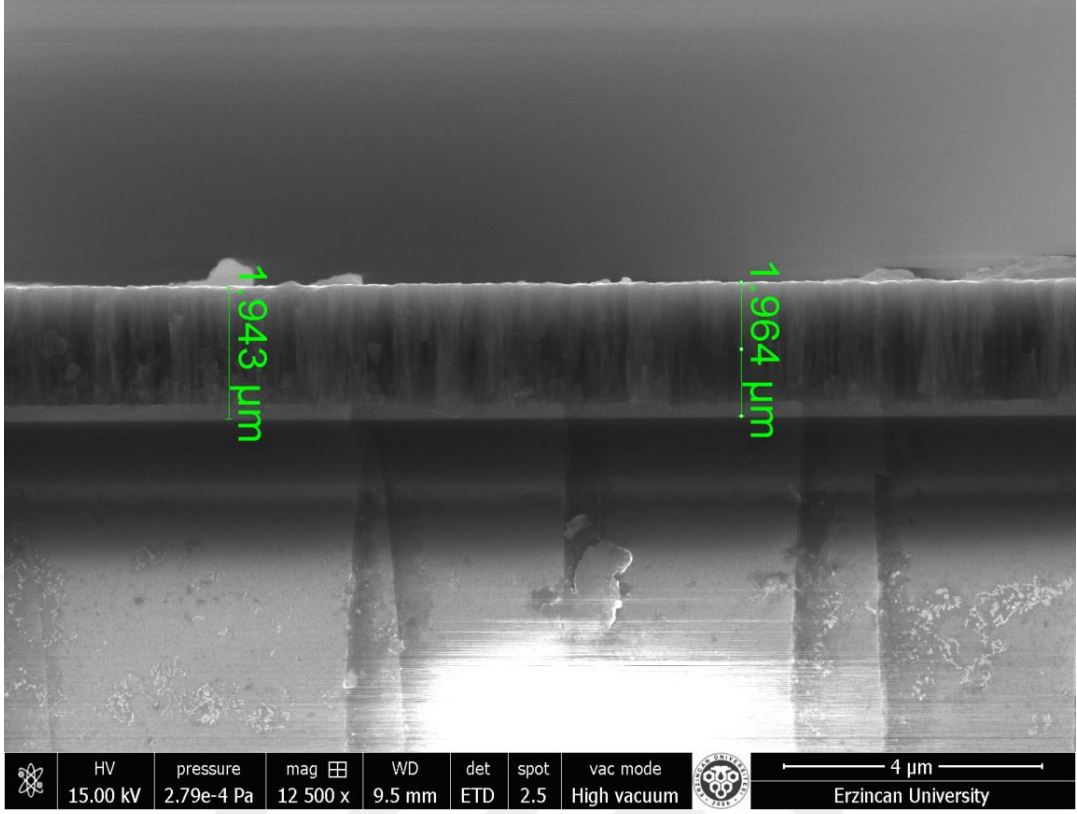
Şekil 49. R3 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü



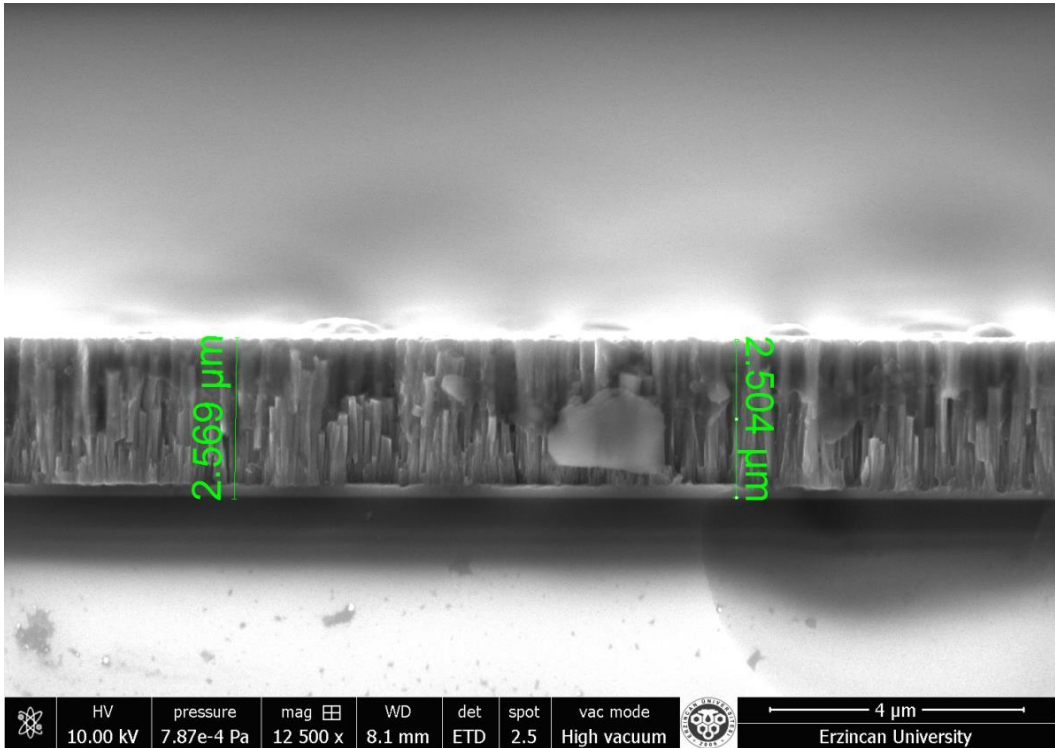
Şekil 50. R4 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü



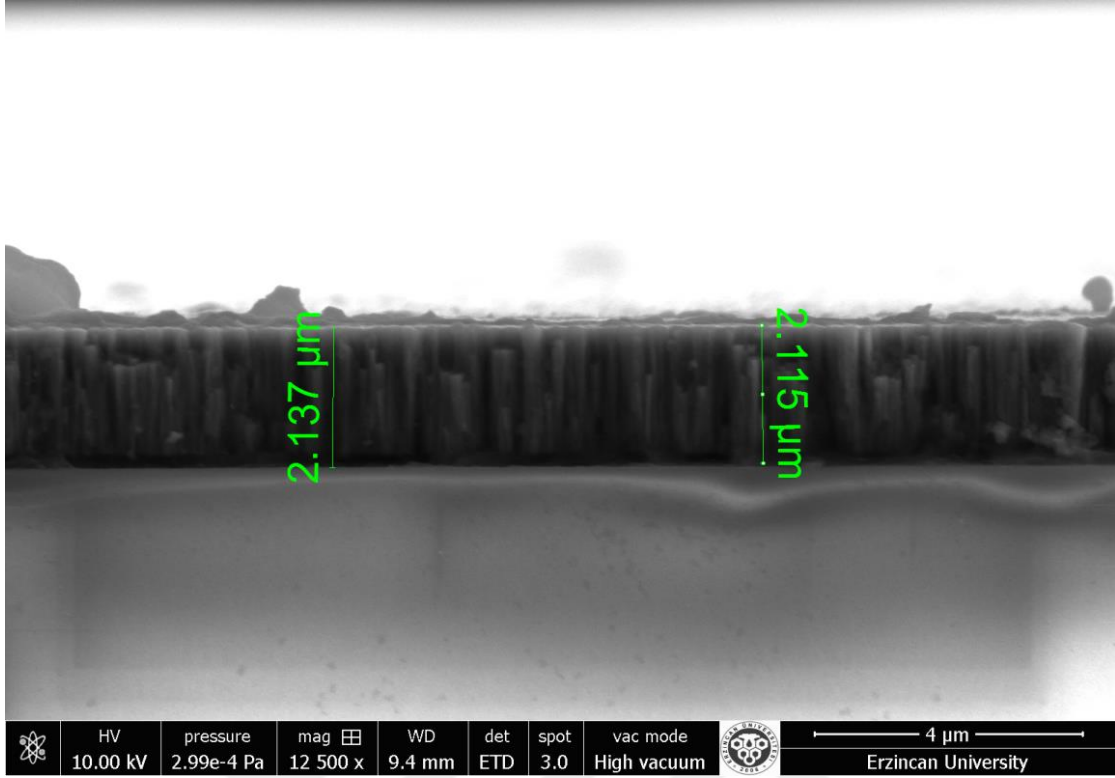
Şekil 51. R5 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü



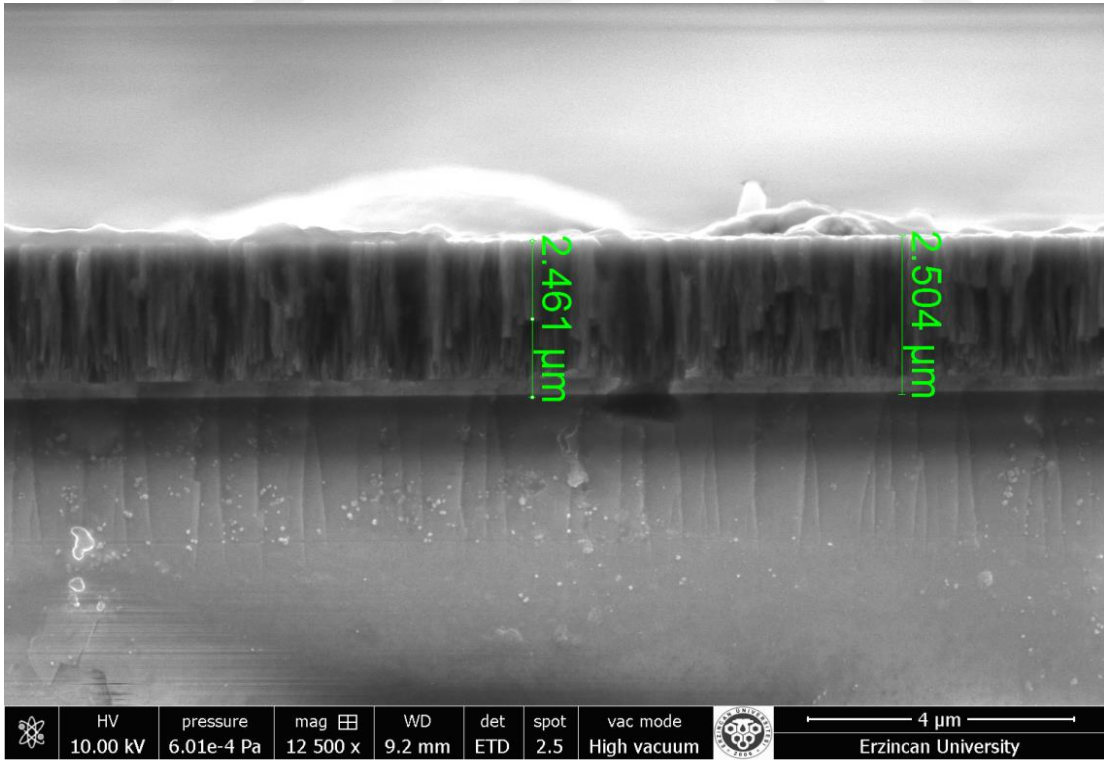
Şekil 52. R6 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü



Şekil 53. R7 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü



Şekil 54. R8 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü



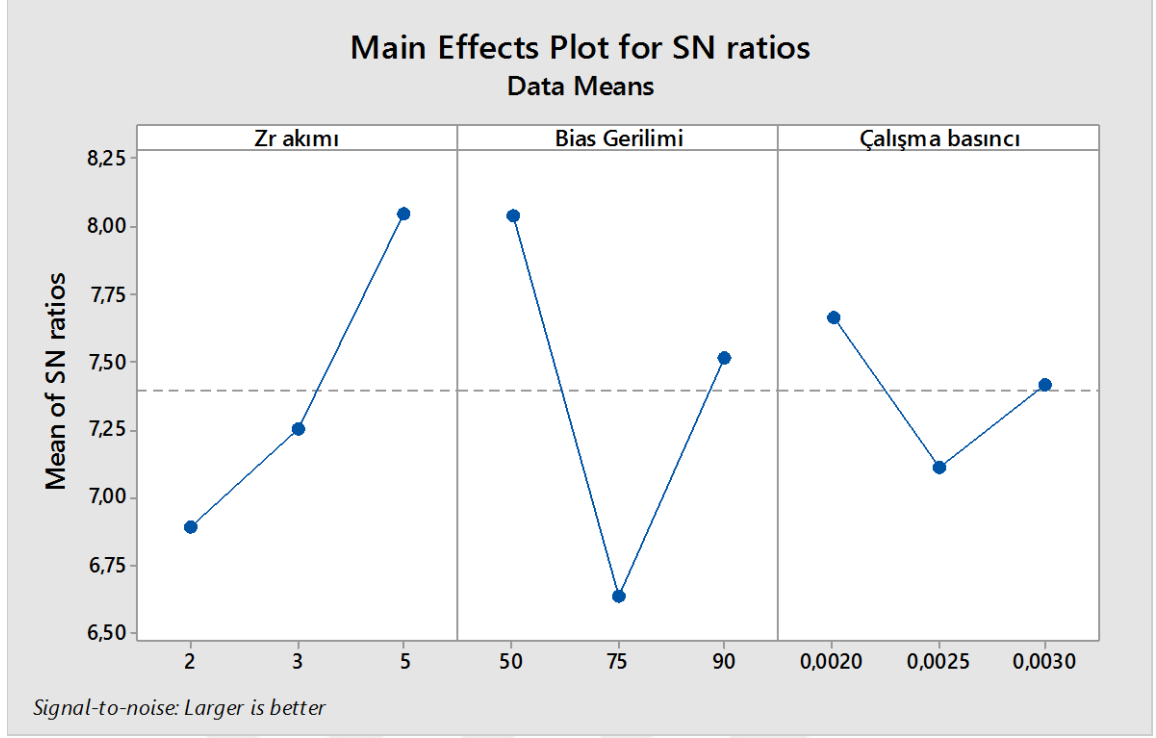
Şekil 55. R9 numunesinin kalınlık değeri ölçüm görünümü

Tablo 11. Elde edilen kaplamaların ölçülen ortalama kalınlıkları

Numune Adı	Kalınlık (μm)
R1	2,6
R2	2,3
R3	2,7
R4	2,1
R5	2,3
R6	1,9
R7	2,5
R8	2,1
R9	2,4

SEM görüntülerinden elde edilen sonuçlara göre en yüksek kaplama kalınlığı R3 (5A Zr hedef akımı, 50 V bias gerilimi ve 3×10^{-3} Torr çalışma basıncı) numunesinde 2,7 μm olarak hesaplanmıştır. En düşük kaplama kalınlığı ise R6 (2A Zr hedef akımı, 75 V bias gerilimi ve 3×10^{-3} Torr çalışma basıncı) numunesinde 1,9 μm olarak hesaplanmıştır.

Gerçekleştirilen bu çalışmada, TiAlZrN kaplanmış numunelerin kesit görüntüleri incelenerek elde edilen kalınlık değerlerine kaplama parametrelerinin etkilerini belirlemek amacıyla yapılan istatistiksel çalışmada elde edilen veri sinyalinin verilerdeki gürültüye (S/N) oranı kaplama kalınlığına etkileyen parametrelerin etki derecesini belirlemede kullanılmıştır. Kaplama kalınlıklarının S/N oranları daha yüksek daha iyi kriterine göre (the higher-the better) Minitap programı vasıtasıyla hesaplanmıştır. Yapılan istatistiksel incelemeler sonucunda elde edilen S/N grafiği Şekil 56'da verilmiştir. Kullanılan her bir değişken parametrenin her bir seviyesi için S/N oranlarının ortalamaları Tablo 12'de verilmiştir. Şekil 56 ve Tablo 12 incelendiğinde kaplama kalınlığına en fazla etki eden parametrenin bias gerilimi olduğu belirlenirken, Zr akımı ve çalışma basıncının birbirlerine göre neredeyse aynı etkiye sahip olmalarının yanında az bir farkla sırasıyla ikinci ve üçüncü etkiye sahip oldukları belirlenmiştir.



Şekil 56. Kaplama parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi

Tablo 12. Kaplama kalınlığına etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği

Parametreler	Kaplama Kalınlığı			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye 1	Seviye 2	Seviye 3		
Zr Hedef Akımı	6,889	7,257	8,051	1,162	2
Bias Gerilimi	8,045	6,635	7,518	1,410	1
Çalışma Basıncı	7,668	7,112	7,417	0,557	3

Yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 13’de verilmektedir. ANOVA analiz tablosuna göre en etkin parametre olan bias geriliminin kaplama kalınlığına katkısı %45 olarak bulunurken, Zr hedef akımının kaplama kalınlığına katkısı %31,2 ve son olarak çalışma basıncının kaplama kalınlığına katkısı %6,87 olarak bulunmuştur.

Tablo 13. Parametrelerin kaplama kalınlıklarına etkisi için ANOVA analiz sonuçları

Değişkenler	Sertbeslik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P Değeri	Katkı Yüzdesi (%)
Zr hedef Akımı	2	2,1175	1,0587	1,83	0,354	31,2
Bias Gerilimi	2	3,0462	1,5231	2,63	0,276	45
Çalışma Basıncı	2	0,4661	0,2331	0,40	0,713	6,87
Residual Error	2	1,1584	0,5792			
Toplam	8	6,7883				

R4, R5 ve R6 numuneleri incelendiğinde R5 numunesinin kalınlığının en büyük olduğu görülmektedir. Her ne kadar ANOVA analiz tablosuna göre en etkin parametre olarak bias gerilimi karşımıza çıksa da bu numune grubunda bias gerilimi 75 V değerinde sabit tutulduğu için ikinci önem derecesine sahip parametre olan Zr hedef akımı açısından incelenmiştir. Bu sonuçlar incelendiğinde Zr hedef akımının artırılmasıyla birlikte kaplama kalınlığının yaklaşık olarak lineer şekilde arttığı görülmektedir. Bu durum, Zr hedef akım değeri arttıkça hedeften yayılan iyonların argon gazı içerisindeki nötr atomlara çarpmasıyla iyonlaşma miktarının artmasından kaynaklanmaktadır. Artan iyon miktarıyla birlikte de hedef malzemedeki atom sayısının artması sayesinde kaplama filmi kalınlığında artış oluşmaktadır. Bu durum yapılan literatür çalışmalarında da aynı yönde yorumlanmıştır [98].

Bias geriliminin 90 V değerinde sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numuneleri incelendiğinde ise kaplama kalınlıklarının sırasıyla 2,5 μm , 2,1 μm ve 2,4 μm şeklinde ölçüldüğü Tablo 11'de görülmektedir. Bu numunelerde de bias gerilimi 90 V değerinde sabit tutulduğu için Zr hedef akımı kullanılarak yorumlanmış ve benzer sonuç elde edilmiştir. En yüksek Zr hedef akım değerine sahip olan R7 numunesinin kaplama kalınlığı diğer numunelere nazaran daha kalın elde edilmiştir.

Kaplama kalınlıkları, ANOVA analiz tablosuna göre en etkin parametre olan bias gerilimi açısından incelendiğinde, bias geriliminin artmasıyla kaplama kalınlıklarının azaldığı görülmektedir. Tablo 11'de görüldüğü üzere bias gerilim değeri 50 V olan R1 numunesinin kaplama kalınlığı 2,6 μm , bias gerilim değeri 75 V olan R5 numunesinin kaplama kalınlığı 2,3 μm ve bias gerilim değeri 90 V olan R8 numunesinin kaplama

kalınlığı 2,1µm olarak ölçülmüştür. Bu durumun artan bias gerilimi ile birlikte kaplamanın maruz kaldığı iyon bombardımanının oluşturduğu çekiçleme (ion peening effect) etkisinde olduğu düşünülmektedir. Raufi ve arkadaşları da bu paralelde bir çalışma yaparak, bias geriliminin artmasıyla kaplamaların daha yüksek iyon bombardımanına maruz kaldığını ve iyon çekiçleme etkisiyle de kaplama kalınlığının azaldığını rapor etmişlerdir [99]. Bu durumun daha iyi açıklanabilmesi amacıyla gerçek hayatta da karşılaşılan bir olayla örneklendirilmesi faydalı olacaktır. Duvar sıvası yapan bir inşaat ustasının işlemini gerçekleştirme şekline bakıldığında, sıvayı yüksek hızla (enerjiyle) duvara fırlattığında, yeni sıva duvara yüksek enerjiyle çarparak yüzeye güçlü bir şekilde tutunabilirken, yüzeyde var olan sıvayı oluşturan çarpma etkisiyle kaldırarak duvar yüzeyinde biriken sıva miktarının savrulan toplam sıva miktarından daha düşük seviyede birikmesiyle açıklanabilir. Bu çalışmada ki kaplama kalınlığının oluşum mekanizması da benzeri bir mekanizma ile gelişmektedir.

3.3. EDS Analizi Sonuçları

AISI H13 çeliği yüzeyine kaplanan TiAlZrN dereceli kompozit filmlerin kimyasal bileşimleri yüzey bölgesinden EDS analizi kullanılarak belirlenmiştir.

Taguchi deney düzeneğine uygun olarak 9 farklı kaplama şartında elde edilen TiAlZrN kaplamaların EDS analizi sonucunda elde edilen kimyasal bileşim değerleri Tablo 14’de verilmektedir. Kaplamaların kimyasal analizinde kullanılan EDS analizinin çalışma aralığındaki sınır değere yaklaşan azot elementinin belirlenmesindeki hata miktarı diğer elementlere oranla daha yüksek olduğundan, bu analizlerde yapıdaki azot miktarı dikkate alınmamıştır. Azot miktarı, gerçekleştirilen spektral analiz ile belirlenen elementlerden arta kalan yüzde olarak kabul edilmiştir.

Analiz sonuçları incelendiğinde, kaplamanın yapısında en fazla Ti, ikinci sırada Al ve üçüncü sırada da Zr elementinin bulunduğu belirlenmiştir. Kaplamaların kimyasal bileşimlerine etki eden en önemli unsurlardan biri de hedef malzemelerin sıçratma verimleri olduğu bilinmektedir [51]. Sıçratma verimi bir argon iyonunun hedef malzemeden kopardığı atom miktarı olarak tanımlanmaktadır. Kullandığımız hedef malzemelerin sıçratma verimleri literatürden araştırıldığında, en yüksek verime Al elementinin sahip olduğu görülmektedir [100]. Diğer elementlerin sıçratma verimleri ise büyükten küçüğe doğru Zr, Al şeklinde sıralanmaktadır.

Tablo 14. EDS analiz sonuçları

Kaplama Numarası	Zr Akımı	Bias Gerilimi	Çalışma Basıncı	EDS Analiz Sonuçları (% Atomik)			
				Ti	Al	Zr	N
R1	2	50	2×10^{-3}	43,52	5,18	3,29	48,01
R2	3	50	$2,5 \times 10^{-3}$	46,94	5,98	4,98	42,10
R3	5	50	3×10^{-3}	49,92	8,05	11,02	31,01
R4	3	75	2×10^{-3}	44,95	5,90	3,03	46,12
R5	5	75	$2,5 \times 10^{-3}$	46,71	8,29	7,32	37,69
R6	2	75	3×10^{-3}	42,92	7,52	1,97	47,59
R7	5	90	2×10^{-3}	45,00	6,10	7,37	41,53
R8	2	90	$2,5 \times 10^{-3}$	40,56	7,04	2,45	49,95
R9	3	90	3×10^{-3}	43,24	9,03	4,08	43,65

Bias geriliminin 50 V olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numunelerinden elde edilen sonuçlara bakıldığında, kaplamalardaki azot oranının Zr akımı ve çalışma basıncı arttıkça azalmakta olduğu görülmekte olup, bu durum Gangopadhyay ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmalardaki bulgularla da örtüşmektedir [101]. Kaplama malzemesi olarak kullanılan elementler arasında azotun atom ağırlığı diğer elementlere göre daha düşüktür. Bu nedenle artan Zr Akımı ve çalışma basıncı arttıkça enerjisi artmış iyon akısı öncelikli olarak daha hafif olan azot atomlarının geri sıçramasına neden olacağından dolayı, elde edilen kaplamalarda azot miktarının azalmasını açıklamaktadır [101]. Kong ve Liu'nun yaptıkları yorumlarda olduğu gibi, EDS analizinde azot dışındaki elementlere bakıldığında kaplama parametrelerine bağlı olarak artan iyon enerjisinin, kaplamalarda ortaya çıkmış geri sıçramayı oluşturmak için yetersiz kaldığı düşünülmektedir [102].

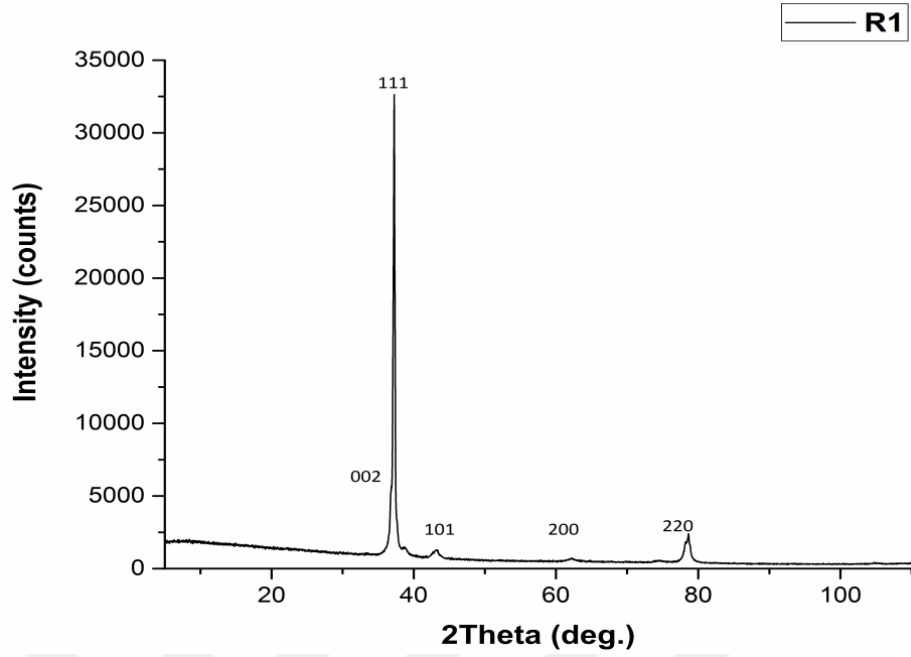
Bias geriliminin 75 V değerinde sabit tutulduğu R4, R5 ve R6 numunelerinin EDS analiz sonuçları incelendiğinde Ti, Al ve Zr elementlerinin atomik olarak en fazla bulunduğu numune R5 olarak görülmektedir. R5 numunesinin kaplama parametrelerine bakıldığında Zr hedef akımının en yüksek olduğu görülmektedir. Zr hedef akımının yüksek olması nedeniyle, hedeften yayılan elektronların argon soy gazı içerisindeki nötr atomlara çarpmasıyla birlikte iyonlaşma miktarı artmakta, çalışma basıncının ise optimum değerde ($2,5 \times 10^{-3}$ Torr) olması nedeniyle hedeften sıçratılan atomlar birbiriyle daha az çarpışarak taban malzemeye ulaştıklarından dolayı kaplamalarda ileriye sıçratmayla birlikte bu

numunedeki elementlerin kimyasal oranları diğer numunelerden daha fazla olduğu görülmektedir [103]. R4 numunesine bakıldığında, azot dışındaki elementlerin atomik miktarlarının R5 numunesinden daha düşük seviyede oldukları görülmektedir. Bunun nedeni ise Zr hedef akımı değerinin düşük olmasından dolayı meydana gelen düşük iyonlaşma miktarı ile ilişkili olduğu düşünülmektedir. En düşük Zr akım değerine sahip olan R6 numunesinde ise azot dışındaki elementlerin toplam miktarının en az olduğu görülmektedir.

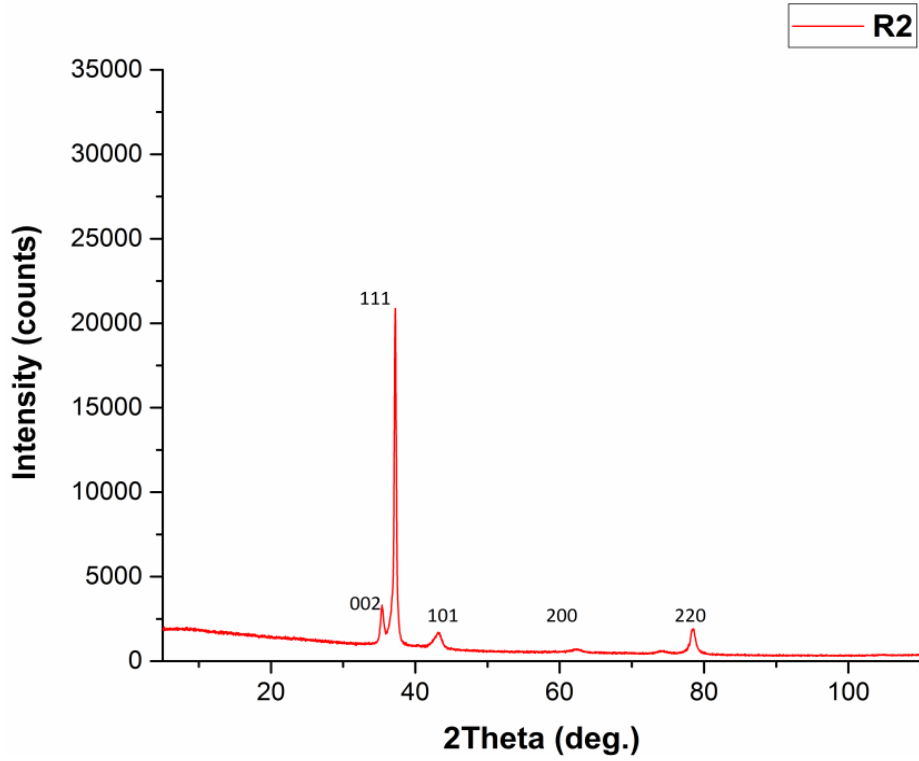
Bias geriliminin 90 V değerinde sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numuneleri incelendiğinde Ti, Al, Zr atomik olarak element miktarının, hedef akım değeri en düşük olan R8 numunesinde en az olduğu görülmektedir. Bunun sebebinin Zr hedef akımının düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. R7 numunesinde ise Zr hedef akımının yüksek olması sebebiyle iyonlaşma seviyesi diğerlerine oranla yüksek olmakta, ileri sıçratma mekanizması aktif durumda olup, dolayısıyla elementlerin toplam miktarı diğer numunelere göre daha fazla olmaktadır. Ayrıca tüm numunelerde artan Zr hedef akımıyla birlikte kaplama yapısındaki Zr miktarı artmaktadır.

3.4. XRD Sonuçları

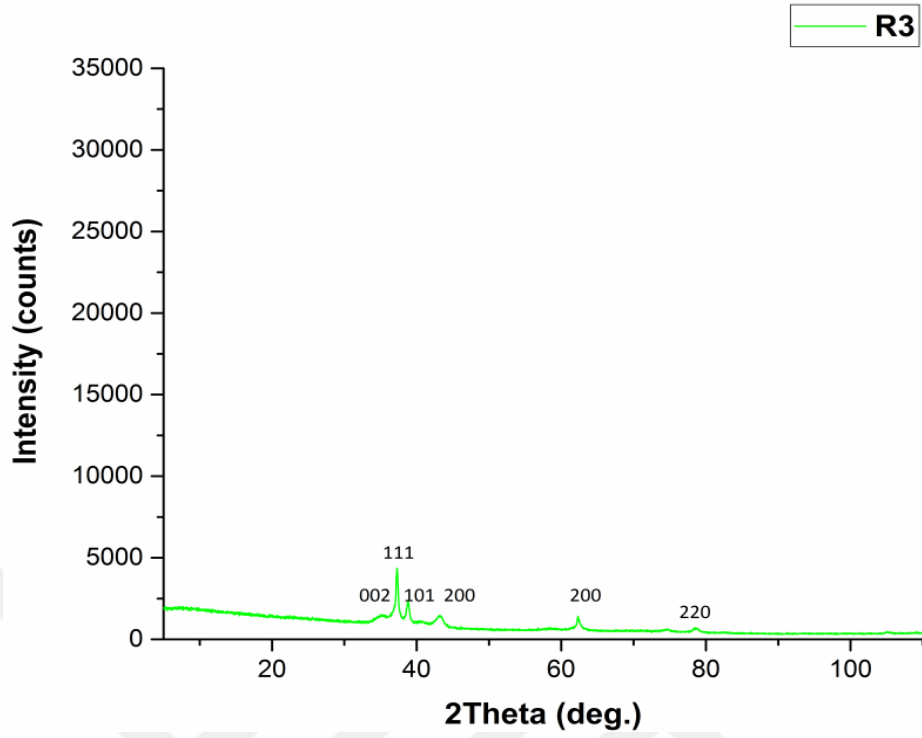
H13 çelik altlıklarla aynı ortam ve şartlarda silisyum wafer malzemeler üzerine kaplanan TiAlZrN filmlerin, yapılan X ışını difraksiyon (XRD) analizi sonucunda elde edilen pikler Şekil 57-65'de verilmektedir.



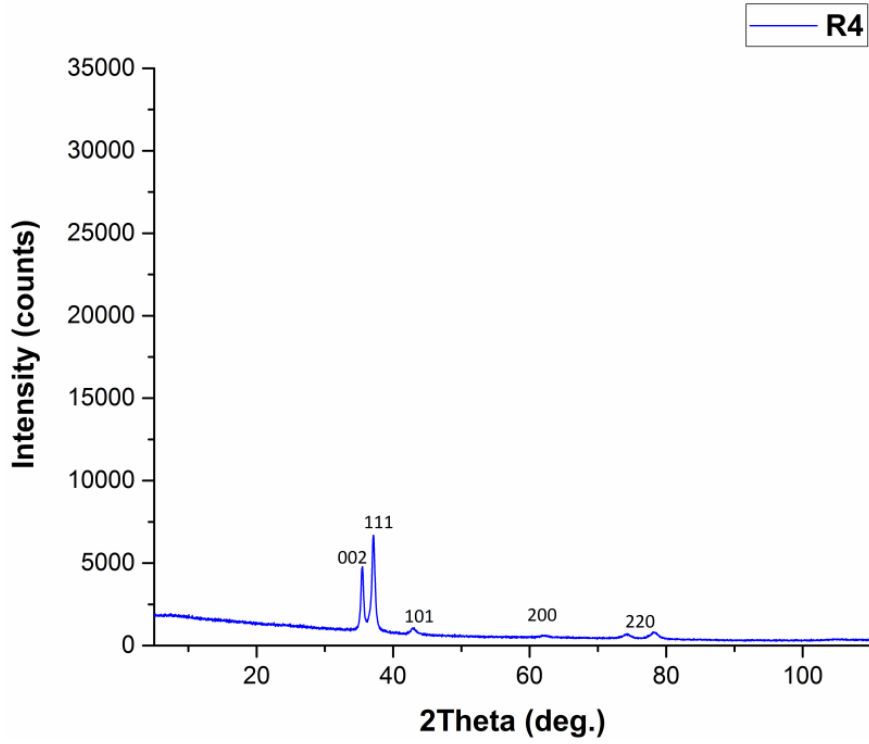
Şekil 57. R1 numunesinin XRD piklerinin görünümü



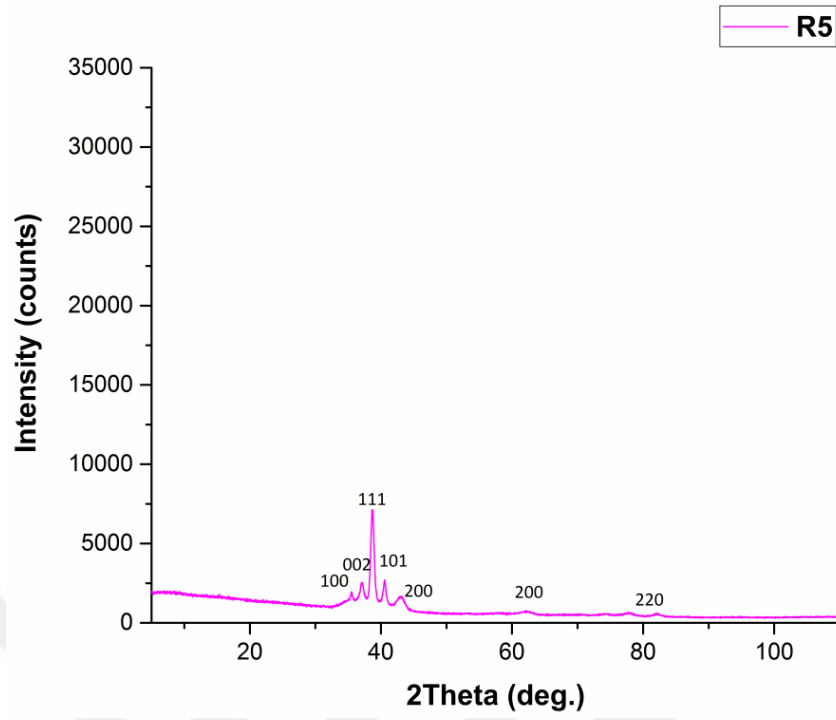
Şekil 58. R2 numunesinin XRD piklerinin görünümü



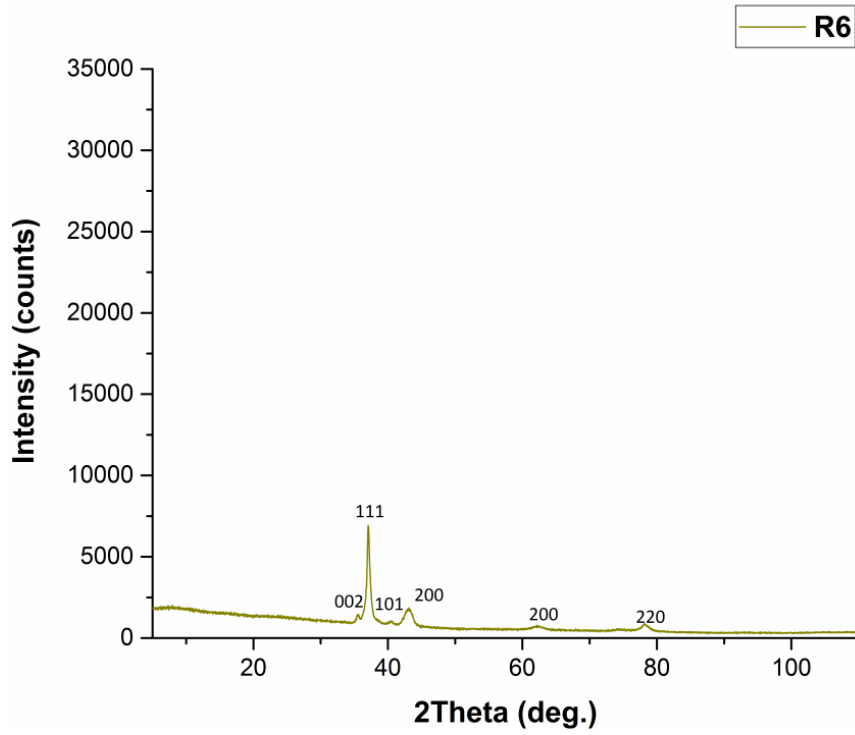
Şekil 59. R3 numunesinin XRD piklerinin görünümü



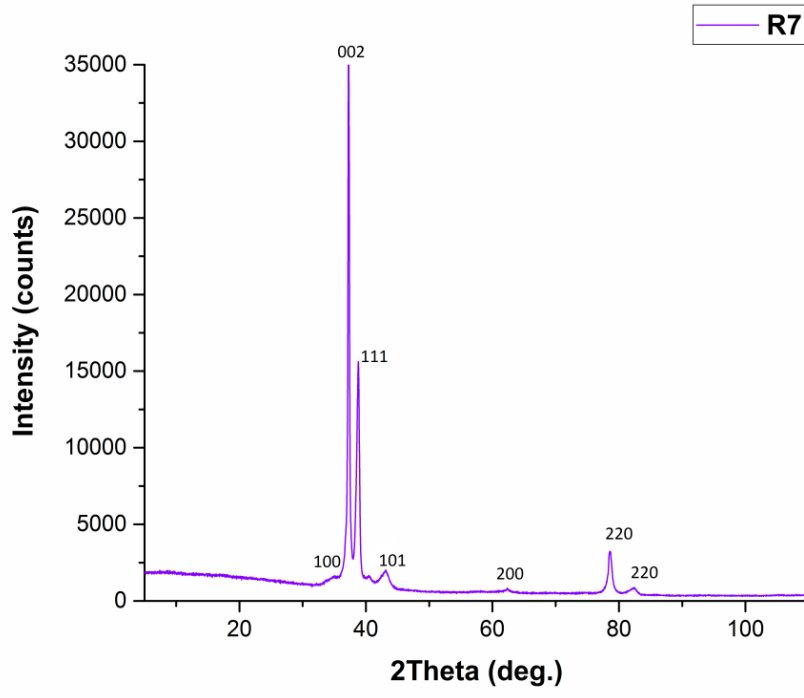
Şekil 60. R4 numunesinin XRD piklerinin görünümü



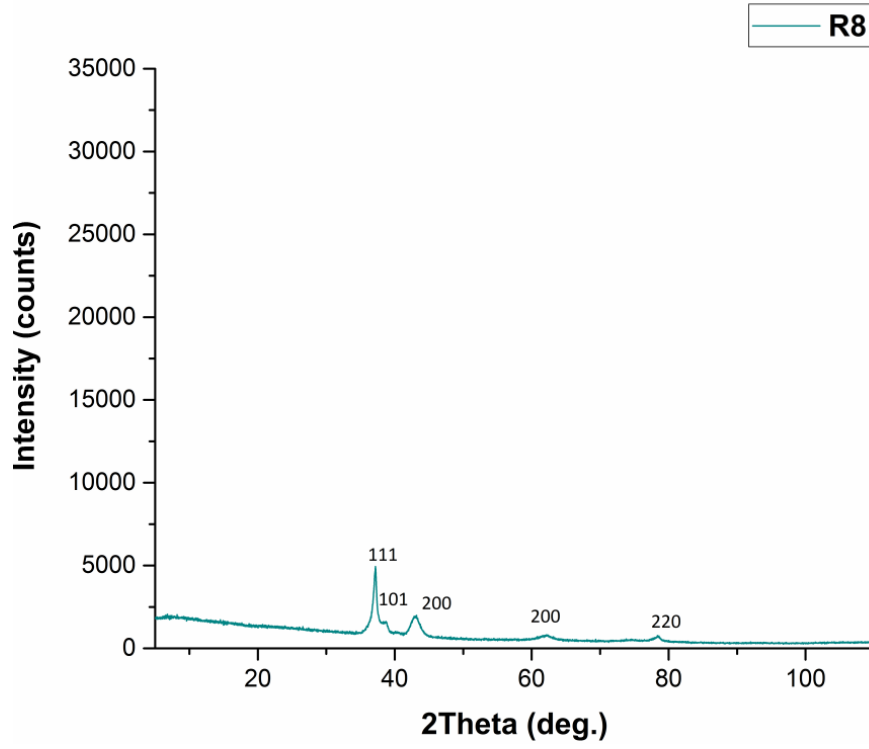
Şekil 61. R5 numunesinin XRD piklerinin görünümü



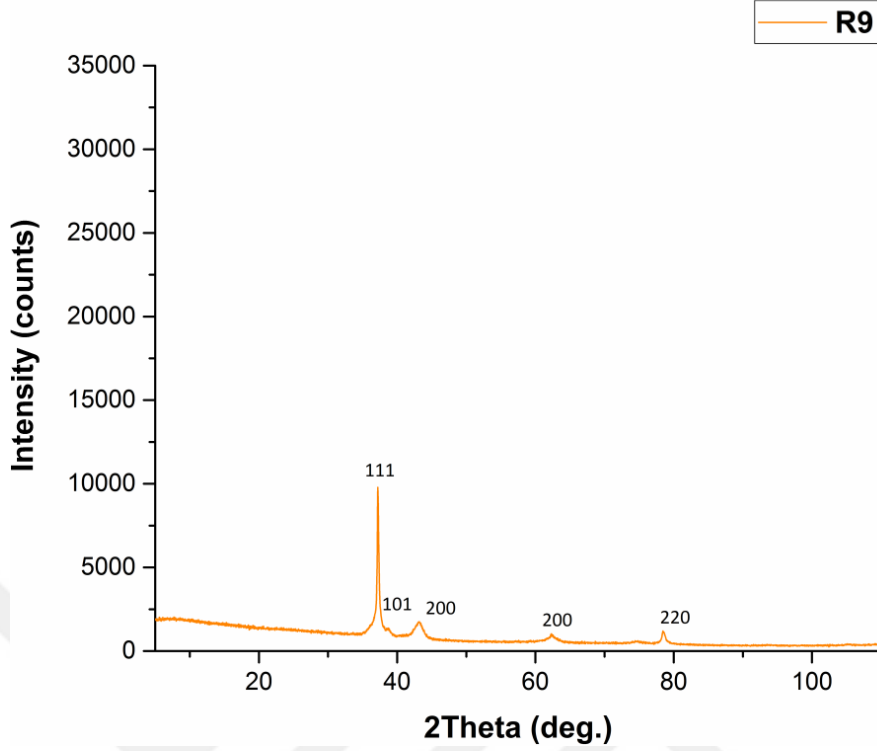
Şekil 62. R6 numunesinin XRD piklerinin görünümü



Şekil 63. R7 numunesinin XRD piklerinin görünümü



Şekil 64. R8 numunesinin XRD piklerinin görünümü



Şekil 65. R9 numunesinin XRD piklerinin görünümü

Bias geriliminin 50V değerinde sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numuneleri için yapılan XRD analizi sonucunda Şekil 66-68'e bakıldığında, YMK TiAlN (111), h-AlN (002), YMK AlN (101), YMK TiN (200) ve YMK TiZrN (220) olmak üzere 5 ayrı faz belirlenmiştir [103, 104]. Bu fazlara ek olarak R3 numunesinde, YMK ZrN (200) fazı görülmüştür. Artan Zr akımı ve çalışma basıncı ile birlikte R2 ve R3 numunelerinde elde edilen XRD piklerinin şiddetinin daha geniş ve daha düşük olduğu görülmektedir. Bu durumun ise artan Zr akımı ile birlikte kaplamanın güçlü iyon bombardımanına maruz bırakılması nedeniyle meydana geldiği düşünülmektedir. Glatz ve çalışma arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada da, iyon bombardımanının artması ile birlikte XRD piklerinin şiddeti azalmıştır [103]. Yine benzer bir çalışmada, Zeng ve çalışma arkadaşları bias geriliminin artmasıyla birlikte, filmin büyümesi esnasında iyon bombardımanının artması nedeniyle XRD piklerinin şiddetlerinin azaldığı yorumunu yapmışlardır [105]. Bu çalışmada da, Zr akımının artmasıyla birlikte benzer bir etkinin meydana geldiği düşünülmektedir. Ayrıca R1 numunesinde elde edilen piklerin dar ve şiddetli olması, büyüyen film yapısında kristalleşmenin yüksek olmasını ve tane boyutunun bu sebeple büyük olmasını ifade etmektedir [103, 106].

Bias geriliminin 75V deęerinde sabit tutulduęu R4, R5 ve R6 numunelerinin elde edilen XRD piklerine bakıldıęında, R1, R2 ve R3 numunelerinden elde edilen fazlara ek olarak R5 numunesinde h-ZrN (100) fazı belirlenmiřtir. Bu durum artan bias gerilimi nedeniyle taban malzeme sıcaklıęının artması ve artan sıcaklıkla birlikte adatom hareketlilięinin artması ile iliřkili olduęu dūřünülmektedir [103, 107]. Őekil 69-71'deki XRD piklerine bakıldıęında en dūřük alıřma basıncı deęerinde olan R4 numunesinin h-AlN (002) pikinin řiddeti yūksək iken, alıřma basıncı en dūřük olan R6 numunesi h-AlN (002) pikinin řiddetinin dūřük olduęu gōrūlmektedir. Bu durum, yūksək bias gerilimi ve alıřma basıncı nedeniyle taban malzeme sıcaklıęındaki artıřla iliřkilendirilebilmektedir. Őekil 72-74'de bias geriliminin 90V deęerinde sabit tutulduęu R7, R8 ve R9 numunelerinin elde edilen XRD piklerine bakıldıęında, en yūksək Zr akımı ve en dūřük alıřma basıncına sahip olan R7 numunesinin, h-AlN (002), YMK TiAlN (111) ve YMK TiZrN (220) piklerinin řiddetinin R8 ve R9 numunelerinden elde edilen piklere gōre olduka řiddetli ve yoęun olduęu gōrūlmektedir. Karřılařılan bu duruma, artan Zr akımı ve dūřük alıřma basıncı nedeniyle taban malzeme sıcaklıęında meydana gelen artıřın neden olduęu dūřünülmektedir.

Őretilen kaplamalardan elde edilen pikler, bias gerilimi deęiřimi aısından deęerlendirildięinde, Zr akımı 2A deęerinde sabit tutulup, bias gerilimi sırasıyla 50V, 75V ve 90V olarak artırılan R1, R6 ve R8 numunelerinin XRD pikleri incelendięinde, bias gerilimi arttıķa YMK TiAlN (111) pik řiddetinin azaldıęı gōrūlmektedir. Elde edilen bu sonu daha Őnce ifade edildięi gibi literatūr alıřmalarına da paralellik gōstermektedir [103, 105, 106].

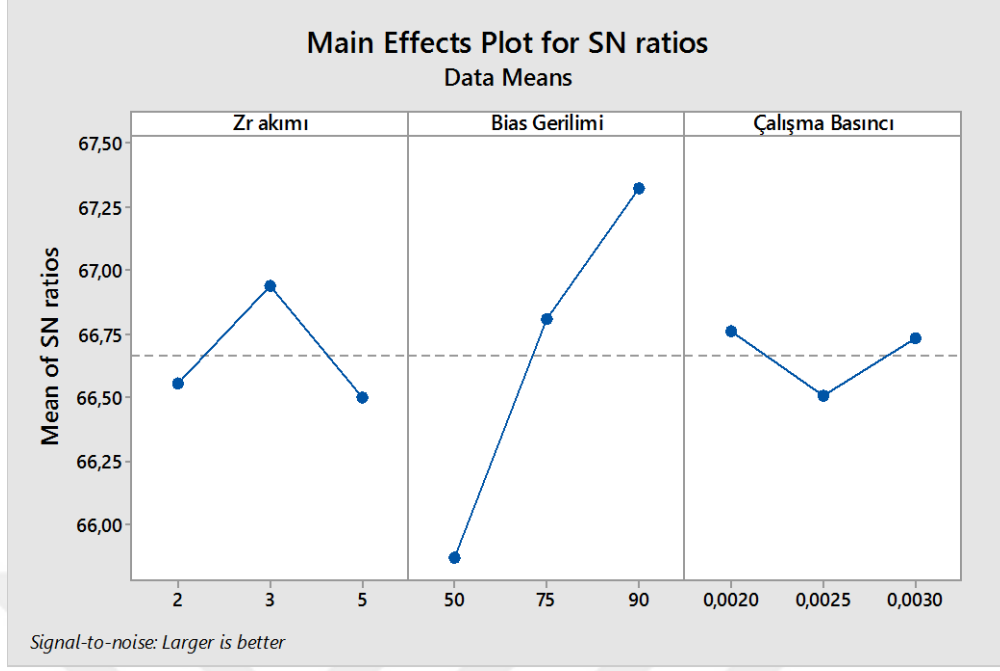
3.5. Mikrosertlik Analiz Sonuları

AISI H13 taban malzeme yūzeyine kaplanan TiAlZrN dereceli kaplamaların mikrosertlik deęerleri 50 gr yūk altında yapılan 5 Őlmūn ortalamaları alınarak hesaplanmıř ve nanosertlik ortalama deęerleri ile birlikte Tablo 15'de verilmiřtir. Kaplamaların sertlik Őlmlelerinde kullanılan ucun yūzeve batma miktarının kaplamanın kalınlıęının yarısından daha dūřük olması garanti edilerek taban malzeme sertlięinin etkisi ihmal edilmeye alıřılmıřtır. Bu durumu saęlayabilmek amacıyla, sertlik Őlmlelerinde 50 gr yūk kullanılmıřtır.

Tablo 15. Kaplamaların hesaplanan ortalama sertlik deęerleri

	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9
Kaplama Kalınlığı (μm)	2,6	2,3	2,7	2,1	2,3	1,9	2,5	2,1	2,4
Mikrosertlik (VSD0,05/10)	1883	2061	1957	2300	2025	2257	2386	2270	2320
Nanosertlik (VSD0,015/10)	1832	3727	2627	4606	4378	4078	4675	3964	4490

Tablo 15'e gre en yksek sertlik deęeri 2386VSD ile 2,5 μm 'lik kaplama kalınlığına sahip olan R7 numunesinden elde edilirken, en dřk sertlik deęeri ise 1883VSD ile 2,6 μm 'lik kaplama kalınlığına sahip R1 numunesinden elde edilmiřtir. Hesaplanan mikrosertlik deęerleri iin yapılan istatistiki incelemeler sonucunda elde edilen S/N grafięi Őekil 66'da verilmiřtir. Yapılan analiz sonucunda kaplamanın mikrosertlik deęerlerine en etkili parametre bias gerilimi olarak elde edilirken, etkisi en az olan parametre alıřma basıncı olarak elde edilmiřtir. Kaplamaların mikrosertlik deęerleri iin yapılan ANOVA analizi sonucunda elde deęerler Tablo 16'da verilmiřtir. ANOVA analizi sonucuna gre en etkin parametre olan bias geriliminin kaplamanın sertlik deęerlerine katkı yzdesi %74,45 olarak belirlenmiřtir. Zr akımı ve alıřma basıncının ise katkı yzdeleri sırasıyla %7,79 ve %2,69 olarak belirlenmiřtir.



Şekil 66. Kaplama parametrelerinin mikrosertlik değerlerine etkisi

Tablo 16. Mikrosertlik değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği

Parametreler	MikroSertlik			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye 1	Seviye 2	Seviye 3		
Zr Hedef Akımı	66,56	66,94	66,50	0,44	2
Bias Gerilimi	65,87	66,81	67,32	1,46	1
Çalışma Basıncı	66,76	66,51	66,74	0,26	3

Tablo 17. Mikrosertlik değerleri için ANOVA tablosu

Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P Değeri	Katkı Yüzdesi (%)
Zr Akımı	2	0,3425	0,17123	0,52	0,659	7,79
Bias Gerilimi	2	3,2697	1,63485	4,95	0,168	74,45
Çalışma Basıncı	2	0,1185	0,05927	0,18	0,848	2,69
Residual Error	2	0,6610	0,33049			
Toplam	8	4,3917				

Numune yüzeylerinden ölçülen mikrosertlik değerlerinin, ANOVA analizi incelemesi sonucunda en etkin parametre olarak belirlenen bias gerilimi açısından değerlendirildiğinde, bias geriliminin artmasıyla mikrosertlik değerlerinde de artış olduğu belirlenmiştir. Tablo 15’de görüldüğü üzere, Zr hedef akımı 2A sabit tutulup bias gerilimi sırasıyla 50V, 75V ve 90V olarak artırılan R1, R6 ve R8 numunelerinde en yüksek mikrosertlik değeri R8 numunesinin kaplama parametreleriyle 2270VSD elde edilirken, en düşük mikrosertlik değeri ise R1 numunesinde 1883VSD olarak elde edilmiştir. Literatürde yapılan birçok çalışmada elde edilen veriler, bu sonuca benzer doğrultuda olmaktadır. Örneğin, Tillmann ve çalışma arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada, TiAlVN kaplamaların sertlik değerlerinin bias geriliminin artırılmasıyla birlikte artış gösterdiği rapor edilmiştir [55]. Yapılan bir diğer çalışmada, farklı bias gerilimlerinde üretilen TiZrN kaplamaların sertlikleri incelendiğinde artan bias gerilimi ile birlikte sertlik değerlerinin artış gösterdiği vurgulanmıştır. Bu artışın sebebi ise bias geriliminin artmasıyla birlikte film büyürken uygulanan iyon bombardımanının artmasının etkin rol oynadığı yorumu yapılmıştır [26]. Zhang ve çalışma arkadaşları bias geriliminin artmasıyla sertlikte meydana gelen artışın nedenini, plazmada olan iyonların taban malzemeye yönelerek yüzeyde tercihli bölgeler oluşturarak bası gerilmelerinin artması ile bağdaştırmışlardır [108]. Aynı çalışmada, bias geriliminin artmasıyla birlikte sıçratılmış iyonların kinetik enerjilerinin arttığı, bu artış sayesinde kaplamaların kafes yapılarında görülen bozulmaları azaltarak kaplama yoğunluğunun artmasını sağladığı, bu sebeple de sertliğin artış gösterdiği yorumu yapılmıştır [108]. Daha önce, kaplamaların yüzey morfolojileri incelemesi bölümünde ki Şekil 38-46’ya bakıldığında bias geriliminin artmasıyla kaplamaların yoğunluğunun arttığı ifade edilmişti. Diğer taraftan, Şekil 57-65’e bakıldığında XRD piklerinin geniş ve kısa boylu bir görünüme sahip olmaları ince taneli yapıyı ifade ettiği bilinmektedir. XRD pikleri incelendiğinde, R1 numunesinde pikler daha dar ve keskin bir görünüme sahipken, R6 ve R8 numunelerinde piklerin şiddeti azalarak genişlemiştir. Elde edilen bu sonuç da, kaplama yapısında tanelerin küçülmesi etkisiyle sertliğin arttığını gösteren önemli bir veridir.

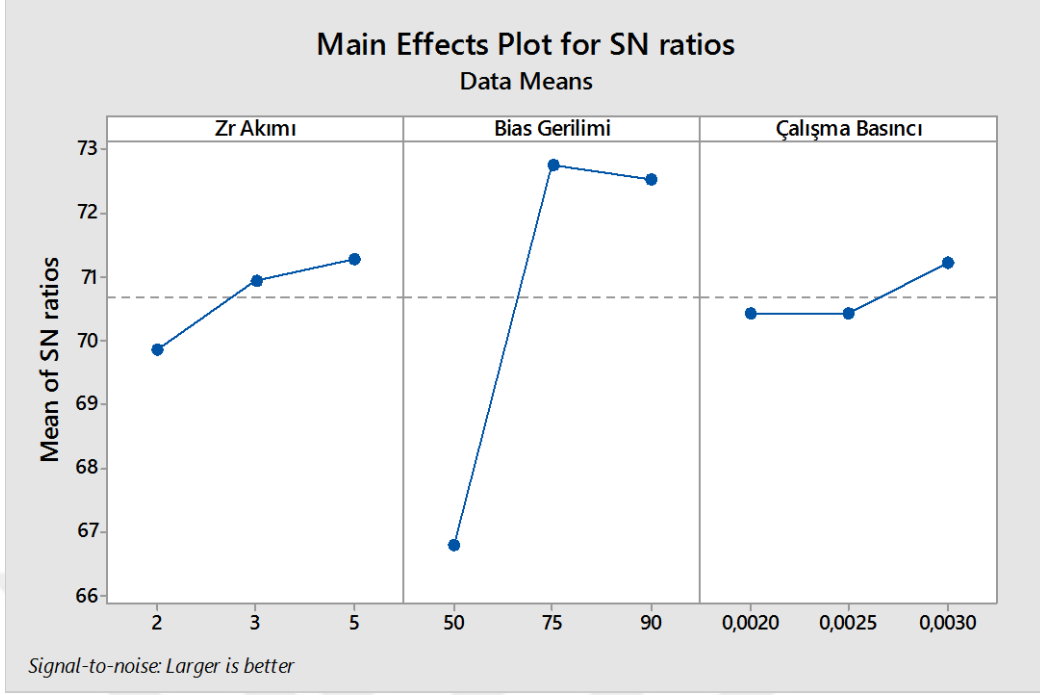
Zr hedef akımı 3A sabit tutulup bias gerilimi sırasıyla 50V, 75V ve 90V olarak artırılan R2, R4 ve R9 numuneleri incelendiğinde, en yüksek mikrosertlik değeri R9 numunesinin kaplama parametreleriyle 2320VSD elde edilirken, en düşük mikrosertlik değeri ise R2 numunesinde 2061VSD olarak elde edilmiştir. Bu numune grubunda da en yüksek bias gerilimine sahip R9 numunesinde en yüksek sertlik değeri elde edilmiştir.

Şekil 46 ve Tablo 10'a bakıldığında en düşük tane boyut değeri R9 numunesinde olduğu görülmektedir. Elde edilen bu sonuçlar da literatür çalışmalarında elde edilen verilerle tutarlılık göstermektedir [8, 12, 108]. Ayrıca Şekil 58, 60, 65'deki XRD grafiklerine bakıldığında R2 numunesinde elde edilen piklerin çok şiddetli ve genişliklerinin dar olduğu görülmektedir. Bu da kaplama yapısındaki tanelerin daha büyük olduğunu göstermektedir. Sertlik değerlerinin R2'ye göre daha yüksek olduğu R4 ve R9 numunelerinin XRD grafiklerine bakıldığında piklerin daha düşük şiddette ve geniş olduğu görülmektedir. Bu durumda daha önceden ifade edildiği gibi kaplamaların daha düşük tane boyutuna sahip olmasının sertlikteki artışın nedeni olabileceğini göstermektedir.

Zr hedef akımı 5A sabit tutulup bias gerilimi sırasıyla 50V, 75V ve 90V olarak artırılan R3, R5 ve R7 numuneleri incelendiğinde, en yüksek mikrosertlik değeri R7 numunesinin kaplama parametreleriyle 2386VSD elde edilirken, en düşük mikrosertlik değeri ise R3 numunesinde 1957VSD olarak elde edilmiştir. Bu numune grubunda da en yüksek bias gerilimine sahip R7 numunesinde en yüksek sertlik değeri elde edilmiştir.

R1, R2 ve R3 numunelerinin sertlik değerleri ve EDS analiz sonuçları incelendiğinde kaplama içeriğindeki azot miktarının en fazla olduğu R1 numunesinin sertliğinin en az olduğu görülmektedir. Yapılan birçok çalışmada bu sonuca paralel bulgular elde edilmiştir [49, 109, 110]. Sertlik üzerinde meydana gelen bu negatif etki, kaplama yapısının artan azot miktarı ile birlikte amorf bir hal alması ile ilişkilendirilmiştir. Bu durumda amorf faz içinde etkisi azalmış çok küçük kristaller oluşmakta ve kaplamaların yumuşamasına neden olmaktadır [111].

Hesaplanan nanosertlik değerleri için yapılan istatistiki incelemeler sonucunda elde edilen S/N grafiği Şekil 67'de verilmiştir. Yapılan analiz sonucunda kaplamanın nanosertlik değerlerine en etkili parametre bias gerilimi olarak elde edilirken, etkisi en az olan parametre çalışma basıncı olarak elde edilmiştir. Kaplamaların nanosertlik değerleri için yapılan ANOVA analizi sonucunda elde değerler Tablo 19'da verilmiştir. ANOVA analizi sonucuna göre en etkin parametre olan bias geriliminin kaplamanın nanosertlik değerlerine katkı yüzdesi %92,48 olarak belirlenmiştir. Zr akımı ve çalışma basıncının ise katkı yüzdeleri sırasıyla %4,312 ve %1,627 olarak belirlenmiştir.



Şekil 67. Kaplama parametrelerinin nanosertlik değerlerine etkisi

Tablo 18. Nanosertlik değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği

Parametreler	Nanosertlik			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye 1	Seviye 2	Seviye 3		
Zr Hedef Akımı	69,87	70,94	71,27	1,40	2
Bias Gerilimi	66,78	72,77	72,54	5,99	1
Çalışma Basıncı	70,44	70,43	71,21	0,78	3

Tablo 19. Nanosertlik değerleri için ANOVA tablosu

Parametreler	Serbestlik Drecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P Değeri	Katkı Yüzdesi (%)
Zr Akımı	2	3,217	1,6087	2,74	0,268	4,312
Bias Gerilimi	2	68,990	34,4949	58,66	0,017	92,48
Çalışma Basıncı	2	1,214	0,6072	1,03	0,492	1,627
Residual Error	2	1,176	0,5881			
Toplam	8	74,598				

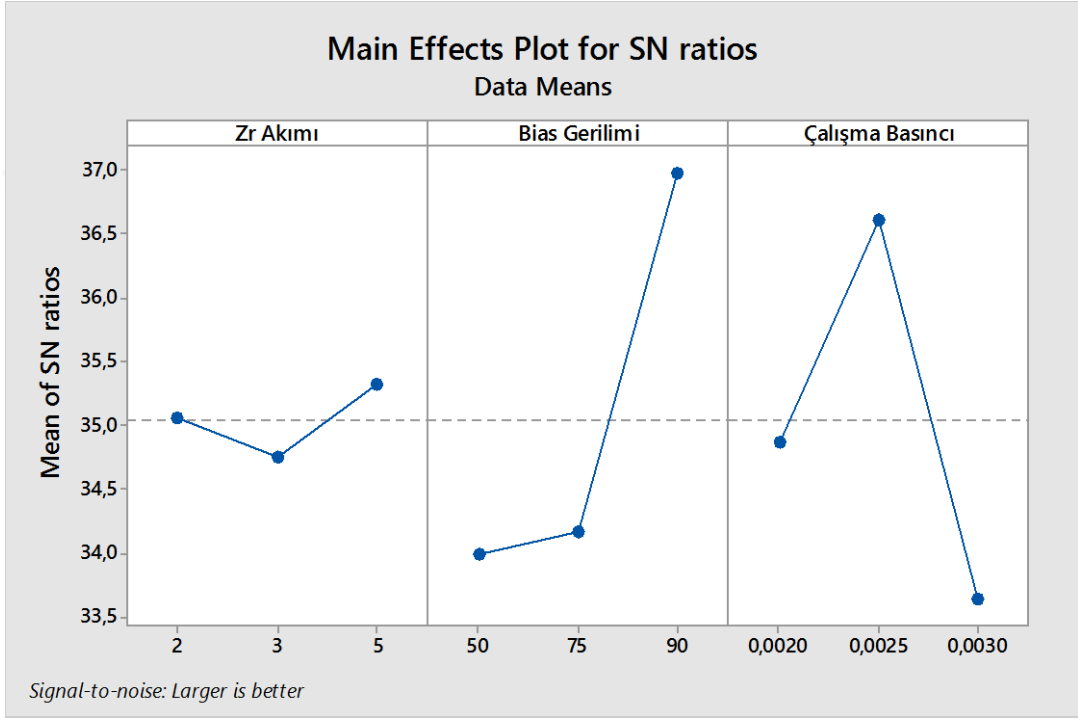
3.6. Adezyon Testi Sonuçları

Üretilen kaplamaların adezyon dayanımları çizik (scratch) testi ile ölçülmüştür, ayrıca kullanılan kaplama parametrelerinin adezyon dayanımlarına etkisi S/N oranı ve ANOVA analizi ile belirlenmiştir. Adezyon (çizik) testi ince sert kaplamaların karakterizasyonu için kullanılan en önemli tekniklerden biridir [112]. Kaplamaların adezyon dayanımlarının belirlenmesinde, kaplamalarda hasarın ilk olarak tespit edildiği kritik yükler kullanılarak karakterize edilmektedir. Bu kritik yüklerden Lc_1 değeri kaplamanın ilk pullanma halinde koptuğu yük değeri olarak ifade edilmektedir [112]. Lc_2 kritik yük değeri ise kaplamanın taban malzemedan soyulduğu yük değeri olarak ifade edilmektedir [112]. Yapılan çizik testi sonucunda elde edilen Lc_2 kritik yükleri Tablo 20’de verilmektedir. Literatür incelemelerinden belirlenen çalışmalarda, adezyon dayanımları ile ilgili yorumlar Lc_2 kritik yük değeri baz alınarak yapılmıştır [112]. Bu çalışmada da adezyon dayanımları ile ilgili yorumlar bu kritik yük değeri (Lc_2) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yapılan ölçümler sonucunda en yüksek Lc_2 kritik yükü 79 N ile R7 numunesinden elde edilirken, en düşük Lc_2 kritik yükü ise 40 N ile R3 numunesinden elde edilmiştir.

Tablo 20. Kaplamaların adezyon testi sonuçları

Numune Adı	Lc_2 Adezyon Dayanım Değeri (N)
R1	42
R2	54
R3	40
R4	44
R5	63
R6	48
R7	79
R8	77
R9	58

Adezyon dayanımlarının S/N oranları daha yüksek daha iyi kriterine göre hesaplanmıştır. Elde edilen S/N grafiği Şekil 68’de verilmiştir. Her bir parametrenin her bir seviyesi için S/N oranlarının ortalamaları Tablo 21’de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara bakıldığında, kaplamaların adezyon dayanımlarına etki eden en önemli parametrenin bias gerilimi olduğu belirlenmiştir. Kaplamaların adezyon dayanımlarına en az etkisi olan parametrenin ise Zr akımı olduğu belirlenmiştir.



Şekil 68. Kaplama parametrelerinin Lc_2 değerlerine etkisi

Tablo 21. Lc_2 değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

Parametreler	Lc_2			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye 1	Seviye 2	Seviye 3		
Zr Akımı	35,05	34,75	35,33	0,57	3
Bias Gerilimi	33,99	34,16	36,98	2,99	1
Çalışma Basıncı	34,88	36,61	33,64	2,97	2

Kaplamaların Lc_2 kritik yük değerleri için yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 22’de verilmiştir. ANOVA analizine göre en etkin parametre olan bias geriliminin katkı yüzdesi %48,37 olarak hesaplanmıştır. İkinci etkin parametre olan

çalışma basıncının katkı yüzdesi %38,05 ve son olarak da Zr akımının katkı yüzdesi %1,405 olarak hesaplanmıştır.

Tablo 22. Lc_2 değerleri için ANOVA tablosu

Parametreler	Serbestlik Drecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P Değeri	Katkı Yüzdesi (%)
Zr Akımı	2	0,4930	0,2465	0,12	0,897	1,405
Bias Gerilimi	2	16,9652	8,4826	3,97	0,201	48,37
Çalışma Basıncı	2	13,3474	6,6737	3,12	0,242	38,05
Residual Error	2	4,2715	2,1358			
Toplam	8	35,0771				

Kaplama yapılarında oluşan iç gerilmeler, kaplama ile taban malzemenin ısıl genleşme katsayıları arasındaki farklardan, atomlar arası boşluklardan (film), yeniden kristalleşmeden (film), mikroskobik boşluklar ve dislokasyon düzenleri (film ve ara yüzey) ile faz dönüşümleri (film) gibi nedenlerden dolayı kaçınılmaz bir şekilde meydana gelmektedir [113, 114]. Bu değerlendirme ince kaplamaların iç gerilme analizlerini yapan Kusaka ve Ohring adlı araştırmacılar tarafından da aynı şekilde yorumlanmıştır [113, 114]. Bu nedenlerle, gerçekleştirilen TiAlZrN kaplamaların dereceli olarak üretilmesinin temel amacı, taban malzeme ile kaplama arasındaki bu farklılıkları azaltarak daha iyi çekirdeklenmesine ve daha iyi büyüme elde edilmesine katkı sağlamaktadır.

Çalışma basıncı 2×10^{-3} Torr değerinde olan ve bias gerilimleri sırasıyla 50V, 75V ve 90V olarak artış gösteren R1, R4 ve R7 numune grubunun adezyon testi sonuçlarına göre, Lc_2 kritik yükleri sırasıyla 42N, 44N ve 79N olarak elde edilmiştir. Bias geriliminin artmasıyla kaplama yapısının yoğunluğunun arttığı bilinmektedir [95]. Yoğunlukta meydana gelen bu artışın adezyon direncini de artırdığı düşünülmektedir. Literatür incelemesine göre de yapılan çalışmalarda bu durum doğrulanmaktadır [115]. Yapılmış olan bir çalışmada, bias geriliminin artmasıyla yüksek enerjiye sahip iyonların taban malzeme yüzeyine bombardıman edilmesiyle nüfuz ederek adezyonu artırabileceği yorumu yapılmıştır [116]. Yapılan benzer bir çalışmada, kuvvetli bir şekilde iyonize edilmiş atomların enerjisine bias enerjisinin eklenmesi ile taban malzemenin içine implantasyonunun olabileceği ve bu durumun adezyon direncini artırdığı yorumu yapılmıştır [117]. Senna ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada ise, reaktif

manyetik alanda sıçratma yöntemiyle TiCN kaplamalar üretilmiştir. İncelemeler sonucunda ise taban malzeme bias geriliminin artmasıyla kaplama yapısının daha yoğun bir hal aldığı, bu sayede ise sertlik ve adezyon direncinin arttığı vurgulanmıştır [115]. Bu numune grubunda ölçülen sertlik değerleri kıyaslandığında R7 numunesinin sertlik değerinin R1 ve R4'e nazaran daha yüksek olduğu görülmektedir. Ayrıca kaplama yüzeylerinin SEM görüntüleri kullanılarak yapılan morfolojik incelemelerde tane boyutunun artan bias gerilimi ile birlikte azaldığı gözlenmektedir. Elde edilen bu sonuç, yapılan yorumları doğrular nitelikte olmaktadır.

Adezyon testi sonucunda yapılan SEM görüntülerinden elde edilen izler incelendiğinde R1, R4 ve R7 numunelerinin hepsinde burkulma çatlakları, toparlanma pullanması ve adezif hasarlar meydana geldiği Şekil 69, 72, 75'de görülmektedir. Kaplamalardaki çizme izinin oluşumundan meydana gelen plastik deformasyondan dolayı, malzeme elastik deformasyonunu gevşetmekte zorlanmakta bu yüzden kenar bölgelerde artan yük ile toparlanma pullanması adı verilen durum meydana gelmektedir [118]. Ayrıca R1 numunesinde bu hasarlara ek olarak ufalanma meydana geldiği de görülmektedir.

Çalışma basıncı $2,5 \times 10^{-3}$ Torr değerinde olan ve bias gerilimleri 50V, 75V ve 90V olarak artış gösteren R2, R5 ve R8 numune grubunun adezyon testi sonuçlarına göre, Lc_2 kritik yükleri sırasıyla 54N, 63N ve 77N olarak elde edilmiştir. Bu numune grubunda da benzer bir sonuçla karşılaşmıştır. Bias geriliminin artması ile enerjisi yüksek iyonlar ve iyonize edilmiş atomların enerjisi birleşerek taban malzeme içine implantasyonu sonucunda adezyon dayanımı artmaktadır [95, 116]. Ölçülen sertlik değerleri de adezyon değerlerini doğrular niteliktedir. R8 numunesinin sertliği bias gerilimi en yüksek olmasından dolayı R2 ve R5 numunelerine nazaran daha yüksek olmaktadır. Ayrıca R8 numunesinin kritik yük değerinin yüksek olması, EDS analizinden elde edilen sonuçlara göre bu numunedeki Ti ve Zr oranının diğer numunelere göre daha az olmasıyla ilişkilendirilebilmektedir. Zr elementinin atom çapı diğer elementlerden büyük olmasından dolayı kaplama yapısındaki kafes çarpılmalarını artırarak iç gerilmelerin artmasına neden olmaktadır. R8 numunesinde Zr oranı R2 ve R5 numunelerinden az olduğundan dolayı, iç gerilmeleri daha düşük olmakta ve bu sayede kaplamanın daha yüksek bir yük değerinde kopmasına neden olmaktadır. ANOVA analizi sonucunda en az etkili parametre olarak gözükken Zr hedef akımı bu numune grubunda bias geriliminin dışında alternatif bir etki sağladığı görülmektedir.

Adezyon testi sonucunda yapılan SEM görüntülerinden elde edilen izler incelendiğinde R2, R5 ve R8 numunelerinin hepsinde toparlanma pullanması mekanizmasının etkin olduğu Şekil 70, 73, 76'da görülmektedir. Ayrıca R8 numunesinde kaplama yüzeyden sıyrılmaya başladıktan hemen sonra bir kısmı tekrar yapışma eğilimi (kaplamanın kısa mesafelerde taşınımı) göstermiş, fakat uygulanan yükün artmasıyla bu etki ortadan kaybolup soyulan kaplamanın yüzeye tekrar yapışması mümkün olamamıştır.

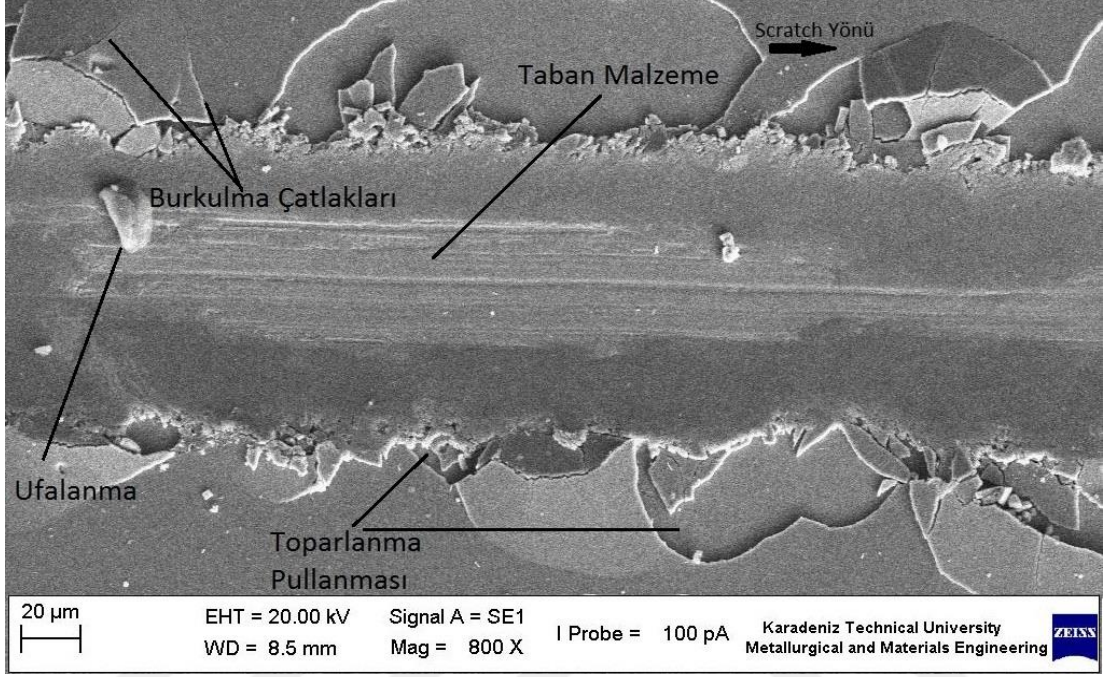
Çalışma basıncı 3×10^{-3} Torr değerinde olan ve bias gerilimleri 50V, 75V ve 90V olarak artış gösteren R3, R6 ve R9 numune grubunun adezyon testi sonuçlarına göre, Lc_2 kritik yükleri sırasıyla 40N, 48N ve 58N olarak elde edilmiştir. Diğer numune gruplarında olduğu gibi, bu numune grubunda da bias geriliminin artmasıyla kaplamaların Lc_2 kritik yük değerlerinin de arttığı görülmektedir. Elde edilen bu sonuçlar, literatür çalışmalarından elde edilen verilerle tutarlılık göstermektedir [95, 116].

Adezyon testi sonucunda yapılan SEM görüntülerinden elde edilen izler incelendiğinde R3, R6 ve R9 numunelerinin hepsinde toparlanma pullanması mekanizmasının etkin olduğu Şekil 71, 74, 77'de görülmektedir. R3 numunesinde kayma doğrultusunda kohezif çatlakların oluştuğu görülmektedir.

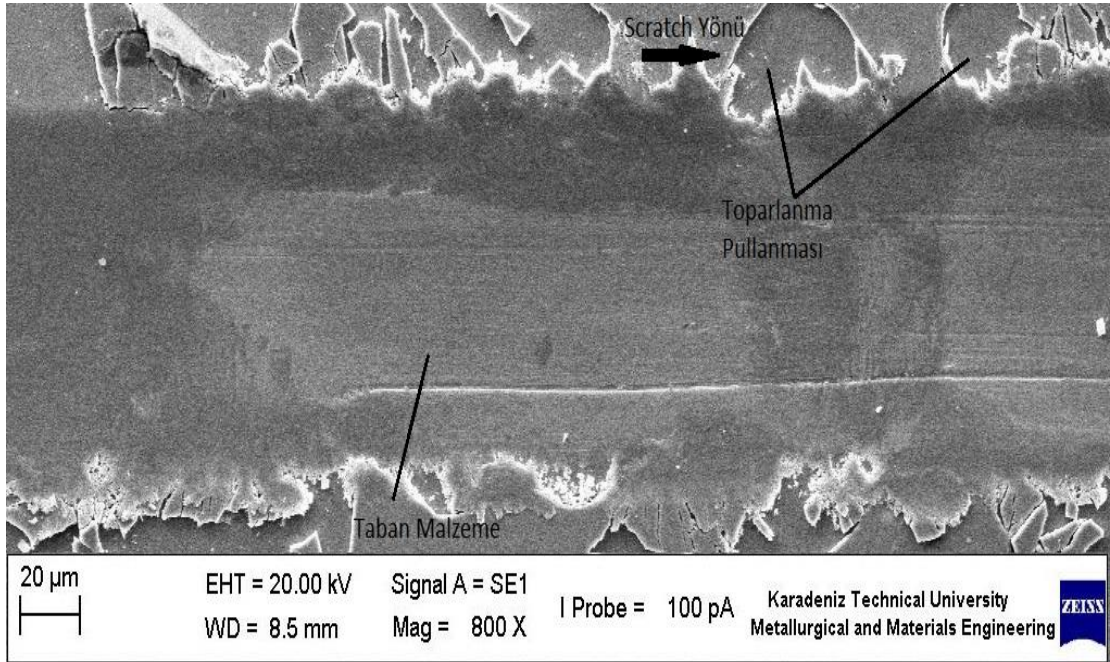
Genel olarak çizik testinden elde edilen sonuçlar incelendiğinde, bias geriliminin yüksek olduğu numunelerde (R7, R8) kritik yük değeri de yüksek olarak elde edilmiştir. Ayrıca, kritik yük değerinin düşük olarak ölçüldüğü numunelerde ise (R1, R4) çalışma basıncının düşük olduğu görülmüştür. Yapılan bir çalışmada, bias geriliminin kademeli olarak 0-75V'a kadar artırıldığında Lc_2 kritik yük değerlerinin de artış gösterdiği, fakat bias geriliminin 125V gibi yüksek bir değere artırıldığında ise kritik yük değerinin aniden düştüğü gözlemlenmiştir. Bu düşüşün sebebi, Singh tarafından çok fazla artan iyon bombardıman enerjisinin, bası gerilmesini artırması şeklinde yorumlanmıştır [119]. Bu çalışmada da literatürden incelenen bu veri ışığında bias gerilim değeri aniden artırılmamış, kademeli olarak (50-75-90 V) şeklinde kullanılmıştır.

Çalışmaya ilham kaynağı olan nitrürleme + FBK dubleks işleminin kaplamaların adezyon mukavemetine katkısı şöyle açıklanabilmektedir; nitrürleme işleminin hem yüzey pürüzlülüğünü artırması ile daha iyi adezyon kuvveti oluşturması hem de taban malzeme mukavemetinin artırılması ile deformasyonun engellenmesi ve kaplama tabakasının daha iyi desteklenmesi kaplamanın yapışma kabiliyetini artırmaktadır. Ayrıca adezyon mukavemeti için taban malzemesi sertliği önem teşkil etmektedir. Sertlik değeri yüksek olan malzemeler uygulanan yüke daha fazla direnç göstermektedirler. Kaplama işleminden

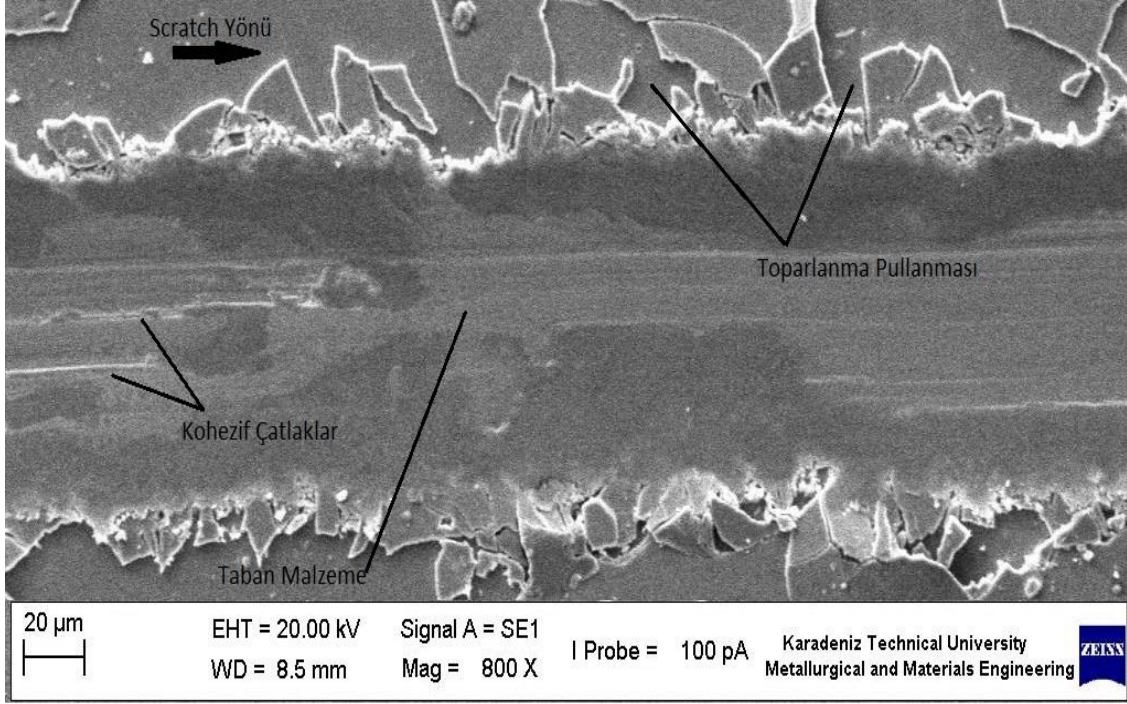
önce taban malzemesi nitrürlenmiş numuneler daha yüksek sertlik değerine sahip olmaktadır. Taban malzeme sertliğinin artması ile kritik yük değerinin artışı arasında doğrusal bir orantı olduğu görülmektedir [120].



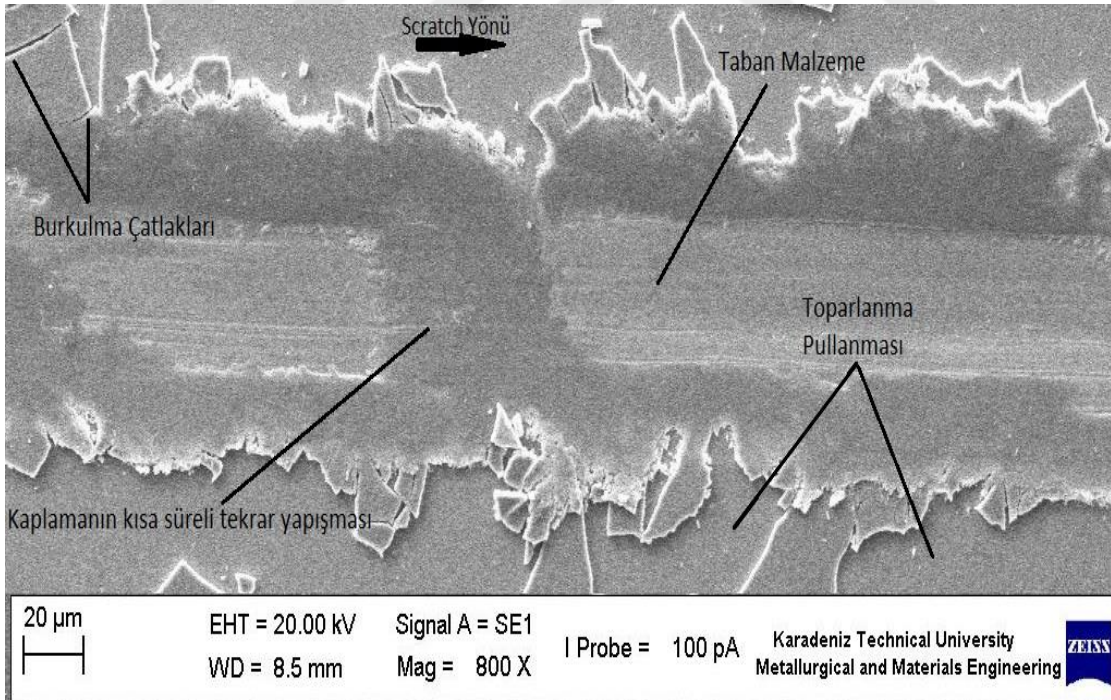
Şekil 69. R1 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



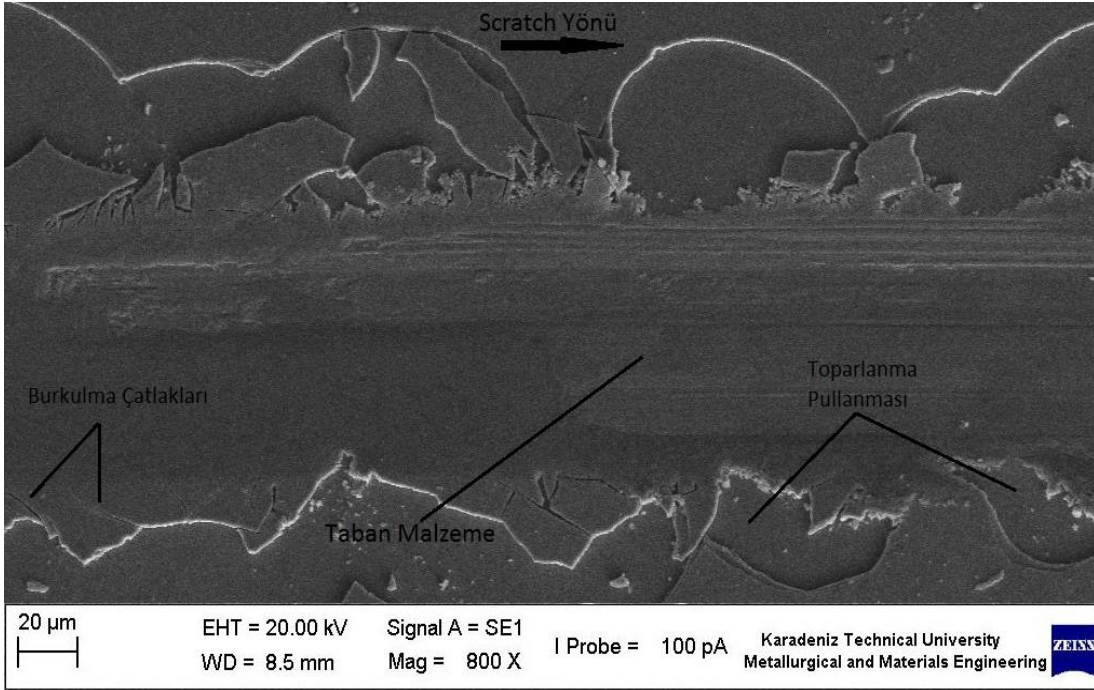
Şekil 70. R2 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



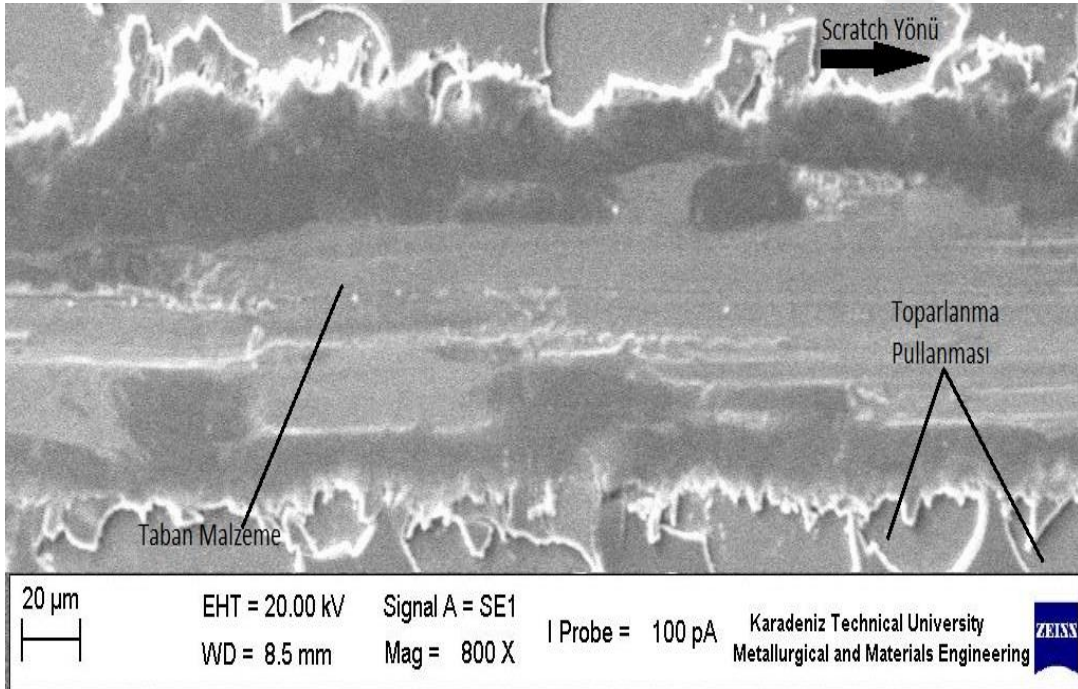
Şekil 71. R3 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



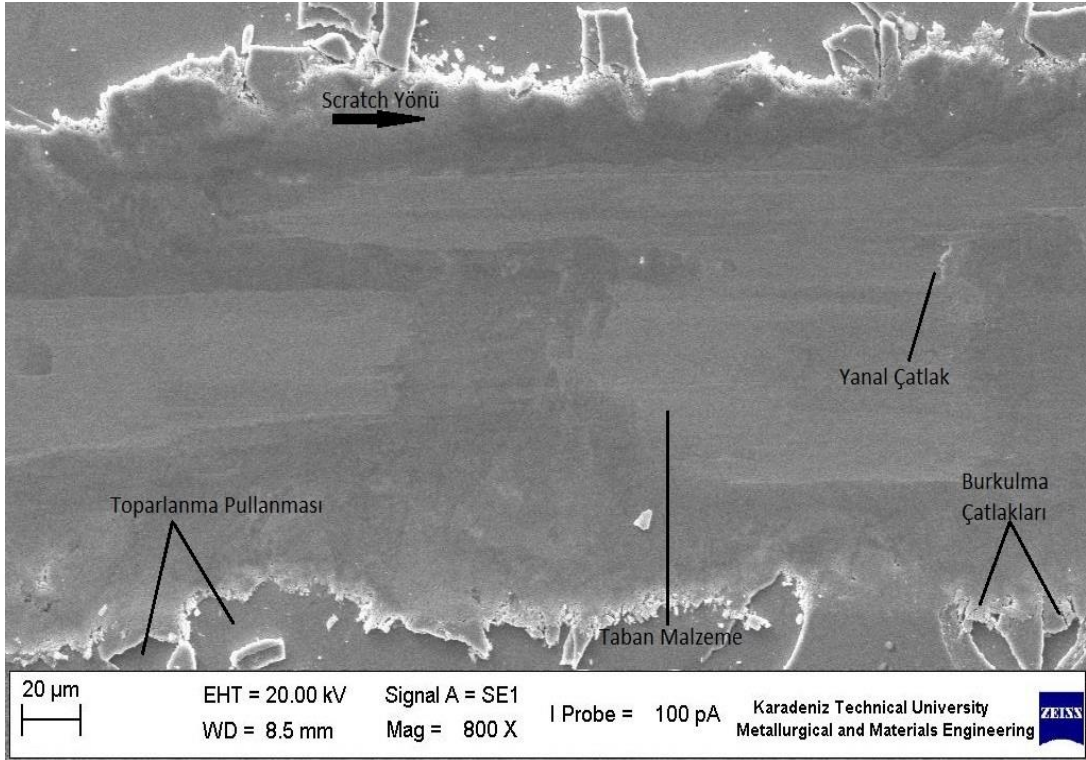
Şekil 72. R4 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



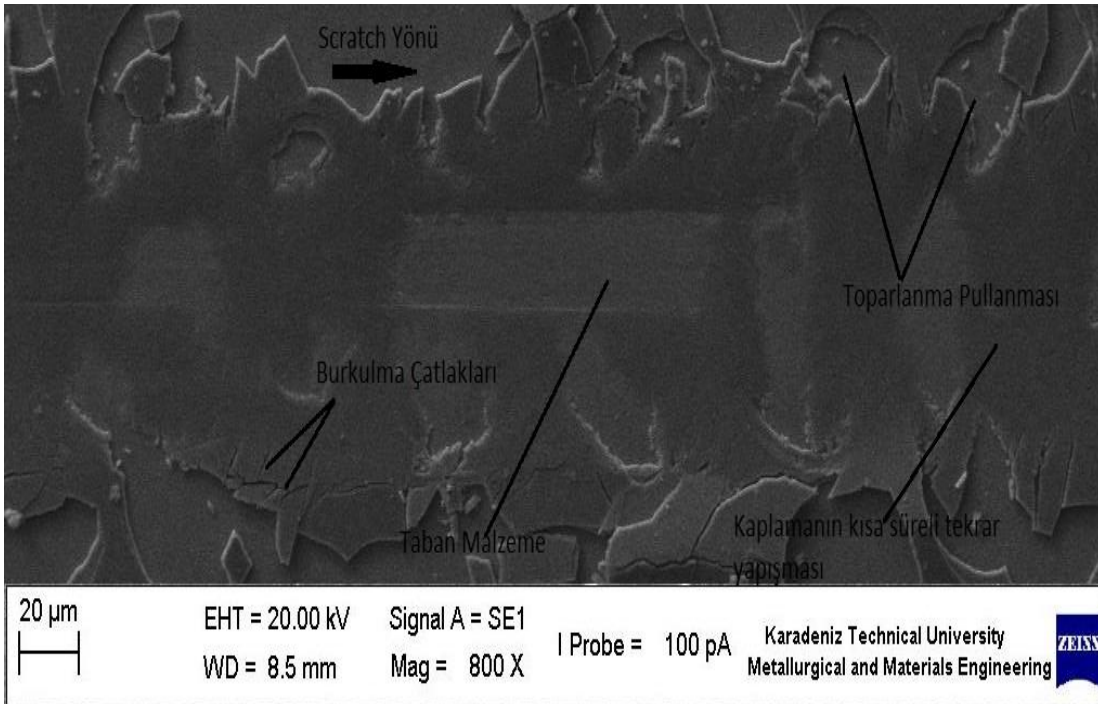
Şekil 73. R5 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



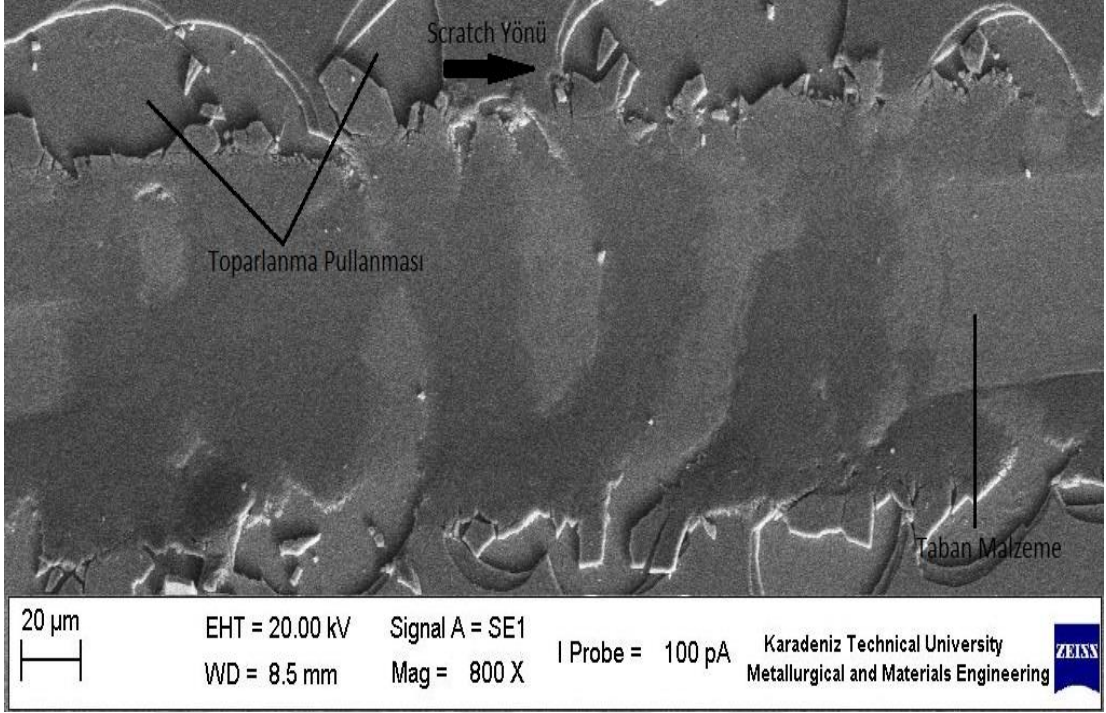
Şekil 74. R6 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



Şekil 75. R7 numunesinin Lc2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



Şekil 76. R8 numunesinin Lc2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



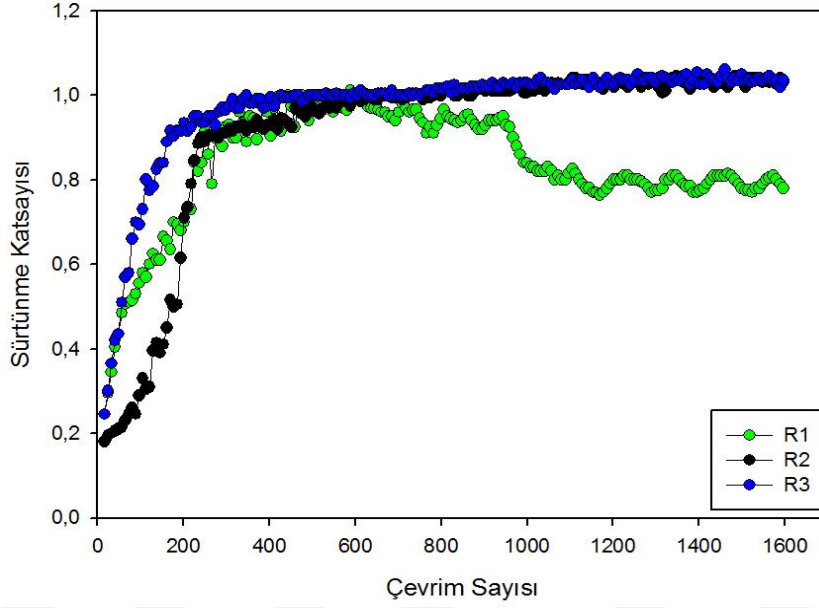
Şekil 77. R9 numunesinin Lc2 kritik yük değerindeki scratch izi görünümü

3.7. Aşınma Deneyi Sonuçları

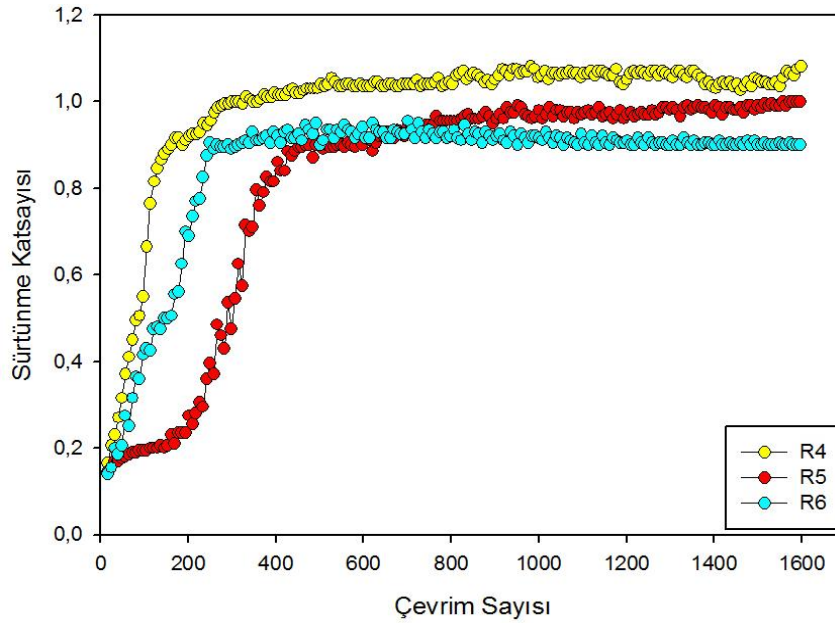
TiAlZrN kaplamaların sürtünme ve aşınma özellikleri, oda sıcaklığında karşı yüzey olarak Al_2O_3 bilye seçilerek, ball-on disk triboloji deney düzeneği kullanılarak incelenmiştir. Deneyler 60 mm/sn çevresel hızda, 2N ve 5N olmak üzere farklı yüklerde, 2 farklı iz çapında (10mm-14mm) ve 1600 yük tekrarında (çevrim sayısı) gerçekleştirilmiştir. Deneylerden elde edilen sürtünme katsayısı grafikleri Şekil 78-81 ve Şekil 102-105'te verilmektedir. Her bir yük değeri için elde edilen sürtünme katsayısı değerleri Tablo 23, 28'de verilmektedir. Tablo 23'den 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte yapılan aşınma deneylerinde elde edilen sürtünme katsayılarının 0,81 ile 1,05 değerlerinde değiştiği gözlenmiştir. En yüksek sürtünme katsayısı, R4 numunesinde 1,05 olarak elde edilirken, en düşük sürtünme katsayısı ise kaplamasız nitrürlenmiş çelikte 0,81 olarak elde edilmiştir. Tablo 28'den ise, 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte yapılan aşınma deneylerinde elde edilen sürtünme katsayılarının 0,74 ile 0,94 değerlerinde değiştiği gözlenmiştir. En yüksek sürtünme katsayısı, R4 numunesinde 0,94 olarak elde edilirken, en düşük sürtünme katsayısı ise R1 numunesinde 0,74 olarak elde edilmiştir. Ayrıca gerçekleştirilen sürtünme-aşınma deneylerinden elde edilen numune yüzeylerindeki aşınma

yüzeylerinin profilometre ve SEM görüntüleri Şekil 84-101 ve Şekil 108-125'de verilmiştir.

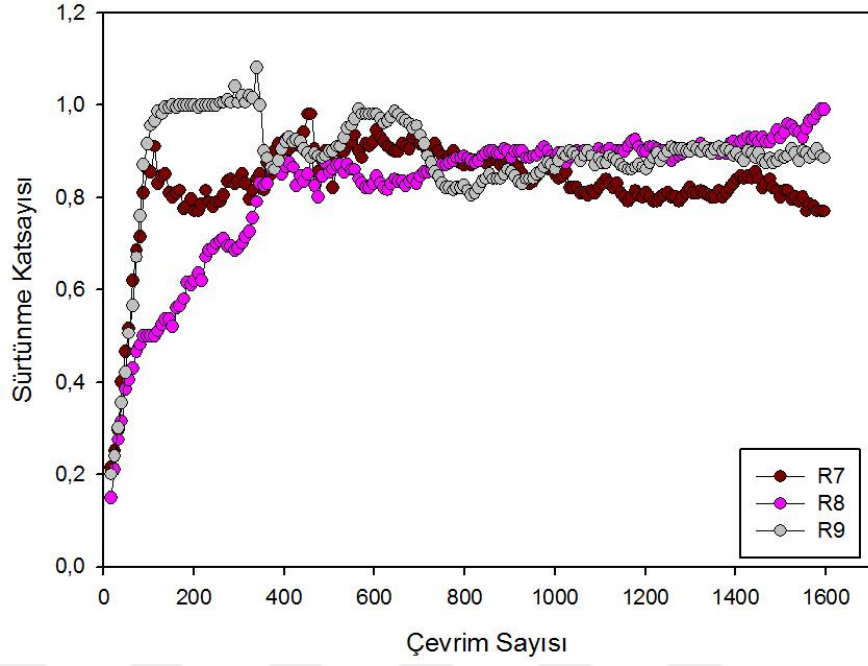
60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte gerçekleştirilen aşınma deneylerinin sürtünme katsayı grafikleri ve ANOVA hesaplamaları;



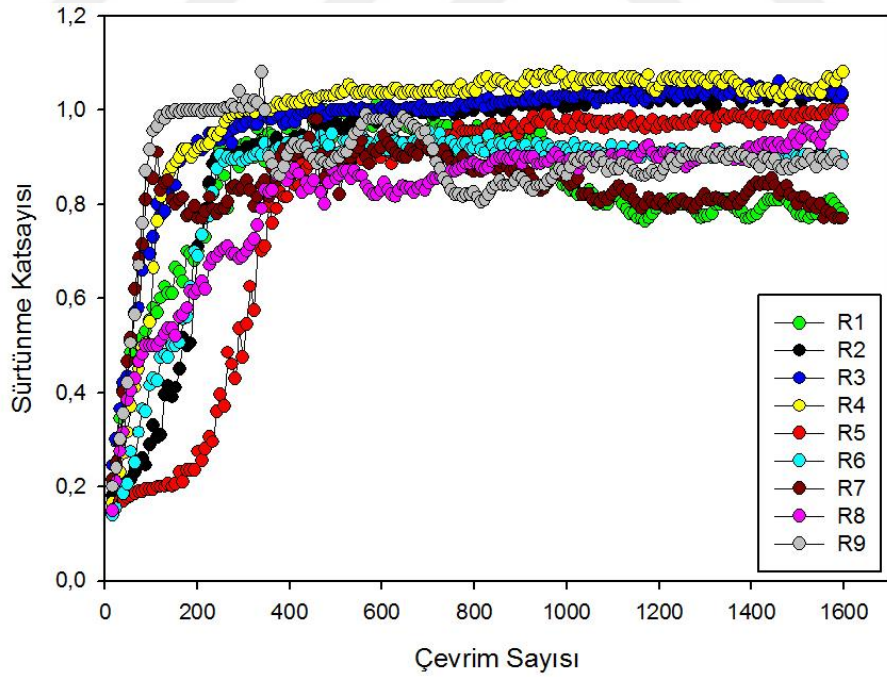
Şekil 78. R1,R2 ve R3 numunelerinin 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 79. R4, R5 ve R6 numunelerinin 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



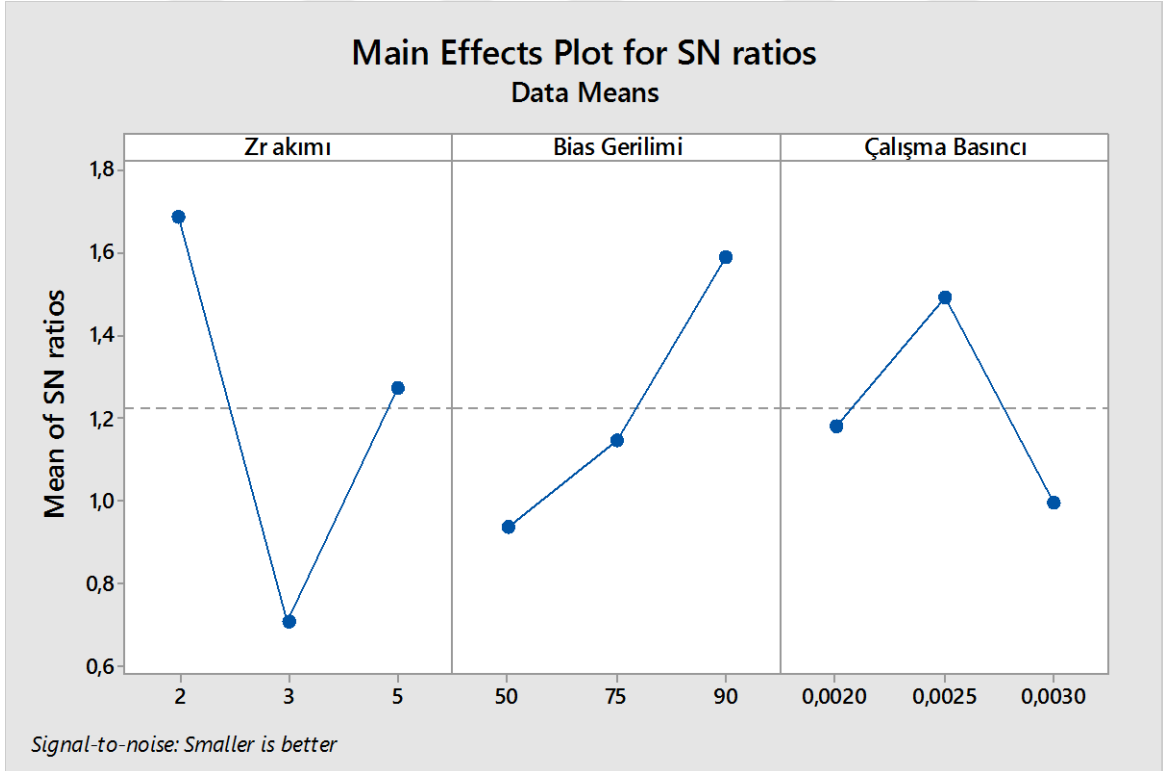
Şekil 80. R7, R8 ve R9 numunelerinin 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 81. Bütün numunelerin 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri

Tablo 23. Oda sıcaklığında uygulanan 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değerleri

Numune Adı	Oda Sıcaklığı	
	Sürtünme Katsayısı	Aşınma Hızı
R1	0,86	7,22E-06
R2	1,00	3,80E-06
R3	1,02	7,13E-06
R4	1,05	5,68E-06
R5	0,94	6,42E-06
R6	0,87	2,64E-06
R7	0,85	2,24E-06
R8	0,88	2,42E-06
R9	0,89	5,46E-06
Nitrülenmiş H13	0,81	2,13E-04



Şekil 82. Kaplama parametrelerinin oda sıcaklığında uygulanan 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etkisi

Tablo 24. Oda sıcaklığında 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği

Parametreler	Oda sıcaklığı sürtünme katsayısı			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye1	Seviye2	Seviye3		
Zr Akımı	1,6895	0,7054	1,2729	0,9841	1
Bias Gerilimi	0,9358	1,1440	1,5879	0,6521	2
Çalışma Basıncı	1,1782	1,4933	0,9962	0,4971	3

Oda sıcaklığında 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yük için elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerleri için yapılan ANOVA analizi sonuçları Tablo 25'de verilmiştir. ANOVA analizine göre en etkin parametre olan Zr akımının oda sıcaklığında elde edilen ortalama sürtünme katsayılarına etki yüzdesi %40,6 olarak hesaplanmıştır. Bias gerilimi ve çalışma basıncının ise katkı yüzdeleri sırasıyla %18,0 ve %10,4 olarak hesaplanmıştır.

Tablo 25. Oda sıcaklığında uygulanan 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu

Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P değeri	Katkı Yüzdesi (%)
Zr Akımı	2	1,4641	0,7321	1,23	0,448	40,6
Bias Gerilimi	2	0,6655	0,3328	0,56	0,641	18,0
Çalışma Basıncı	2	0,3794	0,3794	0,32	0,758	10,4
Residual Error	2	1,1866	0,5933			
Toplam	8	3,6957				

Tablo 23'de bias geriliminin 50V olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numunelerinden elde edilen sürtünme katsayı değerlerine bakıldığında, en düşük sürtünme katsayı değerinin 0,87 ile R1 numunesinde olduğu görülmektedir. Bu numune grubunda sürtünme katsayı değerlerinin kaplama parametreleri arttıkça arttığı gözlenmiştir. Yapılan aşınma deneyleri sonucunda elde edilen ortalama sürtünme katsayı değerleri kullanılarak yapılan S/N analizi ve ANOVA analizi sonucunda en etkin parametre olan Zr akımı açısından sonuçlar incelendiğinde; artan Zr akımı ile birlikte sürtünme katsayısı

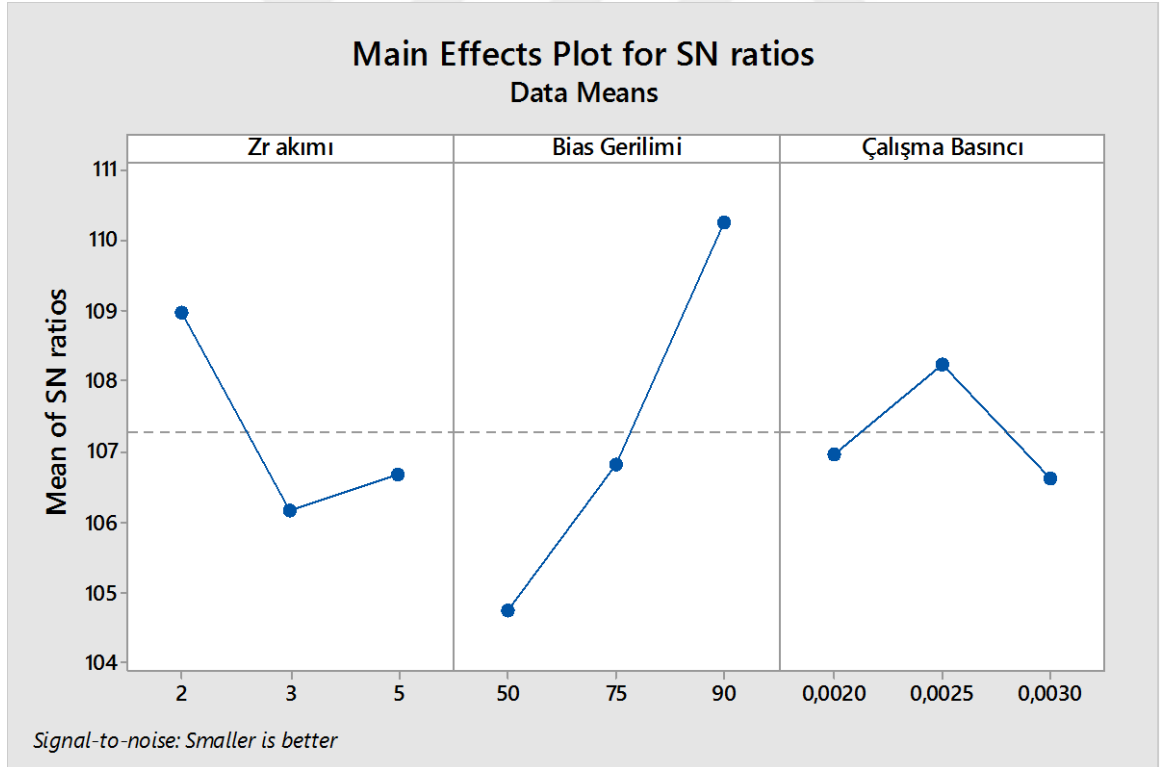
değerlerinin artış gösterdiği belirlenmiştir. Bu artışın sebebi, artan Zr akımı ile birlikte kaplamaların yoğunluğunun artması, tane boyutunun azalması etkisiyle kalıntı gerilmelerin artmasına neden olduğu şeklinde açıklanabilmektedir. Yapılan literatür çalışmalarında da elde edilen sonuçlar benzer şekilde ifade edilmektedir [97]. Örneğin, yapılan bir çalışmada artan kaplama parametreleriyle birlikte kaplama yüksek iyon bombardımanına maruz kalmakta ve bu sebeple kaplama yapılarında kalıntı gerilmeler meydana gelmektedir. Bu kalıntı gerilmeler plastik deformasyona karşı direnci artırarak kaplamalarda sürtünme katsayısı değerlerini artırdığı yorumu yapılmıştır [116]. Zr akımının 2A olarak sabit olduğu ve bias geriliminin sırasıyla 50V, 75V ve 90V olarak artırıldığı R1,R6 ve R8 numuneleri incelendiğinde, ANOVA analizi sonucunda ikinci en etkili parametre olarak belirlenen bias geriliminin de kaplama yüzeyine iyon bombardımanını artırdığı için aynı mekanizmaya katkıda bulunduğu düşünülmektedir. Literatürde yapılan birçok çalışmada elde edilen sonuçlar bu yorumu doğrular niteliktedir. Yapılan bir çalışmada farklı bias gerilimleri kullanılarak üretilen kaplama tabakaları incelendiğinde, bias geriliminin artmasının iyon hareketliliğini artırdığı ve kaplama yapısını daha yoğun bir hale getirerek, yapıda meydana gelen kalıntı gerilmeleri artırdığı yorumu yapılmıştır [115]. Yine yapılan benzer bir çalışmada Tilmann ve çalışma arkadaşları, bias gerilimlerinin artması ile birlikte, sertlik ve kalıntı gerilmelerinin arttığını, bu artma sebebiyle kaplama yapısında mikro çatlaklar oluşmasıyla sürtünme katsayısının arttığını belirtmişlerdir [55].

Şekil 78-81 incelendiğinde, R1 ve R9 haricindeki tüm kaplamaların 360 çevrime kadar kararsız bir sürtünme katsayısı değeri gösterdiği, 360 çevrimden deney bitimine kadar ise kararlı bir davranış gösterdiği görülmektedir. 360 çevrime kadar olan bölümde meydana gelen sürtünme katsayısındaki dalgalanmanın numuneler ile aşındırıcı karşı yüzeyin pürüzlerinin birbirleriyle teması sonucunda kırılarak oluşturdukları küçük aşınma parçacıklarından meydana geldiği düşünülmektedir [121]. Bu aşama mühendislik uygulamalarında rodaj olarak tanımlanmaktadır. R1 ve R9 kaplamalarında deneyin ilerleyen bölümlerinde görülen dalgalanmalara, deney esnasında sürtünen yüzeyler arasında oluşan transfer filminin optimum kalınlıkta olmaması ve zaman zaman yırtılmasının neden olduğu düşünülmektedir.

Üretilen TiAlZrN kaplamalara 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yük altında uygulanan aşınma deneylerinden elde edilen aşınma hızlarının optik profilometre yardımıyla ölçülen aşınma miktarları denklem 5 kullanılarak hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar Tablo 23'de verilmiştir. En yüksek aşınma hızı, en düşük sertliğe sahip 2A Zr akımı, 50V bias gerilimi

ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı parametrelerinde üretilen R1 numunesinden $7,22 \times 10^{-6}$ mm^3/Nm olarak elde edilirken, en düşük aşınma hızı ise en yüksek sertliğe sahip 5A Zr akımı, 90V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı parametrelerinde üretilen R7 numunesinden $2,24 \times 10^{-6}$ mm^3/Nm olarak elde edilmiştir. Aşınma hızı en düşük olan R7 numunesi ile kaplama işlemi uygulanmamış taban malzemenin aşınma hızı kıyaslanıldığında, R7 numunesinin yaklaşık 100 kat daha iyi bir aşınma direncine sahip olduğu görülmektedir.

Oda sıcaklığında 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yük altında gerçekleştirilen aşınma deneylerinden elde edilen aşınma hızlarının S/N oranları Minitab programı ile daha düşük daha iyi kriterine göre hesaplanmıştır. Elde edilen S/N grafiği Şekil 83'de verilmektedir. Kullanılan parametrelerin her bir seviyesi için elde edilen S/N oranlarının ortalamaları Tablo 26'da verilmektedir. Aşınma hızlarına etki eden en önemli parametre bias gerilimi olarak belirlenmiştir. Etkisi en az olan parametre ise çalışma basıncı olarak belirlenmiştir.



Şekil 83. Kaplama parametrelerinin hesaplanan aşınma hızı değerlerine etkisi

Tablo 26. Aşınma hızı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

Parametreler	Oda sıcaklığı sürtünme katsayısı			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye1	Seviye2	Seviye3		
Zr Akımı	109,0	106,2	107,0	2,8	2
Bias Gerilimi	104,7	106,8	108,2	5,5	1
Çalışma Basıncı	1,1782	110,2	106,6	1,6	3

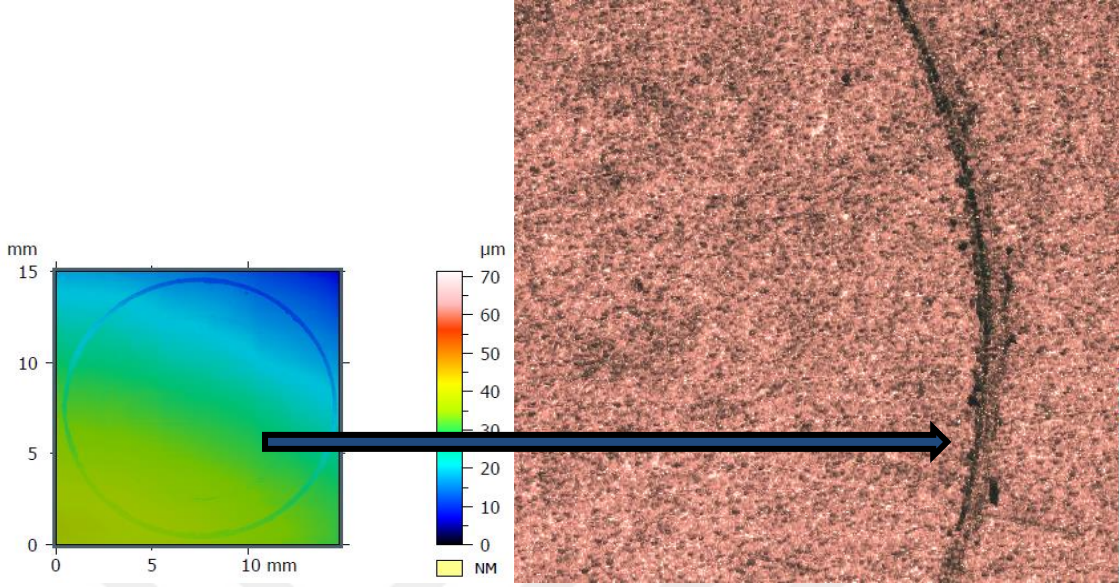
Yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 27’de verilmiştir. ANOVA analiz sonucuna göre en etkin parametre olarak belirlenen bias geriliminin, aşınma hızlarına katkısı %32,8 olarak hesaplanmıştır. Zr akımı ve çalışma basıncının katkıları sırasıyla %10,6 ve %3,02 olarak belirlenmiştir.

Tablo 27. Aşınma hızı değerlerinin ANOVA tablosu

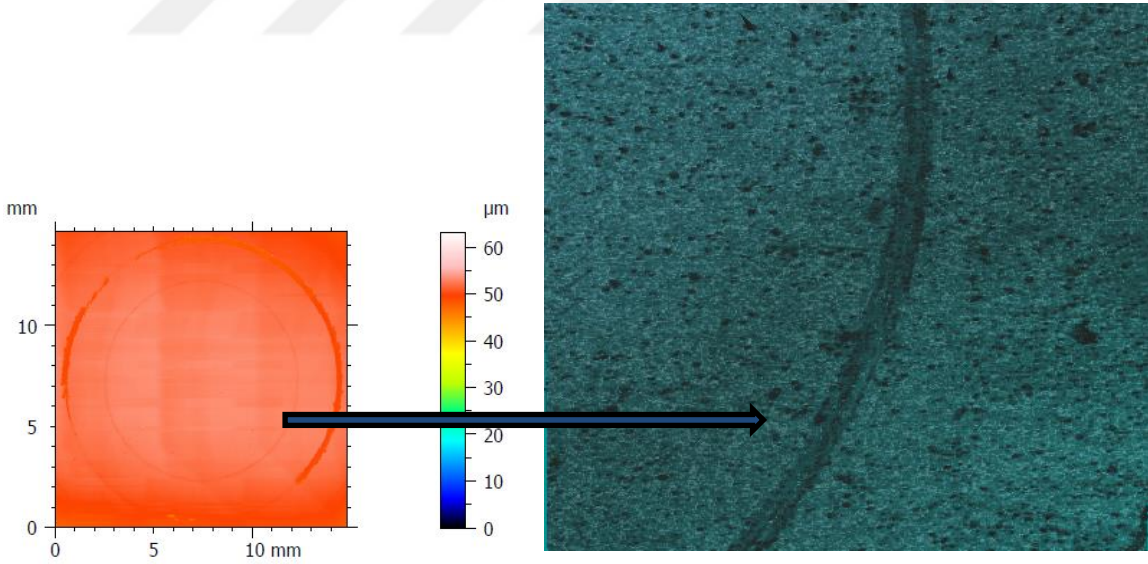
Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P değeri	Katkı Yüzdesi (%)
Zr Akımı	2	13,591	6,796	0,18	0,850	10,4
Bias Gerilimi	2	46,329	23,165	0,60	0,625	32,8
Çalışma Basıncı	2	4,280	2,140	0,06	0,947	3,02
Residual Error	2	77,069	38,534			
Toplam	8	141,269				

Elde edilen kaplamaların adezyon dirençlerini gösteren Tablo 20’ye bakıldığında en yüksek adezyon dayanımına sahip olan R7 numunesinin, aynı zamanda en düşük aşınma hızına sahip olduğu görülmektedir. En düşük adezyon dayanımına sahip olan R3 ve R1 numunelerinin ise en yüksek aşınma hızlarına sahip oldukları görülmektedir. Karşılaşılan bu durumla birlikte, kaplamaların sahip olduğu adezyon dayanım değerlerinin aşınma hızlarında bariz bir etkisi olduğu yorumu yapılabilmektedir.

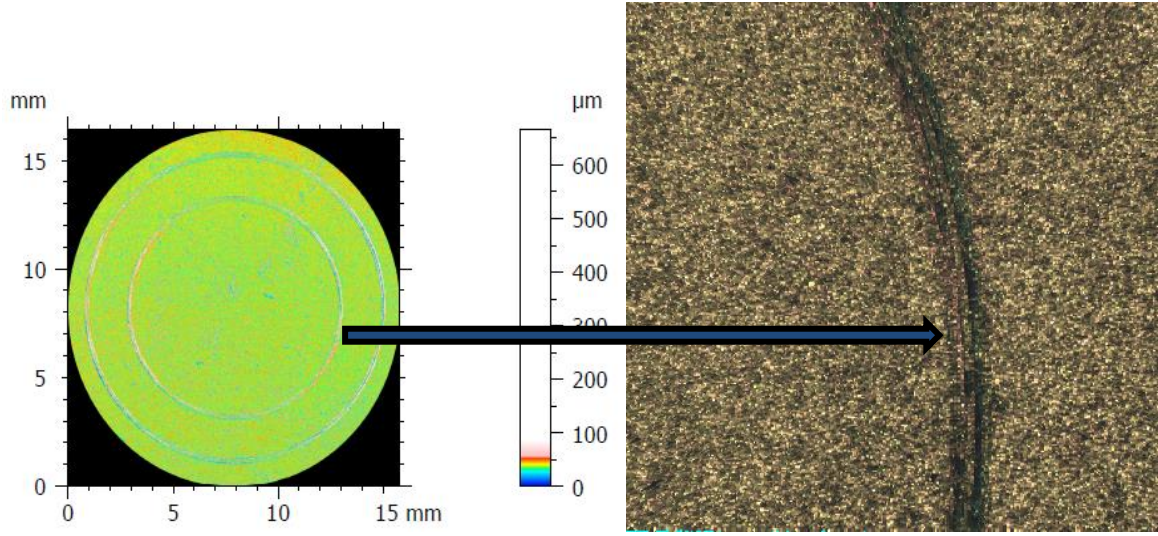
ANOVA analiz sonucunda aşınma hız değerleri en etkili parametre olarak belirlenen bias gerilimi açısından değerlendirildiğinde, artan bias gerilimi ile birlikte taban malzemeye sıçratılmış atomların daha yüksek enerjiyle yüzeye çarpmasından dolayı kaplamanın daha yoğun ve kompakt bir yapıya sahip olması, aşınma dirençlerini geliştirdiği yorumu yapılabilmektedir.



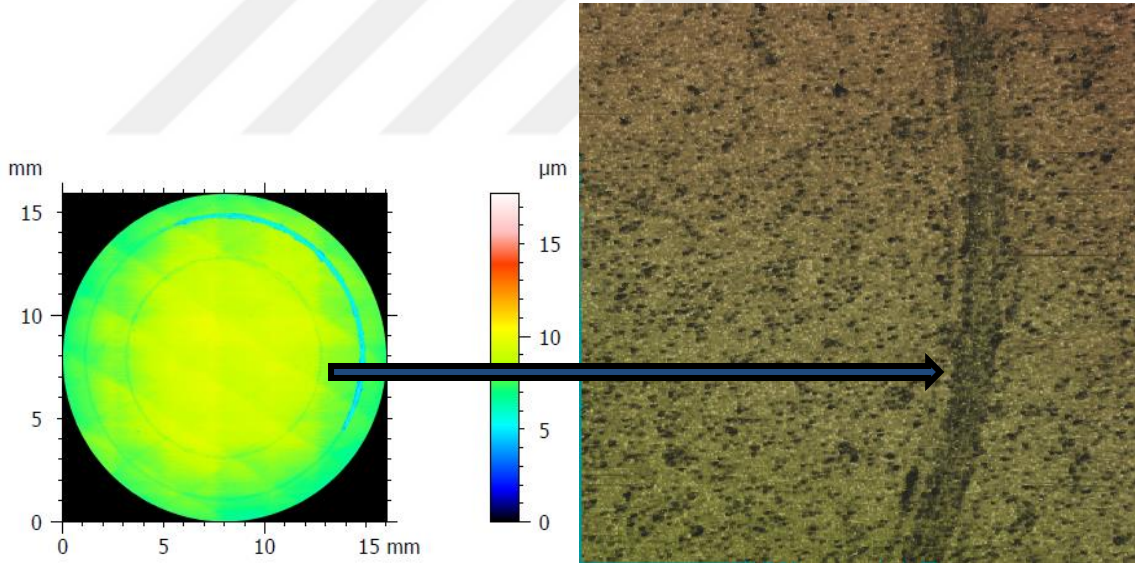
Şekil 84. R1 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



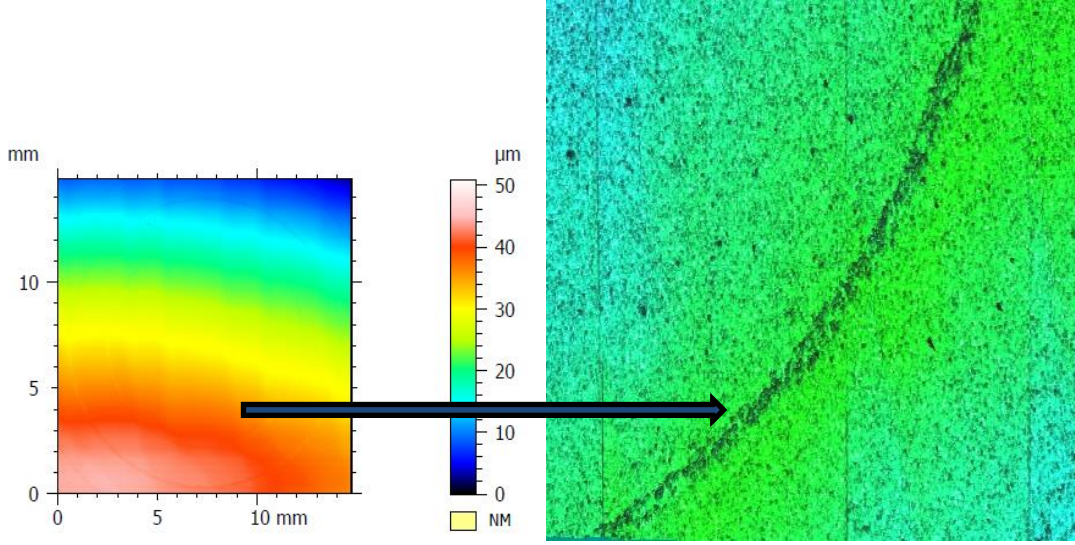
Şekil 85. R2 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



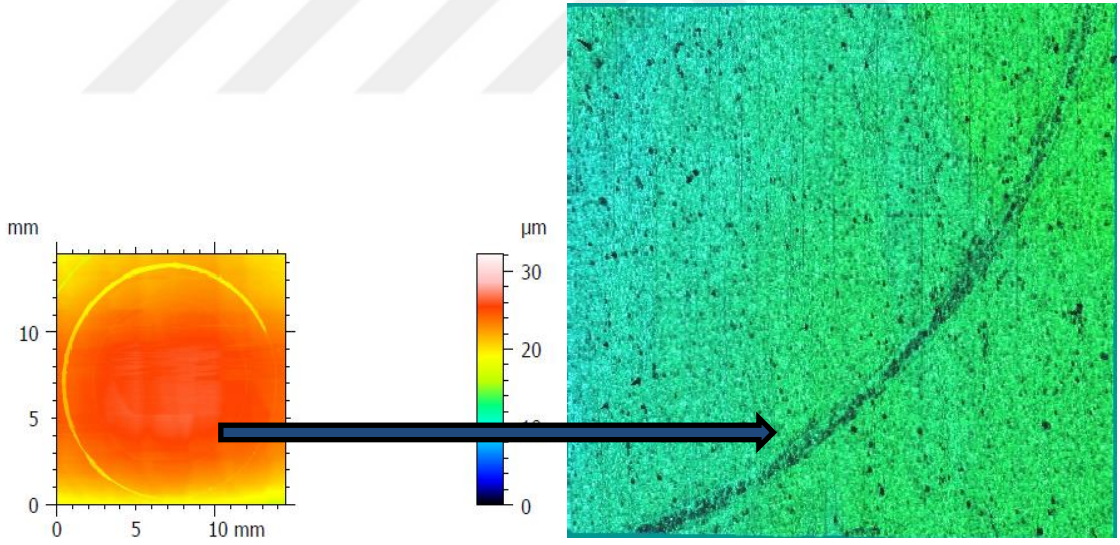
Şekil 86. R3 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



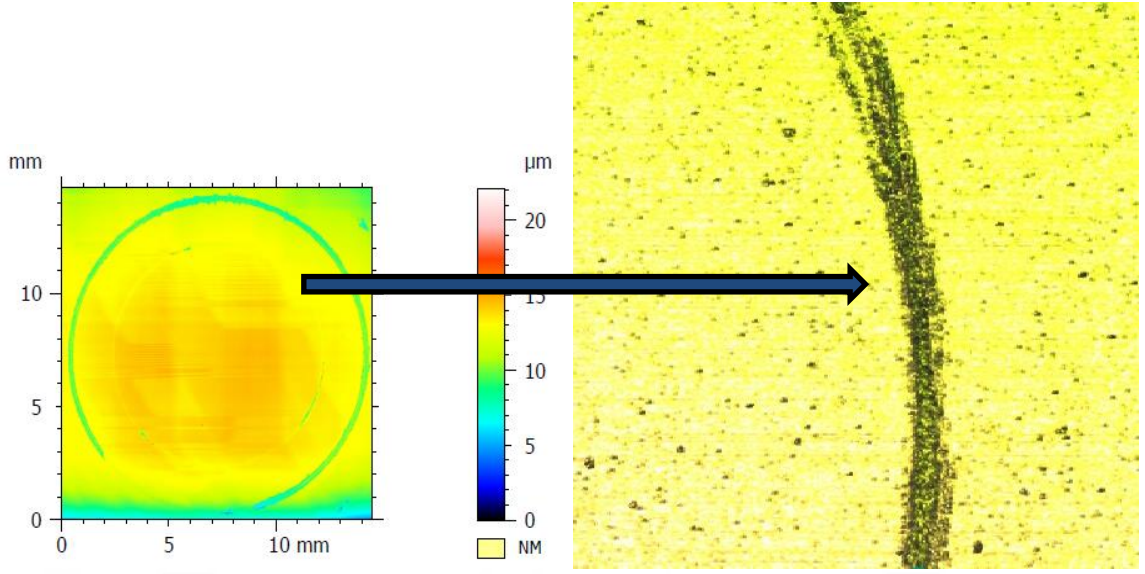
Şekil 87. R4 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



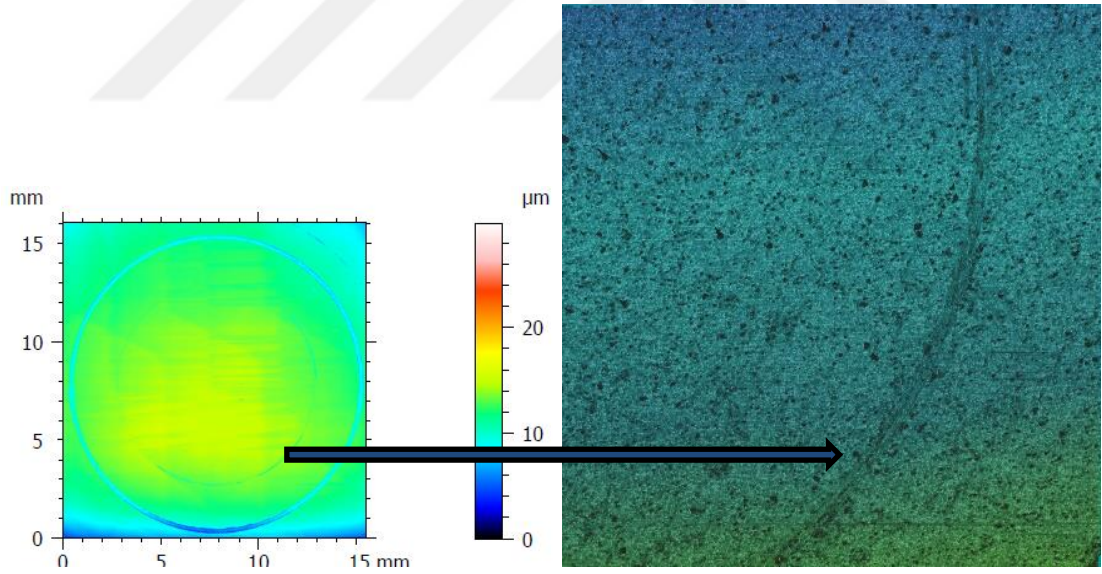
Şekil 88. R5 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



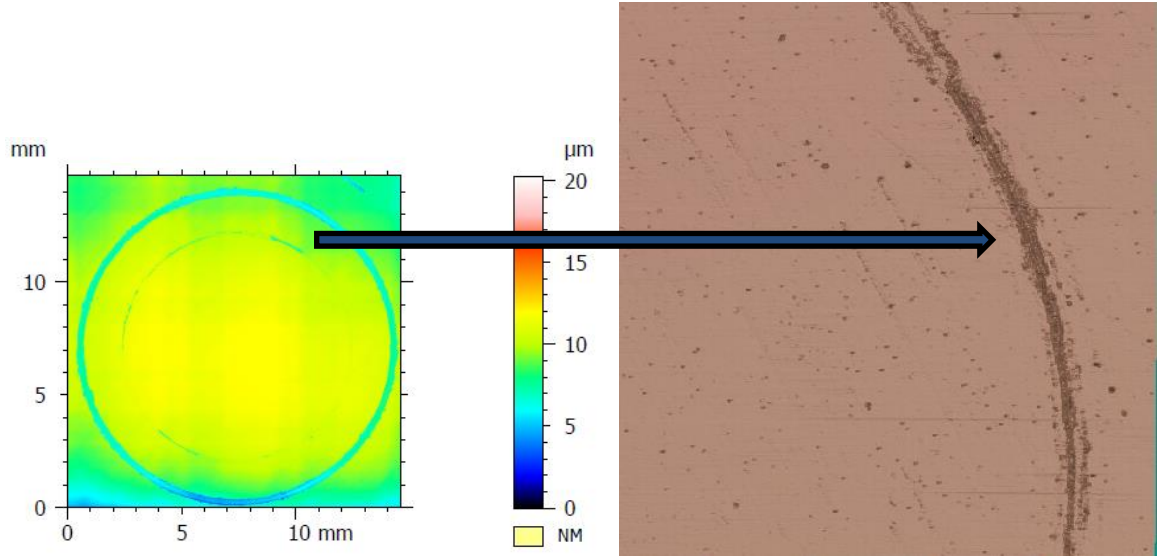
Şekil 89. R6 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



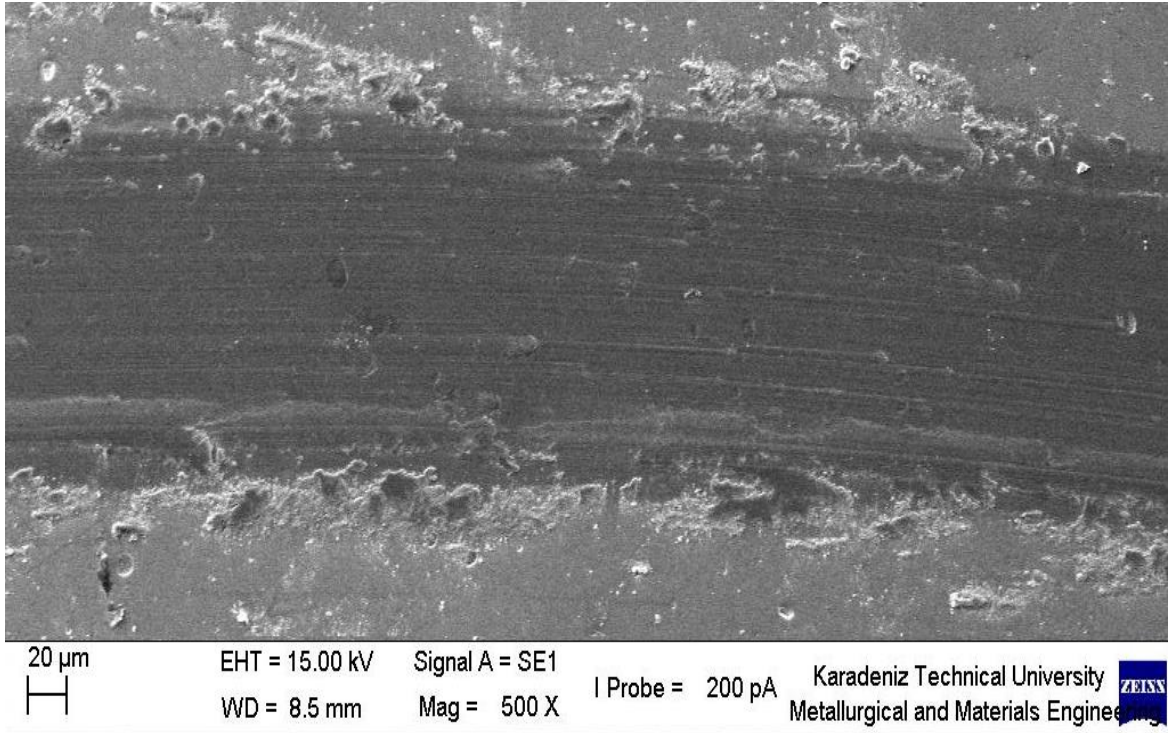
Şekil 90. R7 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



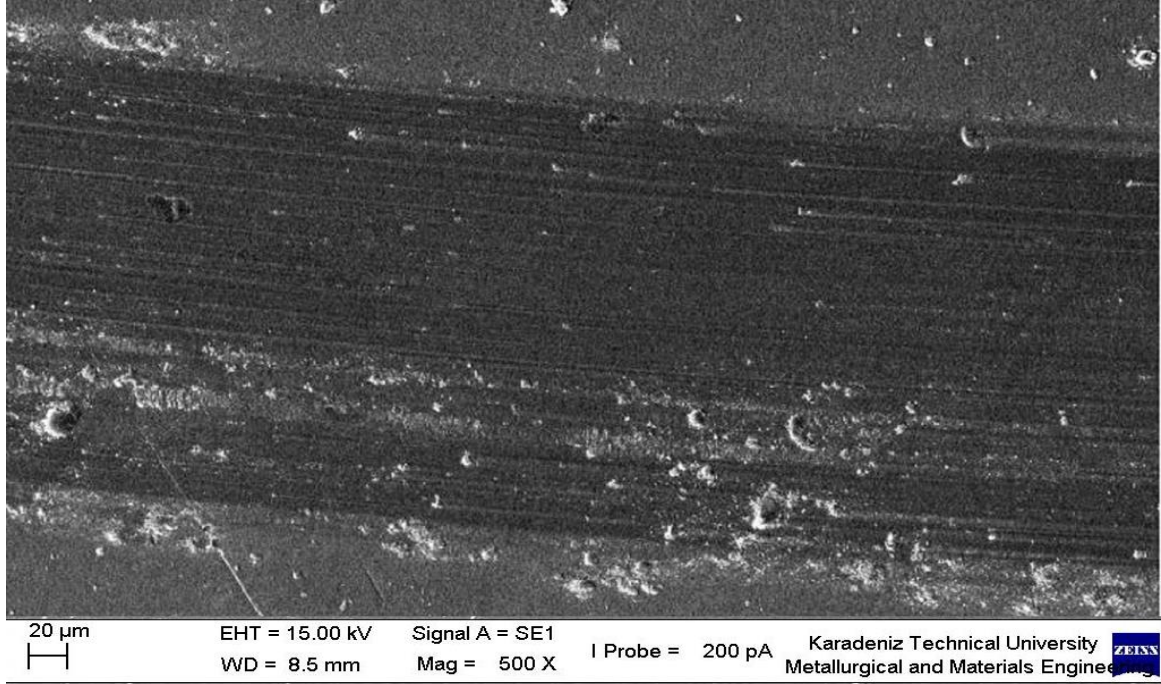
Şekil 91. R8 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



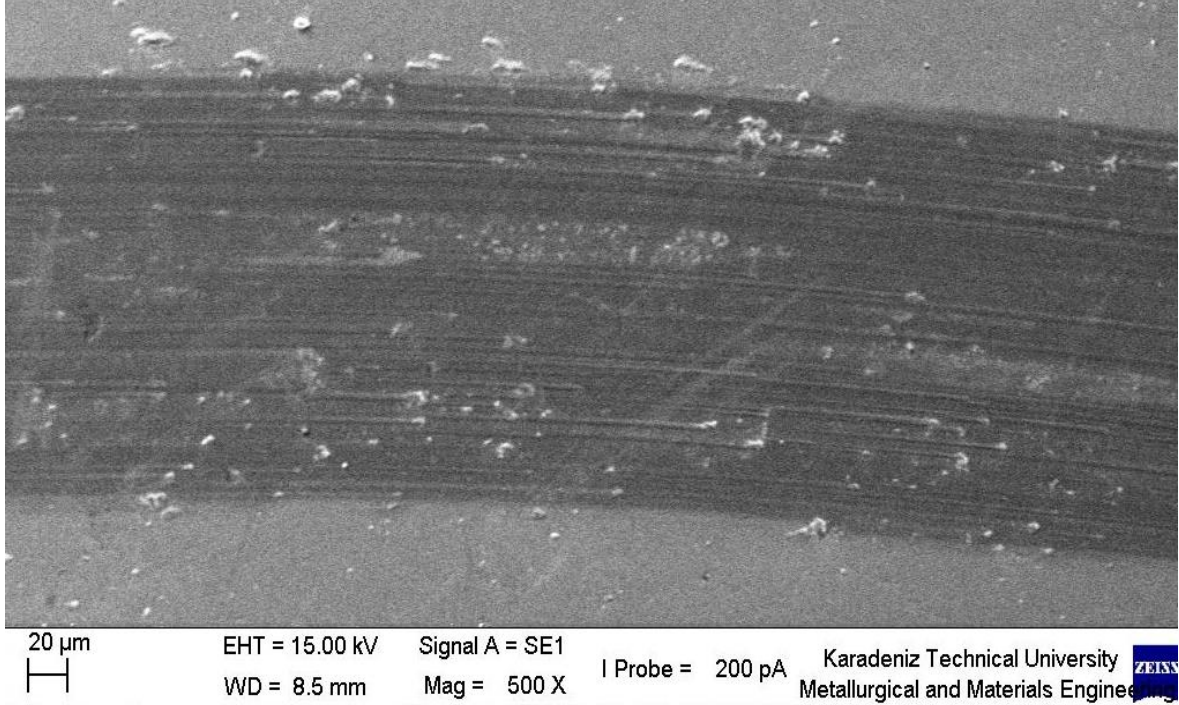
Şekil 92. R9 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



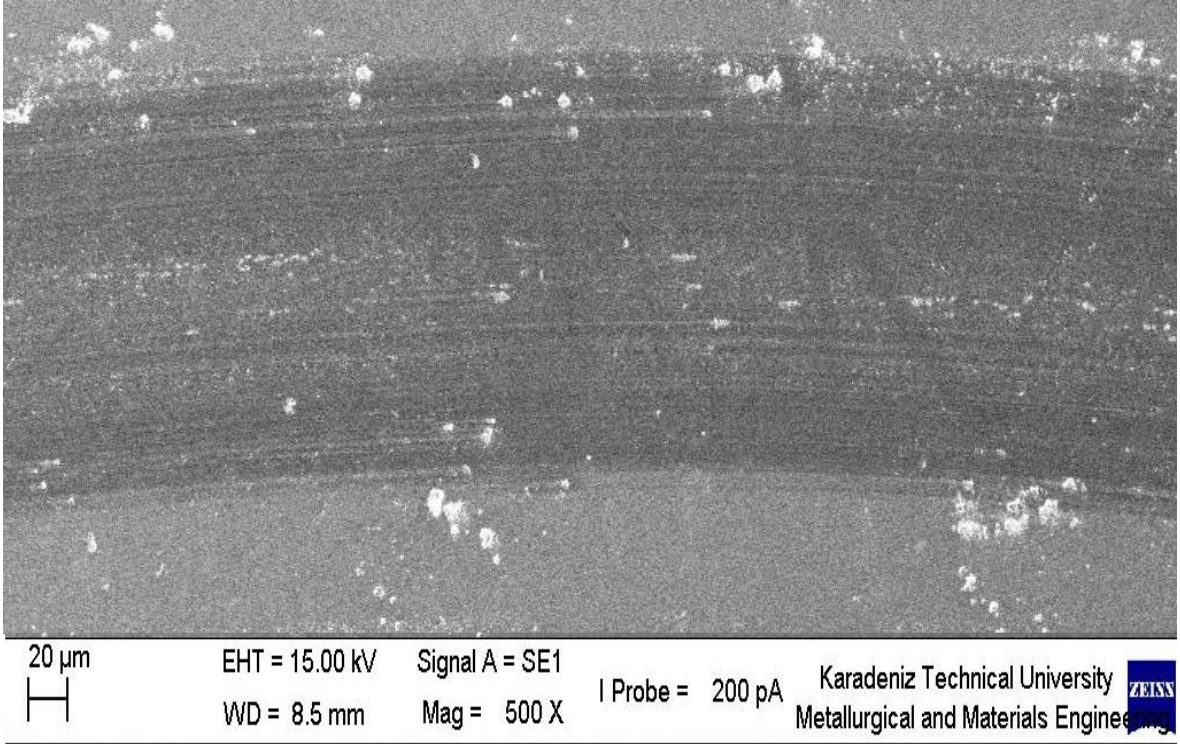
Şekil 93. R1 numunesinin 60mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



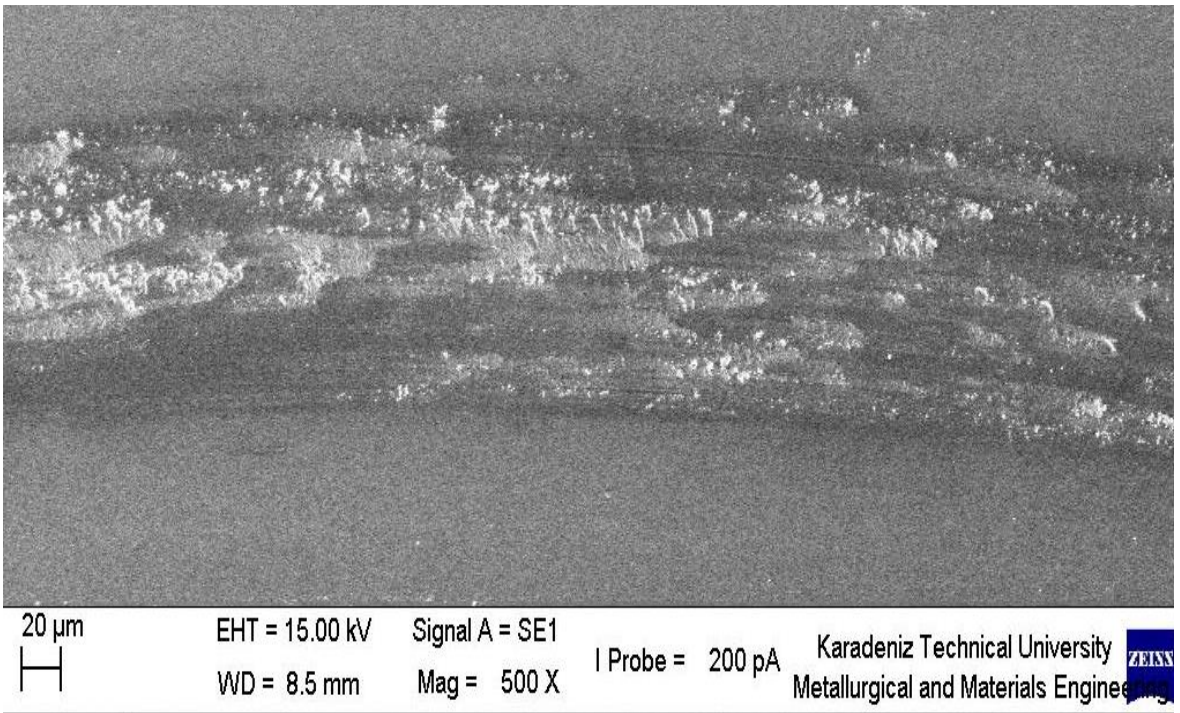
Şekil 94. R2 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



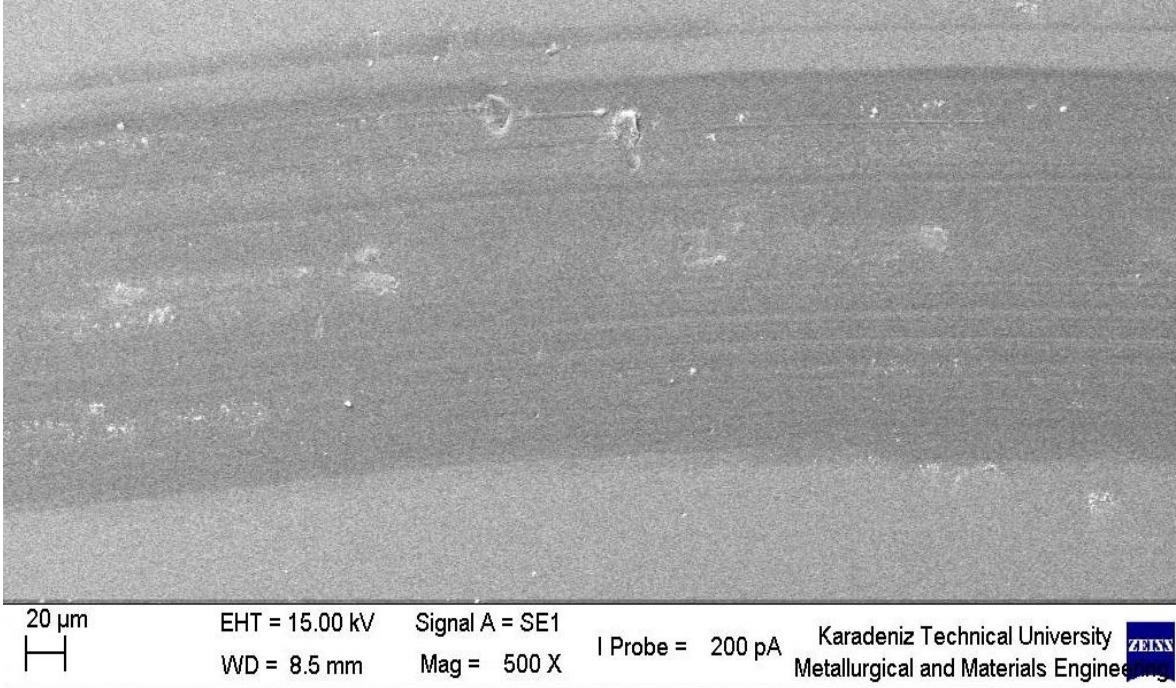
Şekil 95. R3 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



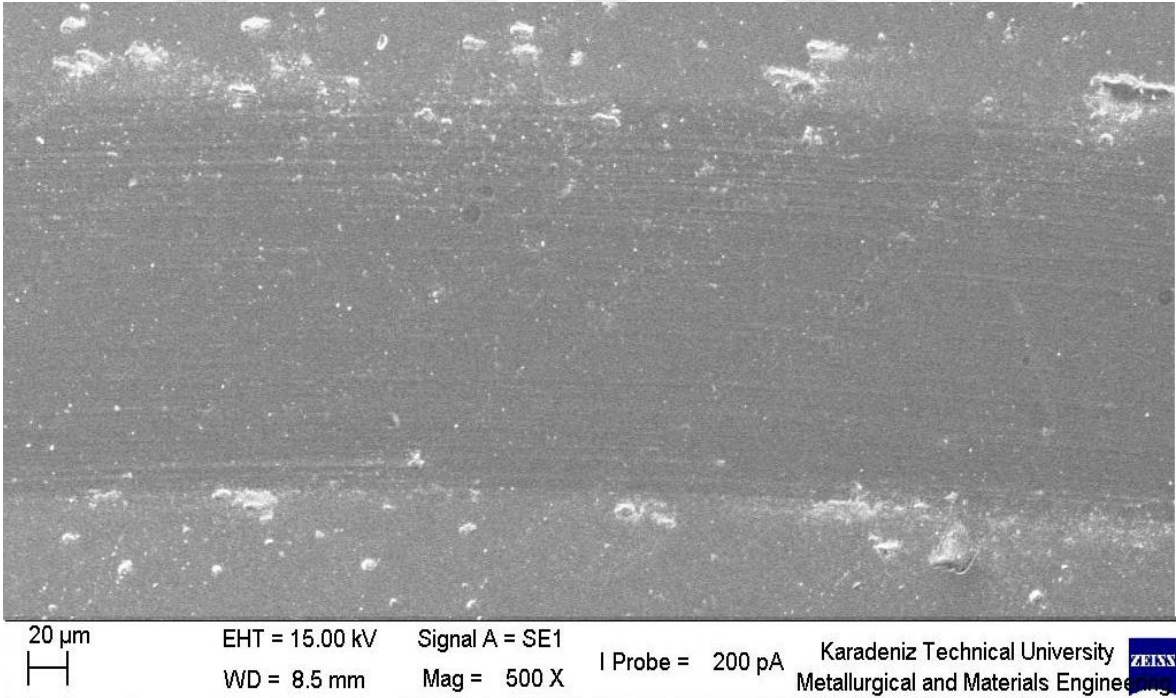
Şekil 96. R4 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



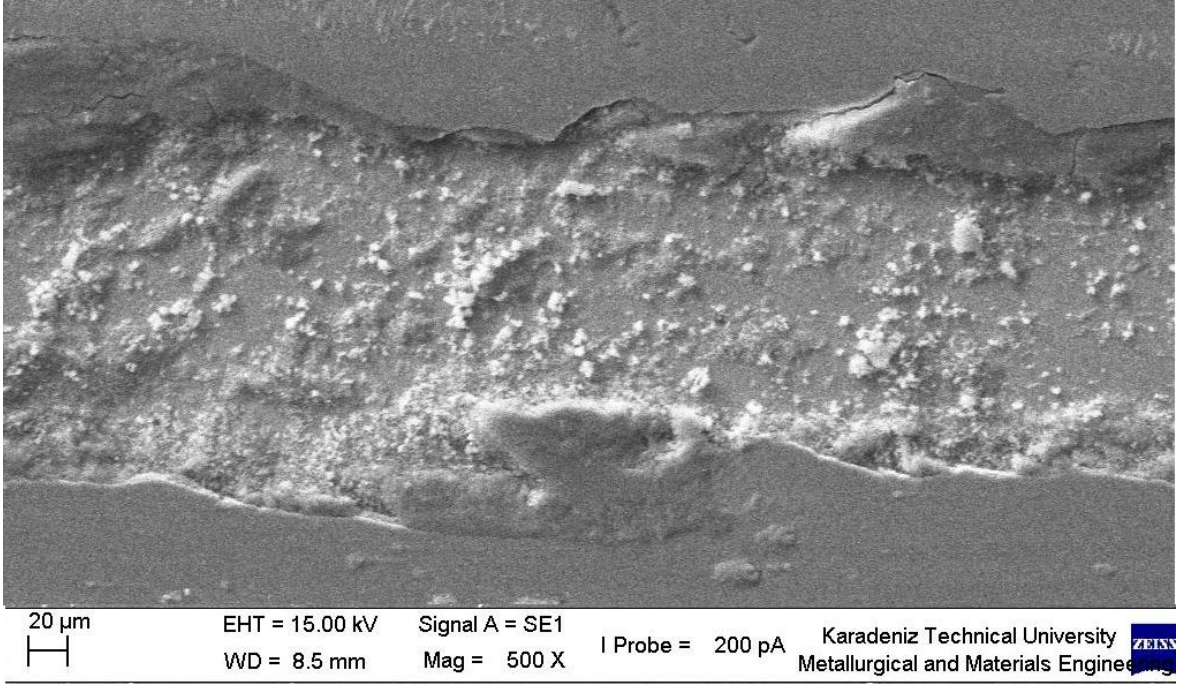
Şekil 97. R5 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



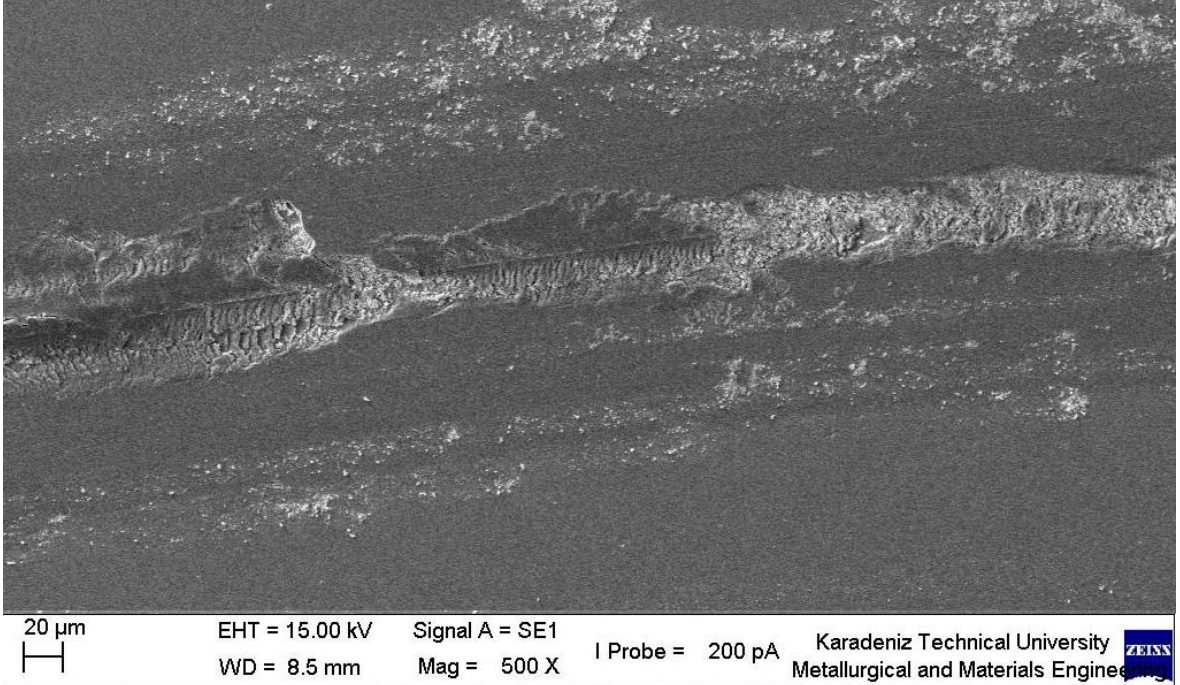
Şekil 98. R6 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



Şekil 99. R7 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü

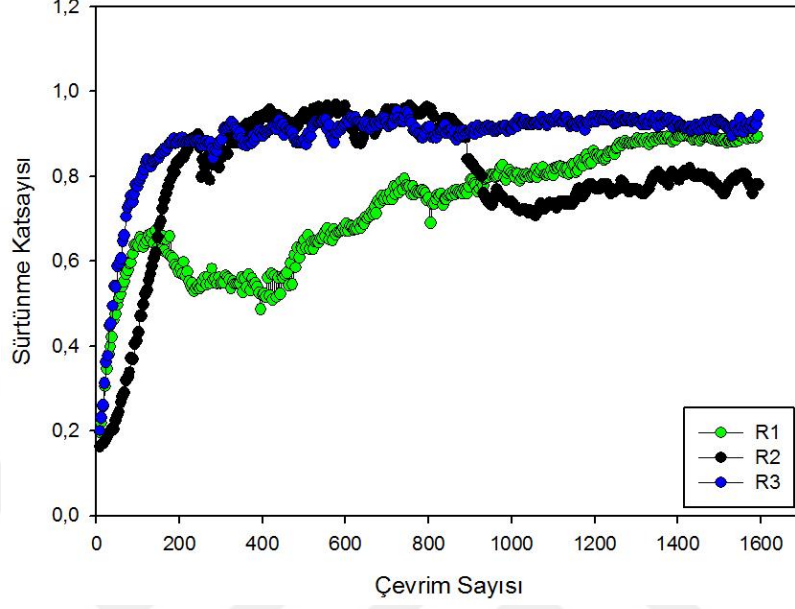


Şekil 100. R8 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü

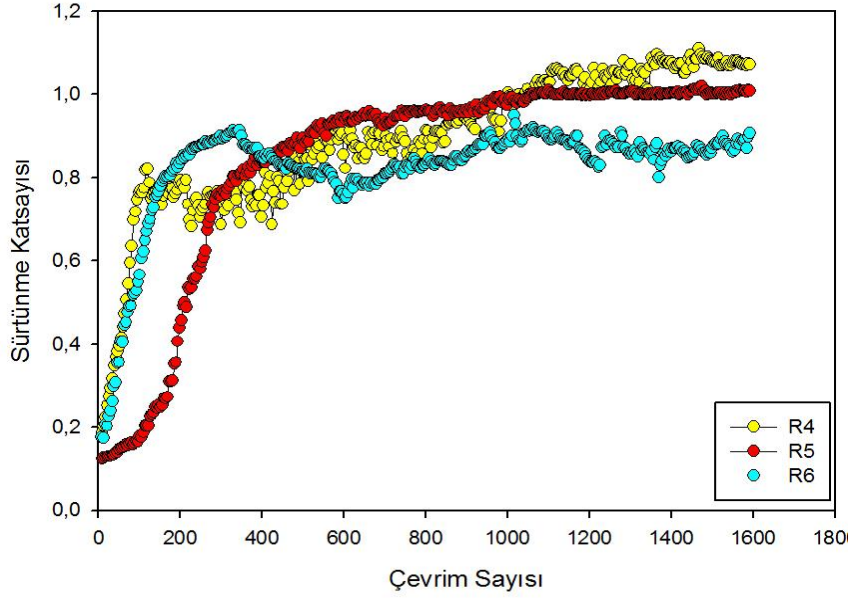


Şekil 101. R9 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü

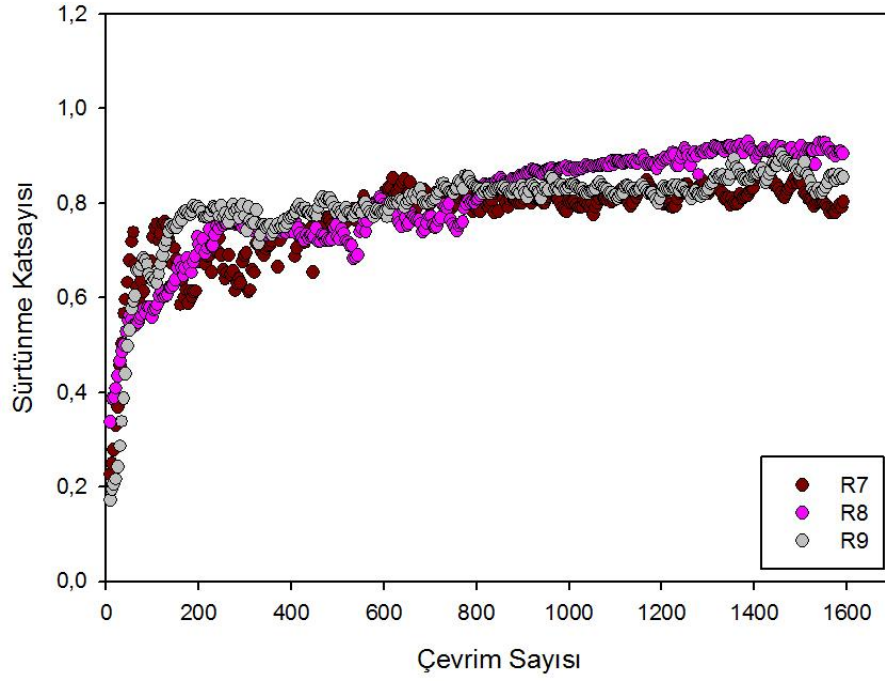
60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte gerçekleştirilen aşınma deneylerinin sürtünme katsayı grafikleri ve ANOVA hesaplamaları;



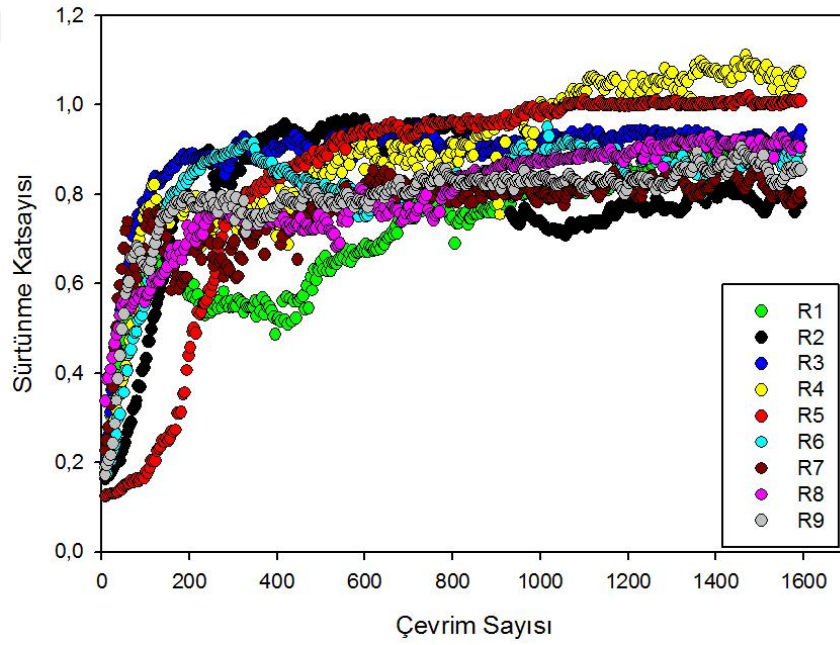
Şekil 102. R1, R2 ve R3 numunelerinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 103. R4, R5 ve R6 numunelerinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



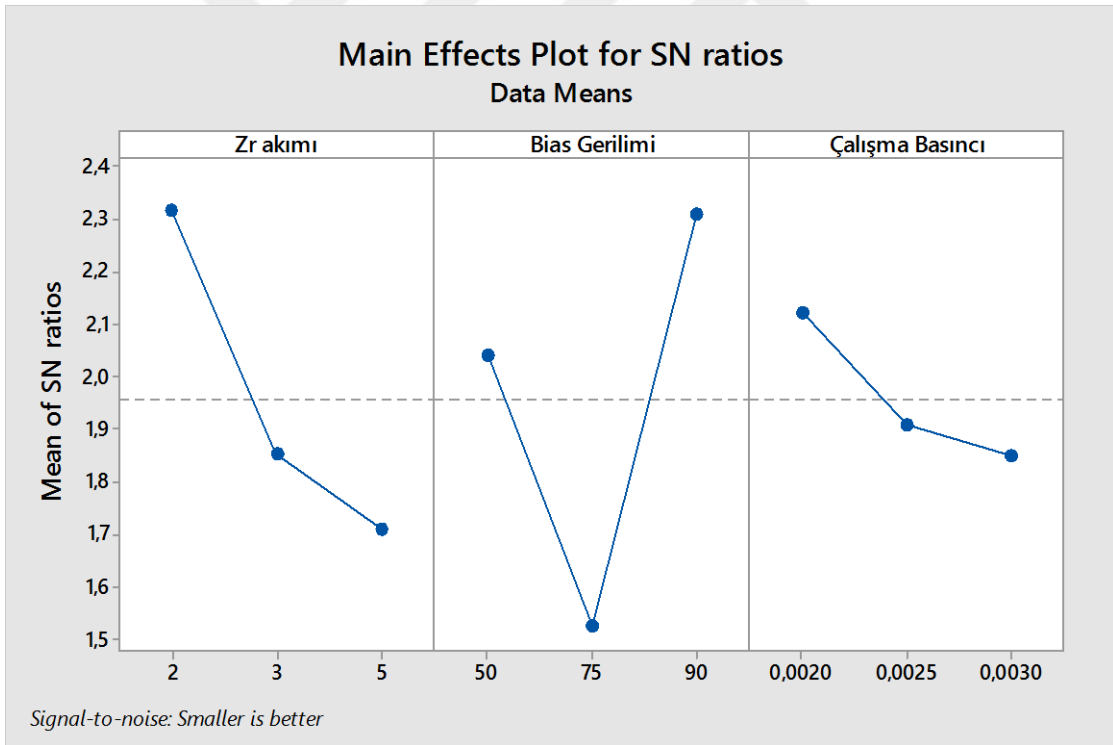
Şekil 104. R7, R8 ve R9 numunelerinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 105. Bütün numunelerin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri

Tablo 28. Oda sıcaklığında 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değerleri

Numune Adı	Oda Sıcaklığı	
	Sürtünme Katsayısı	Aşınma Hızı
R1	0,74	8,46E-05
R2	0,84	9,01E-05
R3	0,92	4,39E-05
R4	0,94	2,70E-05
R5	0,91	5,41E-05
R6	0,83	8,30E-05
R7	0,78	1,18E-05
R8	0,85	5,32E-05
R9	0,81	7,26E-05
Nitrülenmiş H13	0,75	3,95E-05



Şekil 106. Kaplama parametrelerinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayı değerlerinin S/N oranlarına etkisi

Tablo 29. 60mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

Parametreler	Oda sıcaklığı sürtünme katsayısı			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye1	Seviye2	Seviye3		
Zr Akımı	2,316	1,851	1,708	0,608	2
Bias Gerilimi	2,041	1,525	0,785	0,785	1
Çalışma Basıncı	2,121	1,907	1,847	0,274	3

Oda sıcaklığında uygulanan 60 mm/sn'lik çevresel hız ve 5N yükte elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerleri için yapılan ANOVA analizi sonuçları Tablo 30'da verilmiştir. ANOVA analizine göre en etkin parametre olan bias geriliminin oda sıcaklığında elde edilen ortalama sürtünme katsayılarına etki yüzdesi %30,4 olarak hesaplanmıştır. Zr akımı ve çalışma basıncının ise katkı yüzdeleri sırasıyla %19,3 ve %4 olarak hesaplanmıştır.

Tablo 30. 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu

Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P değeri	Katkı Yüzdesi (%)
Zr Akımı	2	0,6065	0,30327	0,42	0,706	19,3
Bias Gerilimi	2	0,9554	0,47771	0,66	0,604	30,4
Çalışma Basıncı	2	0,1249	0,06244	0,09	0,921	4
Residual Error	2	1,4544	0,72718			
Toplam	8	3,1412				

Tablo 28'de bias gerilim değerinin 50V olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numunelerinden elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine bakıldığında, en düşük sürtünme katsayı değerinin 0,74 ile R1 numunesinde olduğu görülmektedir. Bu numune grubunda da bir önceki deneyde olduğu gibi sürtünme katsayı değerlerinin kaplama parametreleri artmasıyla arttığı gözlenmiştir. Yapılan aşınma deneyleri sonucunda elde edilen ortalama sürtünme katsayı değerleri kullanılarak yapılan S/N analizi ve ANOVA analizi sonucunda ikinci en etkin parametre olan Zr akımı açısından elde edilen bu

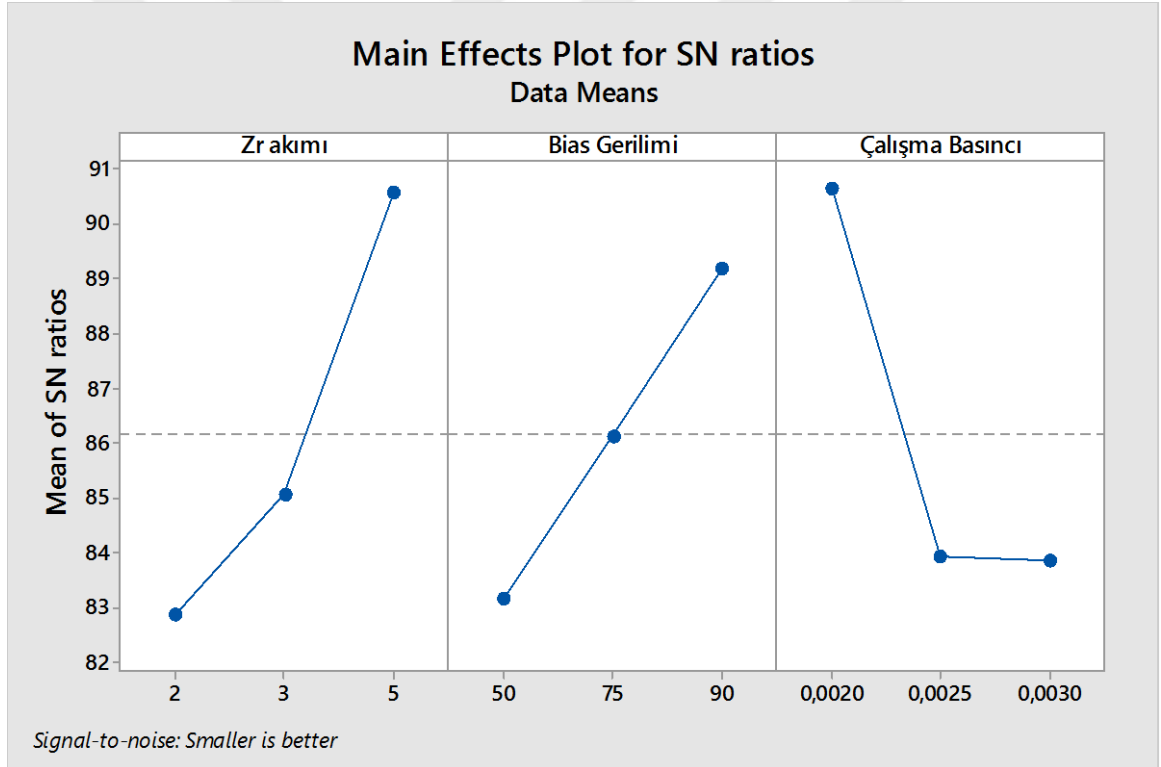
sonular incelendiėinde; artan Zr akımı ile birlikte srtnme katsayısı deėerlerinin artıř gsterdiėi belirlenmiřtir. Bu artıřın sebebi, artan Zr akımı ile birlikte kaplamaların yoėunluėunun artması, tane boyutunun azalması ve bu artıřla beraber kalıntı gerilmelerin artması řeklinde aıklanabilmektedir [97]. Tablo 15'deki sertlik sonuları incelendiėinde ise en dřk srtnme katsayı deėerine sahip olan R1 numunesinin sertlik deėerinin de bu numune grubunda en dřk deėere sahip olduėu grlmektedir. Yapılan birok alıřmada da srtnme katsayısının sertlikle lineer bir iliřki sergilediėi, sertliėin artmasıyla birlikte srtnme katsayısının da arttıėı rapor edilmiřtir. Elde edilen bu bulgunun pek ok birbiri zerinde kayan malzeme iftinin ařınma davranıřının karakteristiėi olduėuna vurgu yapılmıřtır. Aynı zamanda ařınma deneylerinde asıl ařınma mekanizmasının abrazyif ařınma olduėunu ve daha yksek sertliėe sahip numunelerin abrazyif ařınmaya diren gsterdikleri yorumu yapılmıřtır [109, 122].

ANOVA analizi sonucunda srtnme katsayı deėerlerine en etkili parametre olan bias gerilimi aısından sonular incelendiėinde, Zr akımı 2A deėerinde sabit tutulup bias gerilimi sırasıyla 50V, 75V ve 90V olarak artırıldıėı R1, R6 ve R8 numunelerinin srtnme katsayısı deėerleri incelendiėinde bias gerilimi arttıėa srtnme deėerlerinin de arttıėı grlmektedir. Elde edilen bu bulgu da literatrdeki alıřmalarla paralellik gstermektedir. Yapılan bir alıřma da Pfeiler ve alıřma arkadařları, deneyler sonucunda elde ettikleri srtnme katsayısı deėerlerindeki artıřın bias gerilimindeki artıřa baėlı olduėu yorumunu yapmıřlardır [123]. řekil 57, 62, 64'deki XRD pikleri de incelendiėinde R1 numunesinin piklerinin bu numune grubundaki diėer numunelere gre daha řiddetli ve keskin olduėu grlmektedir. Daha nce de bahsedildiėi zere bu kaplama yapısının daha byk taneli olduėunu belirtmektedir. Tablo 15'deki sertlik deėerleri de incelendiėinde, bias geriliminin artmasıyla sertlik deėerinin de arttıėı ve bu durumun srtnme katsayısını artırıcı bir etkide bulunduėu grlmektedir.

retilen TiAlZrN kaplamalara 60 mm/sn evresel hız ve 2N yk altında uygulanan ařınma deneylerinden elde edilen ařınma hızlarının optik profilometre yardımıyla llen ařınma miktarları denklem 5 kullanılarak hesaplanmıřtır. Elde edilen sonular Tablo 28'de verilmiřtir. En dřk ařınma hızı en yksek sertliėe sahip 5A Zr akımı, 90V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr alıřma basıncı parametrelerinde retilen R7 numunesinden $1,18 \times 10^{-5}$ mm³/Nm olarak elde edilmiřtir. Ařınma hızı en dřk olan R7 numunesi ile kaplama iřlemi uygulanmamıř taban malzemenin ařınma hızı kıyaslanlandıėında, R7 numunesinin

yaklaşık 4 kat daha iyi bir aşınma direncine sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca 2N yük altında yapılan deneylerden elde edilen aşınma hızları ile yapılan kıyaslama da ise her bir numunede yaklaşık 10 kat daha iyi aşınma hızları elde edilmiştir. Karşılaşılan bu sonuç ise yük değeri artırıldığında daha yüksek aşınma hızları elde edildiğini göstermektedir.

Oda sıcaklığında 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yük altında gerçekleştirilen aşınma deneylerinden elde edilen aşınma hızlarının S/N oranları Minitab programı ile daha düşük daha iyi kriterine göre hesaplanmıştır. Elde edilen S/N grafiği Şekil 107'de verilmektedir. Kullanılan parametrelerin her bir seviyesi için elde edilen S/N oranlarının ortalamaları Tablo 31'de verilmektedir. Aşınma hızlarına etki eden en önemli parametre Zr akımı olarak belirlenmiştir. Etkisi en az olan parametre ise bias gerilimi olarak belirlenmiştir.



Şekil 107. Kaplama parametrelerinin aşınma hızı değerlerine etkisi

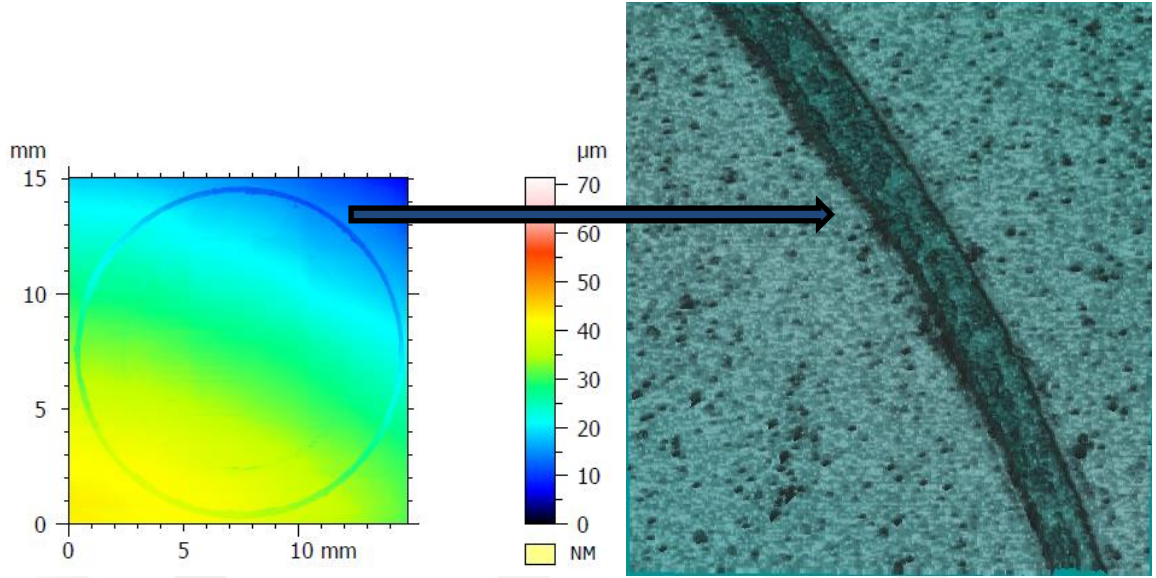
Tablo 31. Aşınma hızı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

Parametreler	Oda sıcaklığı sürtünme katsayısı			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye1	Seviye2	Seviye3		
Zr Akımı	82,85	85,05	90,55	7,70	1
Bias Gerilimi	83,15	86,11	89,18	6,03	3
Çalışma Basıncı	90,65	83,93	83,87	6,78	2

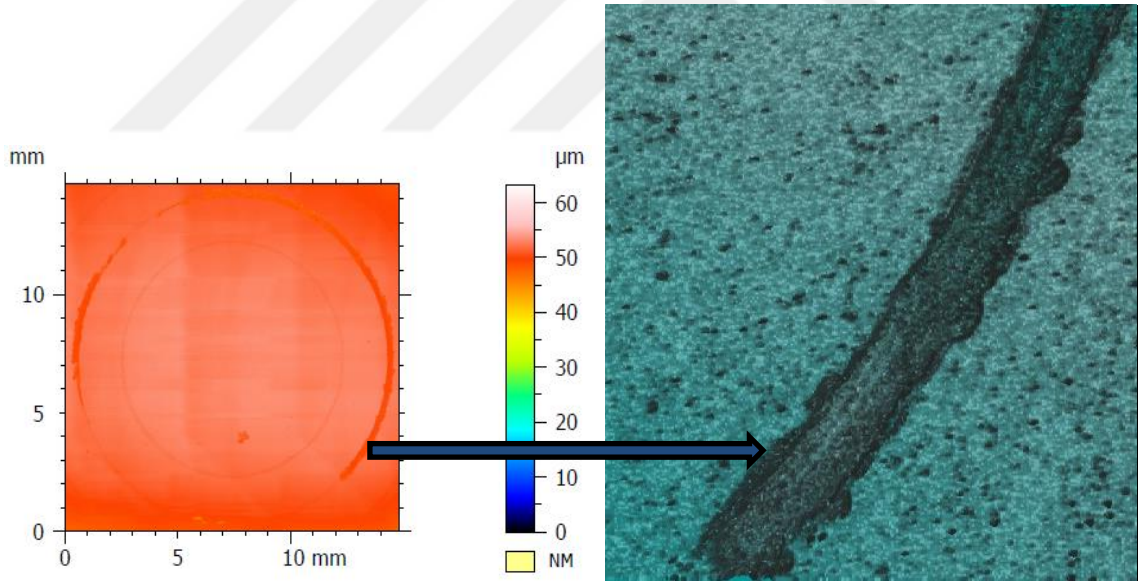
Yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 32’de verilmiştir. ANOVA analiz sonucuna göre en etkin parametre olarak belirlenen Zr akımının, aşınma hızlarına katkısı %33,7 olarak hesaplanmıştır. Çalışma basıncı ve bias geriliminin katkıları sırasıyla %32,6 ve %19,4 olarak belirlenmiştir.

Tablo 32. Aşınma hızı değerlerinin ANOVA tablosu

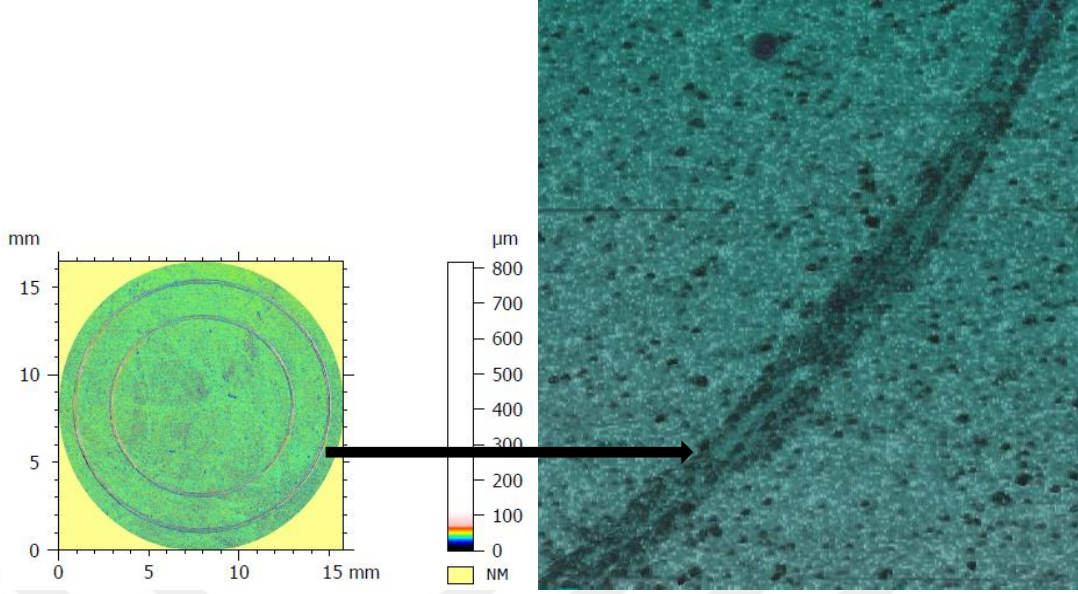
Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P değeri	Katkı Yüzdesi (%)
Zr Akımı	2	94,48	47,24	2,37	0,297	33,7
Bias Gerilimi	2	54,50	27,25	1,37	0,423	19,4
Çalışma Basıncı	2	91,26	45,63	2,29	0,304	32,6
Residual Error	2	39,87	19,94			
Toplam	8	280,11				



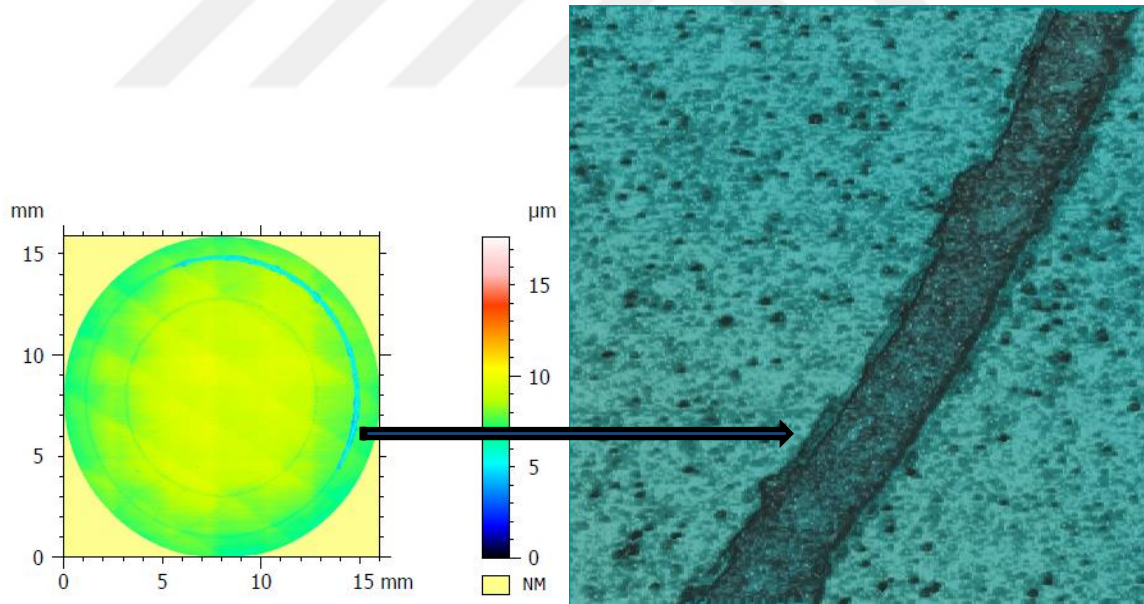
Şekil 108. R1 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri



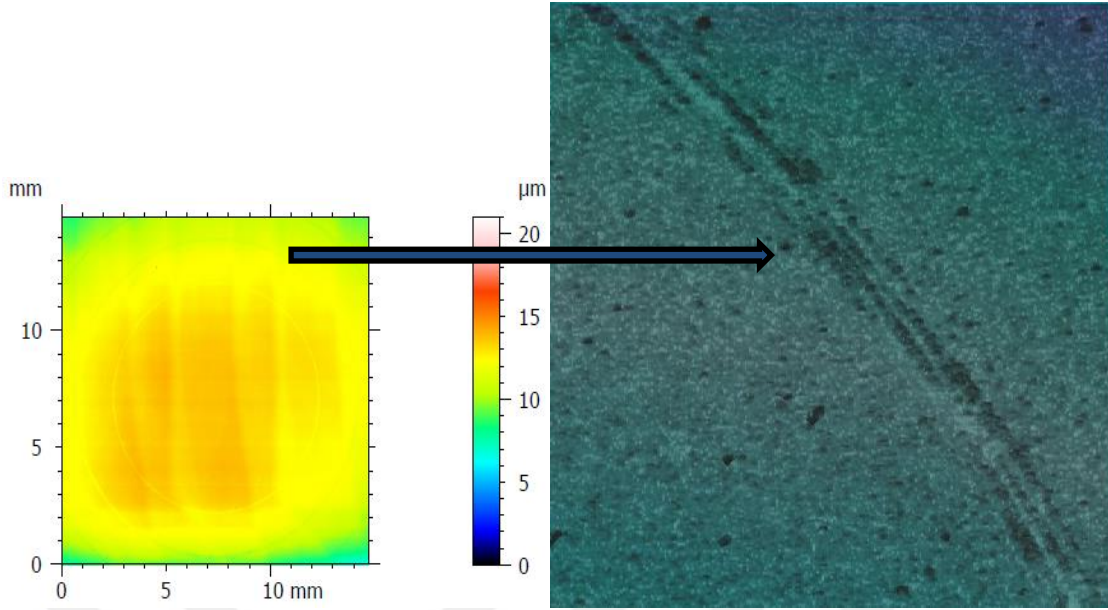
Şekil 109. R2 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri



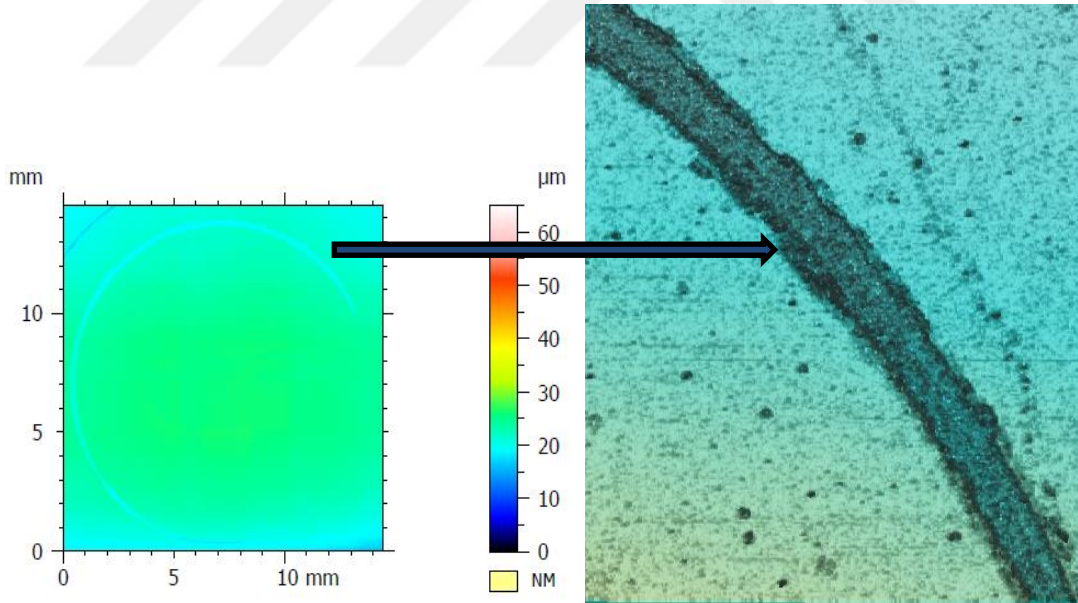
Şekil 110. R3 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri



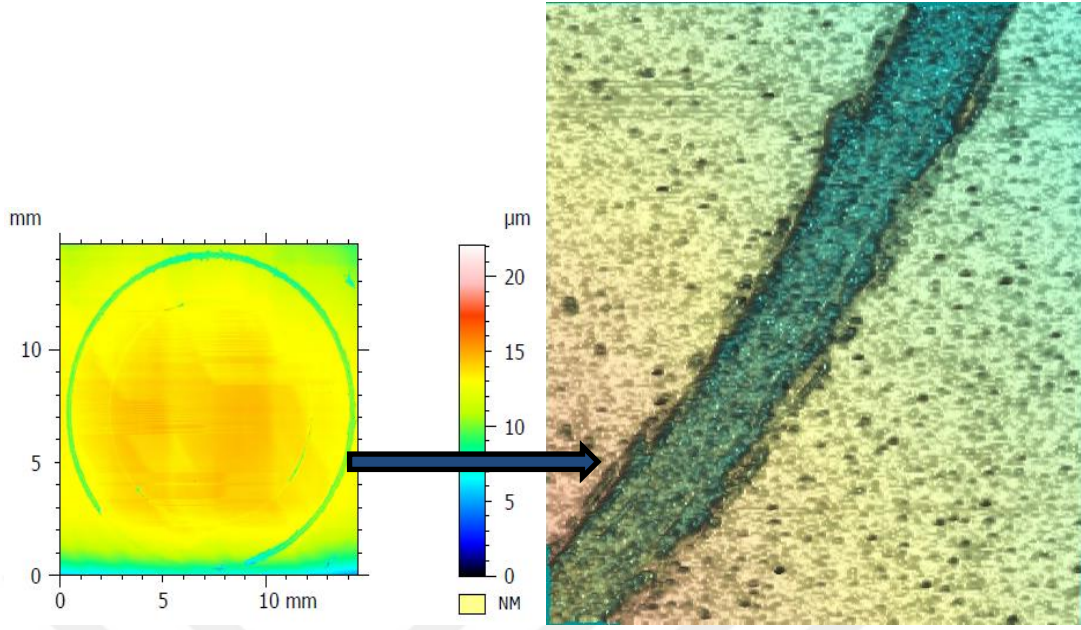
Şekil 111. R4 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri



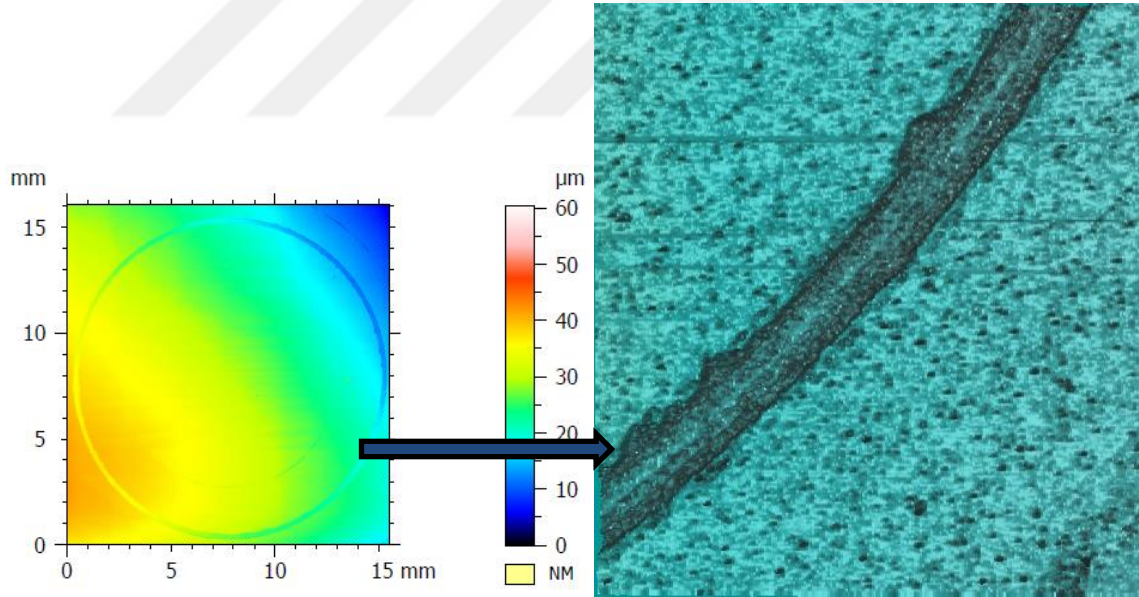
Şekil 112. R5 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri



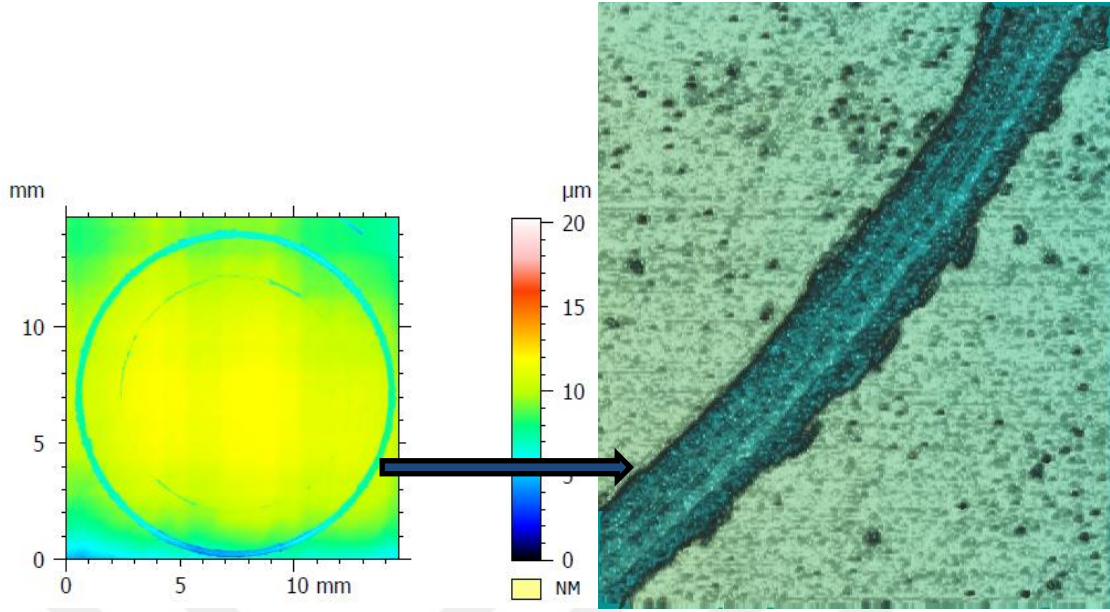
Şekil 113. R6 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri



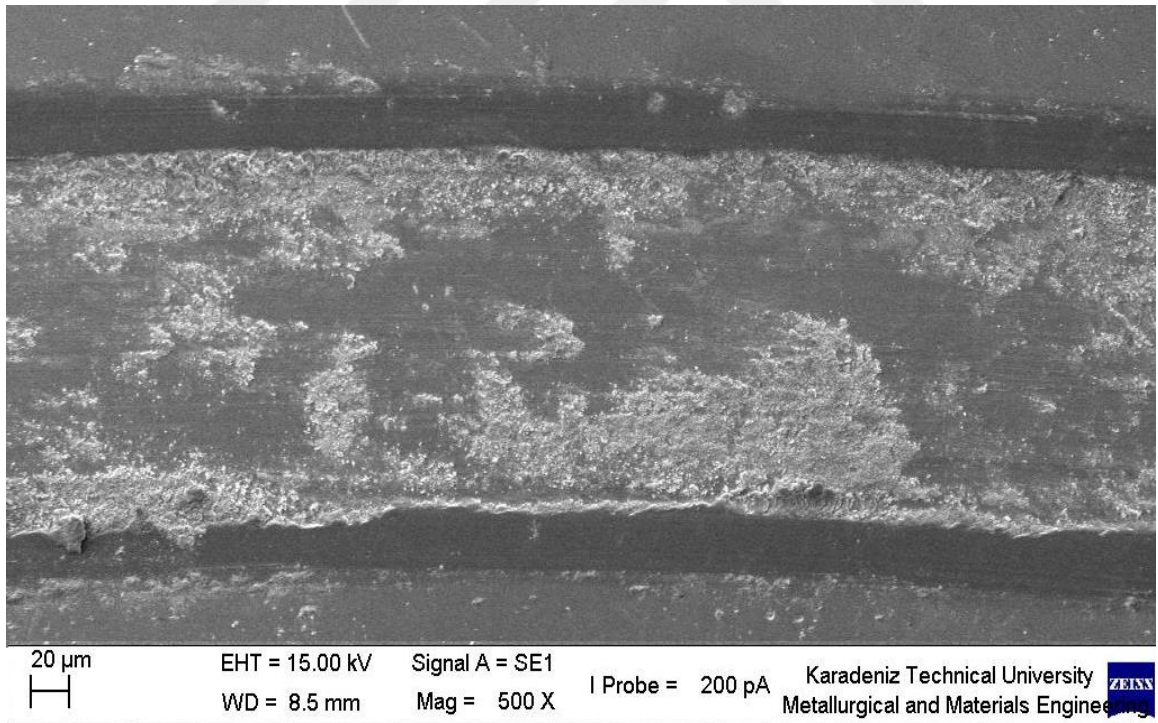
Şekil 114. R7 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri



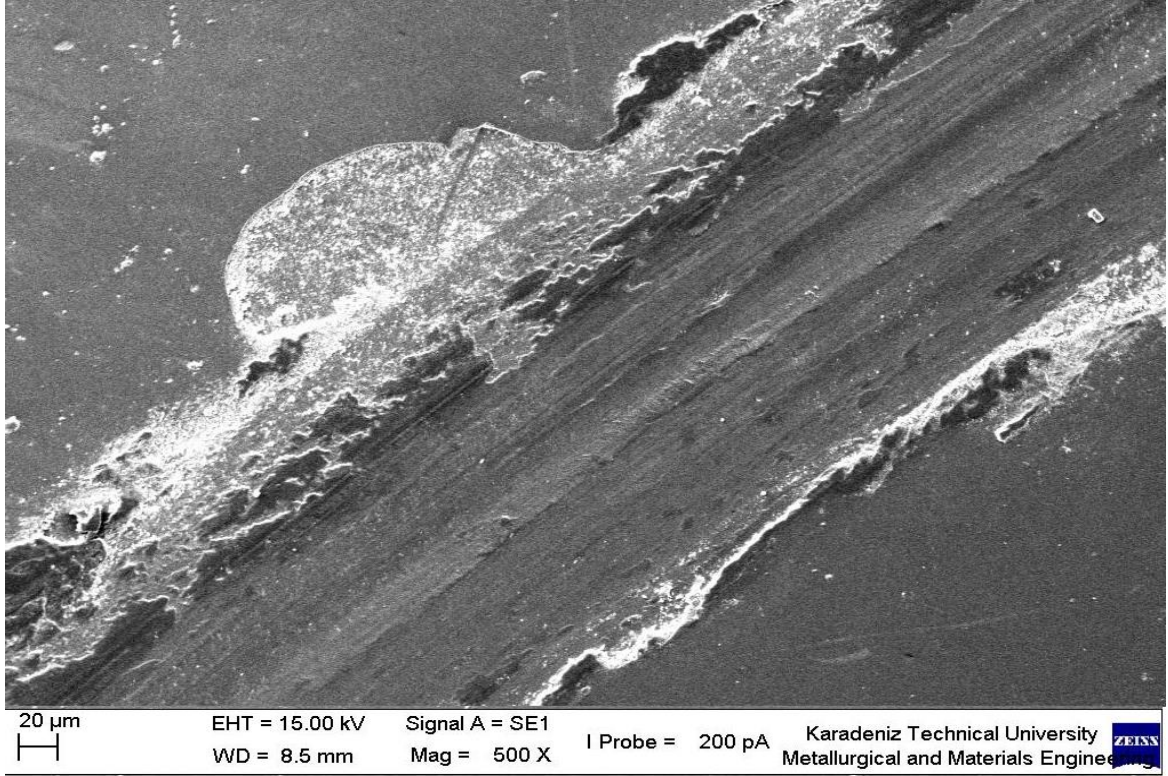
Şekil 115. R8 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri



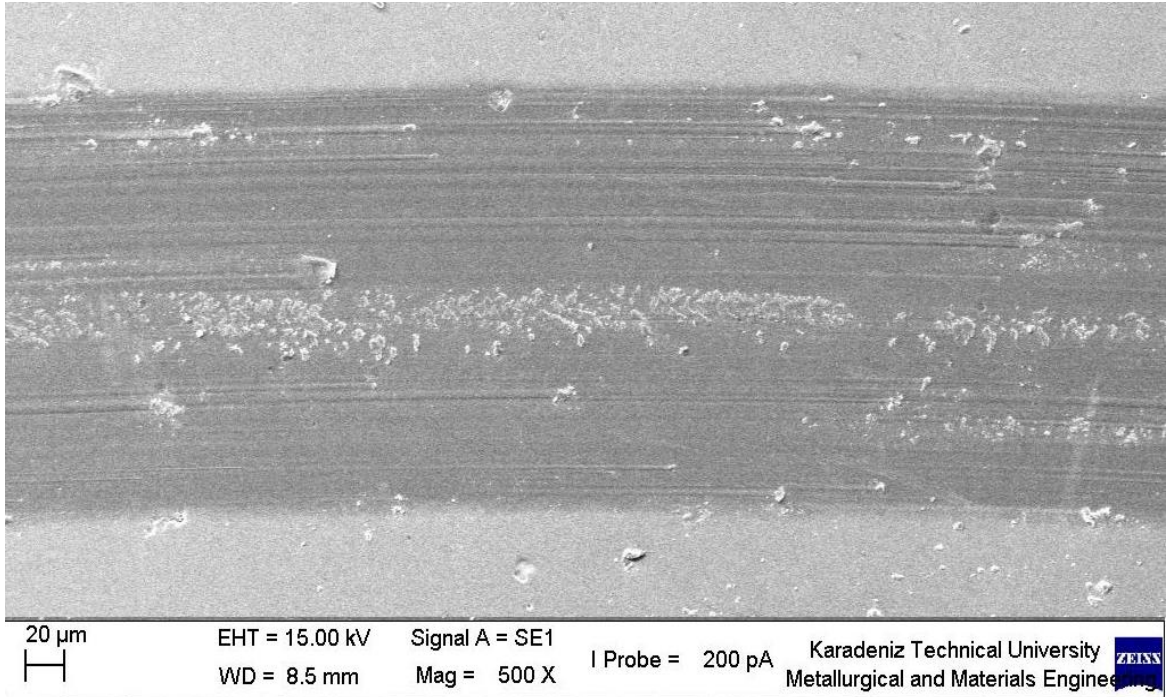
Şekil 116. R9 numunesinin 60 mm/sn'lik çevresel hızda ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeylerinin optik profilometre görüntüleri



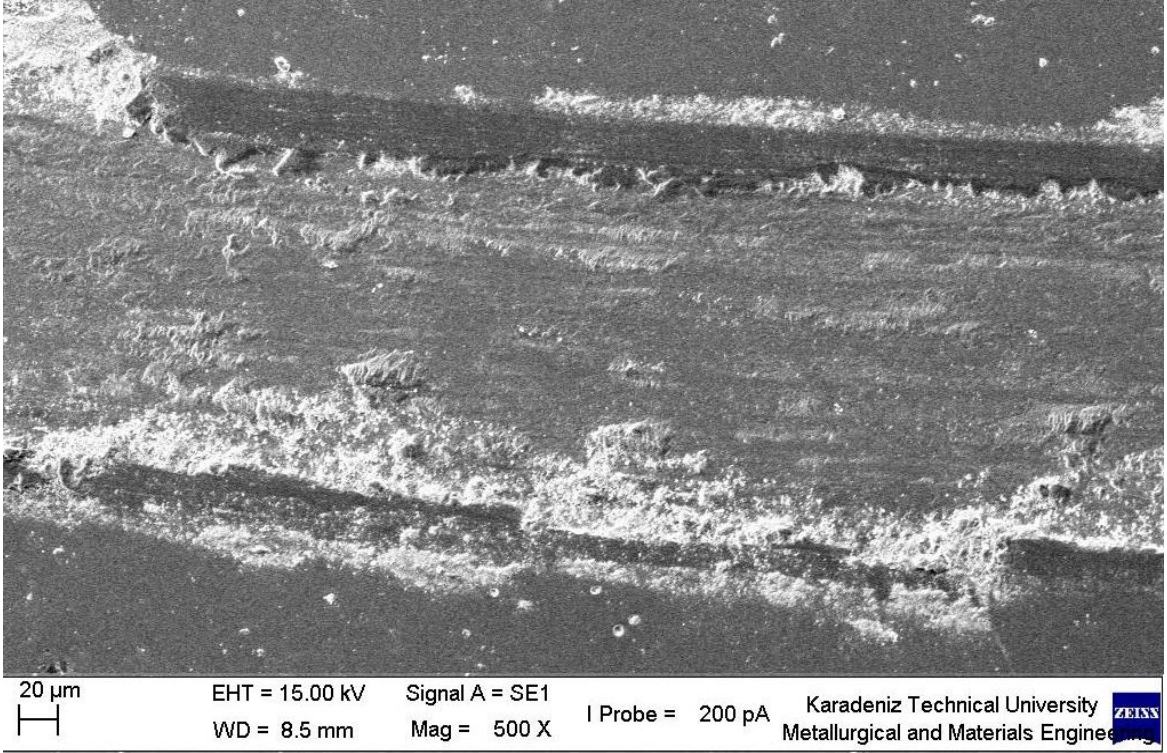
Şekil 117. R1 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



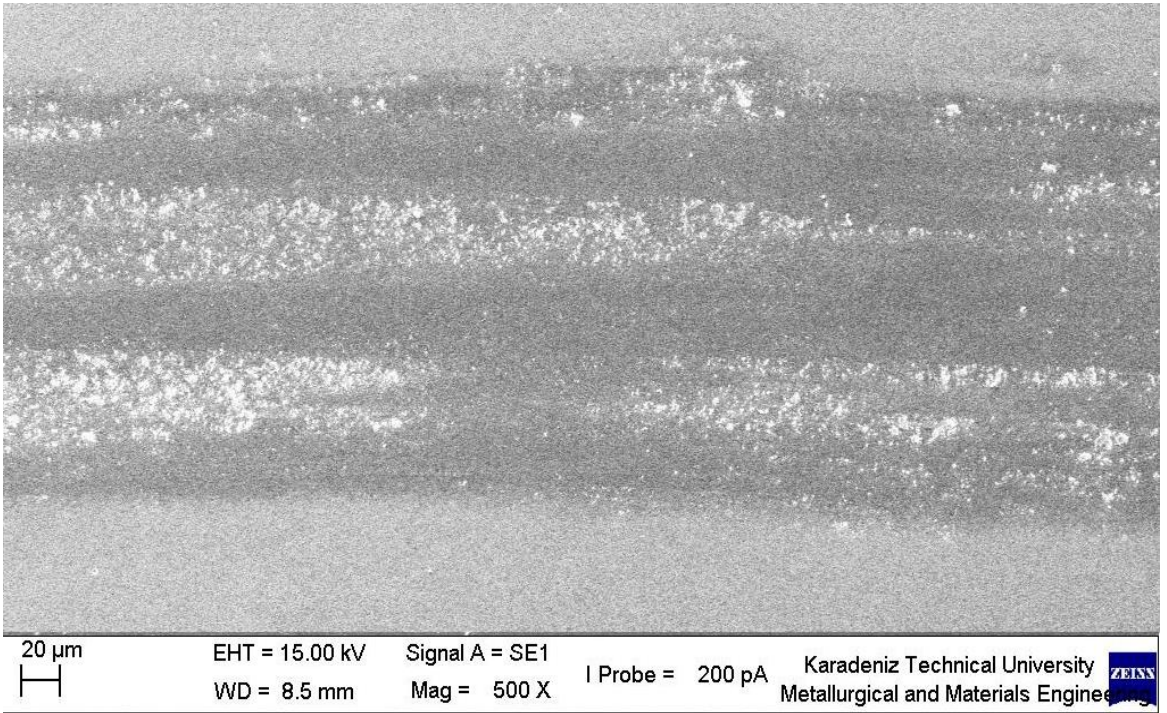
Şekil 118. R2 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



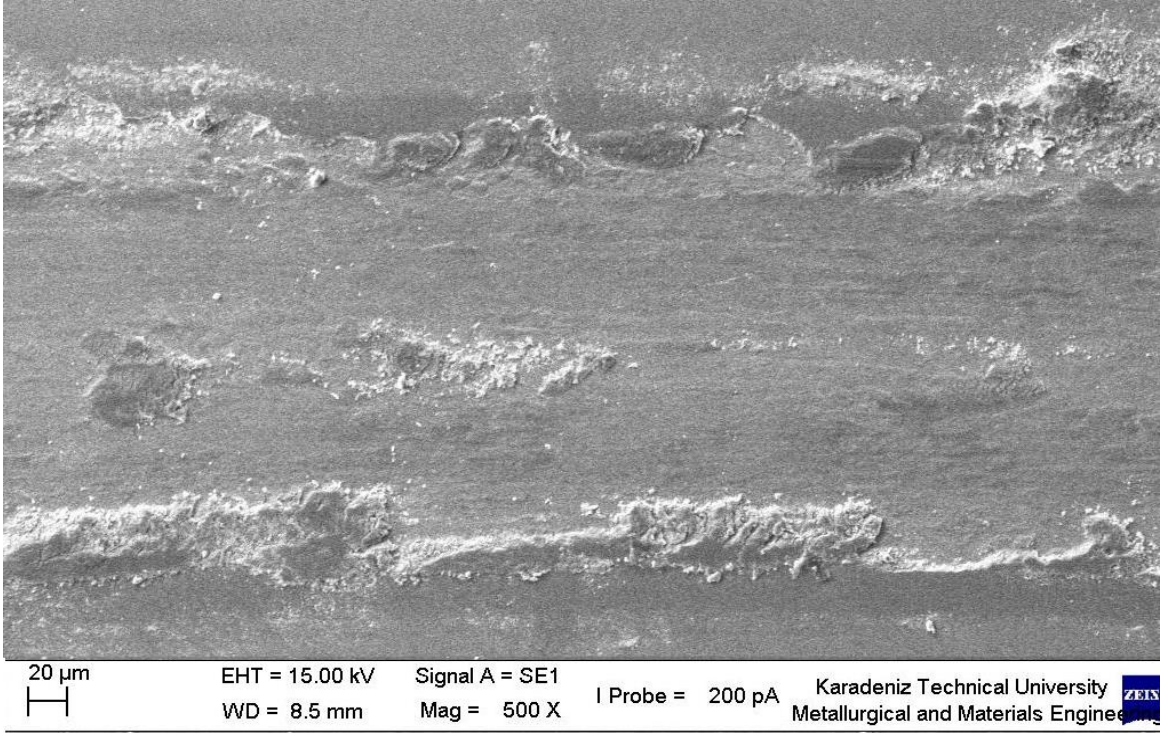
Şekil 119. R3 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



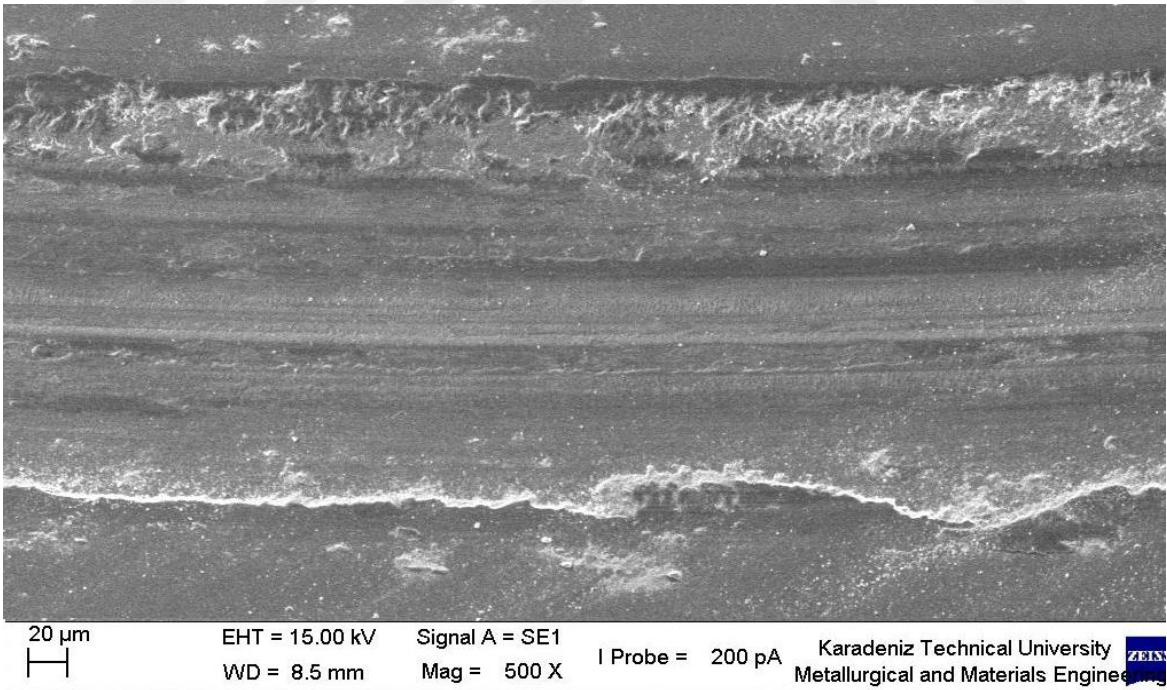
Şekil 120. R4 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



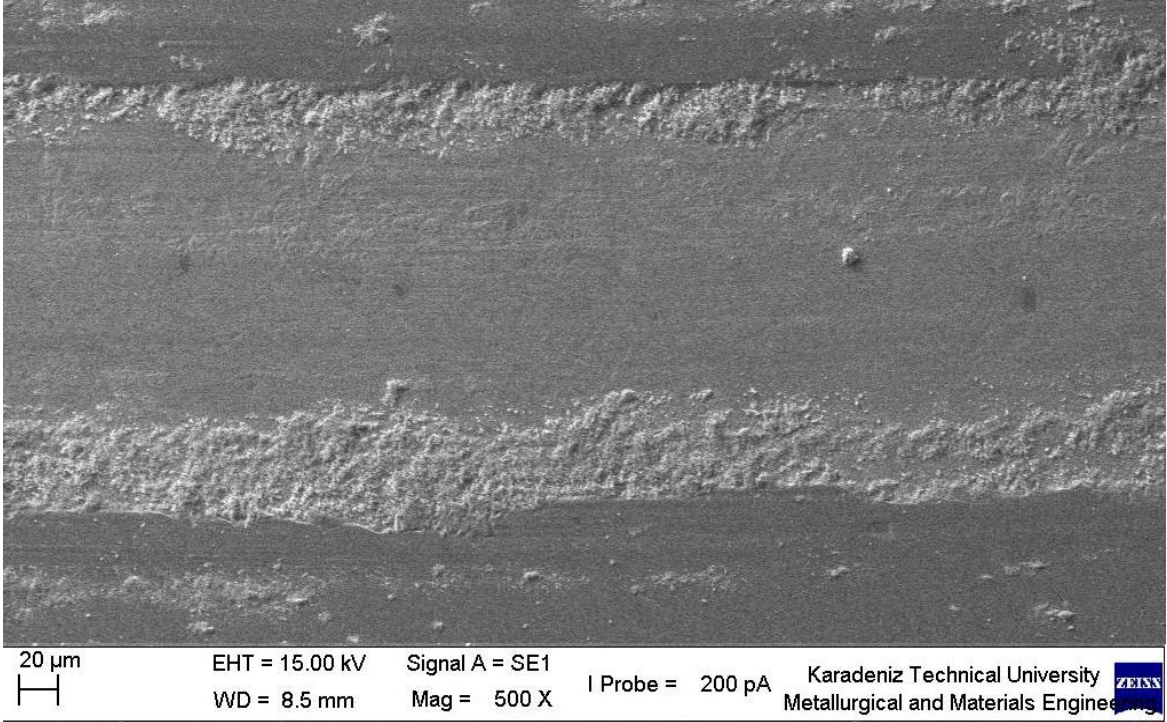
Şekil 121. R5 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



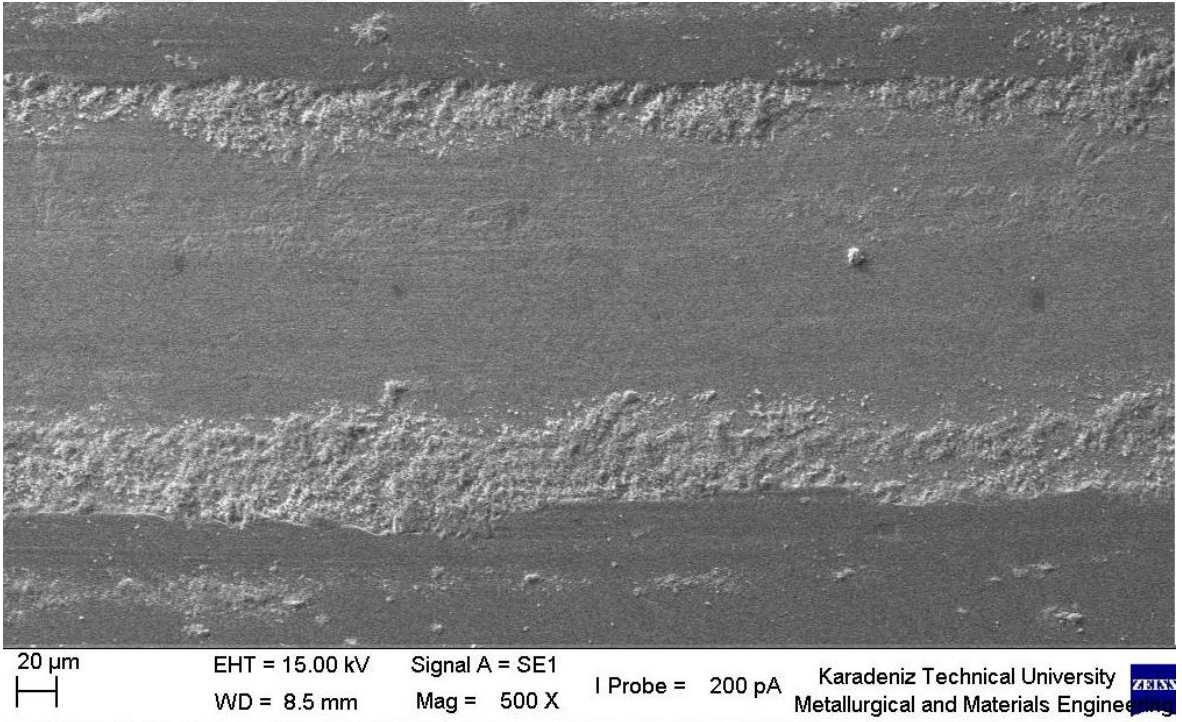
Şekil 122. R6 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



Şekil 123. R7 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



Şekil 124. R8 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



Şekil 125. R9 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada nitrülenmiş H13 sıcak iş takım çeliği yüzeyine TiAlZrN dereceli kompozit film DC kapalı alan dengesiz manyetik ortamda sıçratma tekniği kullanılarak kaplanmıştır. Ti ve Al hedef malzeme akımları, kaplama süresi, frekans ve görev zamanı gibi parametreler sabit tutulurken, Zr hedef akımı (2A, 3A, 5A), bias gerilimi (50V, 75V, 90V) ve çalışma basıncı (2×10^{-3} , $2,5 \times 10^{-3}$, 3×10^{-3} Torr) değişken parametreler olarak belirlenmiştir. Deneilerin tasarımında Taguchi yöntemi kullanılmıştır. Yapılan morfolojik, yapısal, mekanik ve tribolojik incelemeler sonucunda elde edilen bulguların irdelenmesinden aşağıdaki sonuçlar çıkartılmıştır.

1. Bias gerilimi kaplamanın yapısal yoğunluğuna etki eden en önemli parametredir. Bias gerilim değeri arttıkça kaplama daha yoğun bir yapıya bürünür.
2. TiAlZrN dereceli kaplamaların kalınlıklarının üzerine etki eden en önemli parametre bias gerilimidir. Kaplamaların kalınlıklarının üzerine en az etkili parametre ise çalışma basıncıdır.
3. Bias gerilimi -50 volt olan kaplamalarda fazlar, YMK TiAlN, h-AlN, YMK AlN, YMK TiN ve YMK TiZrN yapılarında büyür.
4. En yüksek mikrosertlik ve nanosertlik değerleri 5A Zr hedef akımı, -90V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir. En düşük mikrosertlik ve nanosertlik değerleri ise 2A Zr hedef akımı, -50V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir.
5. Mikrosertlik ve nanosertlik değerleri üzerine en etkin parametre bias gerilimidir. Etkisi en az olan parametre ise çalışma basıncıdır.
6. Kaplama tabakalarında en yüksek kritik yük değeri 5A Zr hedef akımı, -90V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı parametrelerinde elde edilir. En düşük kritik yük değeri ise 5A Zr hedef akımı, -50V bias gerilimi ve 3×10^{-3} Torr çalışma basıncı parametrelerinde elde edilir.
7. Kaplamaların adezyon dayanımları üzerine en etkin parametre bias gerilimidir. Etkisi en az olan parametre ise Zr hedef akımıdır.
8. Dereceli kompozit yapıda üretilen TiAlZrN kaplamaların sürtünme katsayıları oda sıcaklığında 0,7 – 1,0 arasında değişir.

9. Üretimi gerçekleştirilen dereceli kompozit TiAlZrN tabakasının 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte en düşük aşınma oranı 5A Zr hedef akımı, -90V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir. En yüksek aşınma oranı ise 2A Zr hedef akımı, -50V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir.
10. Üretimi gerçekleştirilen dereceli kompozit TiAlZrN tabakasının 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte en düşük aşınma oranı 5A Zr hedef akımı, -90V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir. En yüksek aşınma oranı ise 3A Zr hedef akımı, -50V bias gerilimi ve $2,5 \times 10^{-3}$ Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir.
11. Kaplamaların aşınma dayanımları, kaplamanın adezyon dayanımı ve sertlik değeri ile doğru orantılıdır. Uygulanan kaplama parametreleri içerisinde en yüksek aşınma direnci, sertlik ve adezyon dayanımının en yüksek olduğu 5A Zr hedef akımı, -90V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı koşullarında elde edilir.

5. ÖNERİLER

TiAlZrN esaslı kaplamalar üzerine gerçekleştirilen bu çalışmanın devam ettirilmesi durumunda aşağıda ifade edilen konularda daha ayrıntılı incelemelerin gerçekleştirilmesi uygun olacaktır;

- Kaplamaların oluşum mekanizmaları ve yapısal özelliklerinin daha iyi incelenebilmesi adına kaplama tabakaları transmisyon elektron mikroskobu kullanılarak incelenebilir.
- Kaplama tabakalarının sürtünme ve aşınma özellikleri farklı çalışma ortamları altında incelenebilir.
- Kaplamaların sürtünme ve aşınma özellikleri yüksek sıcaklıklarda ve sıfır altı sıcaklıklarda incelenebilir.
- Bu çalışmada sabit parametre olarak belirlenen Ti, Al hedef akımları, azot akışı, frekans, görev zamanı gibi parametrelerin değişken seçilmesiyle birlikte bu parametrelerin üretilen kaplamanın yapısal ve tribolojik özelliklerine etkisi incelenebilir.

6. REFERANSLAR

1. Stachowiak, G. ve Batchelor, A.W., Engineering tribology, Butterworth-Heinemann, 2013.
2. Stachowiak, G. ve Batchelor, A.W., Engineering tribology, Butterworth-Heinemann, Australia 2001.
3. Babalık, F.C., Makine Elemanları Ve Konstrüksiyon Örnekleri, Vipaş A.Ş., Cilt 2, Uludağ Üniversitesi, Bursa, 2000.
4. Ludema, K.C., Friction Wear Lubrication A Textbook in Tribology, Crc Press, Florida, 1996.
5. Özdemir, U. ve Erten M., Talaşlı İmalat Sırasında Kesici Takımda Meydana Gelen Hasar Mekanizmaları Ve Takım Hasarını Azaltma Yöntemleri, Havacılık Ve Uzay Teknolojileri Dergisi, 1, 1 (2003) 37- 50.
6. Smith, D.L., Thin Film Deposition – Principles & Practice, 119-215, McGraw-Hill Inc., New York, 1995.
7. Mattox, D., M., Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD), 398-495, 588-624, Noyes Publications, New Jersey, 1998.
8. Ohring, M., Materials Science of Thin Films – Deposition & Structure, 357-414, 495-556, 723-750, Academic Press, New Jersey, 2002.
9. Türküz, M., C., PVD Yöntemi ile Yapılan Zirkonyum Nitrür (ZrN) İnce Film Kaplamanın Kaplama Parametrelerinin İncelenmesi ve Optimizasyonu, Doktora Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2005.
10. Gündüz, O., Ark Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemiyle ZrN Kaplamaların Farklı Bias Voltajlarında Üretimi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2004.
11. Martin, P., M., Thin Film Nucleation, Growth, and Microstructural Evolution: An Atomic Scale View, C. 12, William Andrew Publishing, United States, 2010.
12. Lin, K., L., Hwang, M., Y., and Wu, C.-D., The Deposition and Wear Properties of Cathodic Arc Plasma Deposition TiAlN Deposits. Materials Chemistry and Physics, 46,1 (1996) 77-83.
13. Holleck, H., Material Selection for Hard Coatings. Journal of Vacuum Science & Technology A, 4,6 (1986) 2661-2669.
14. Pan, W., L., Yu, G., P., ve Huang, J., H., Mechanical Properties of İon-Plated TiN Films on AISI D2 Steel. Surface and Coatings Technology, 110,1 (1998) 111-119.

15. Avuncan, G., Talaş Kaldırma Ekonomisi ve Kesici Takımlar, Makine Takım Endüstrisi A.Ş., Gebze, 1998.
16. <http://www.titanit.com.tr/> TiN Kaplamalar. 14 Mart 2016
17. Tay, B., K., Shi, X., Yang H., S., Tan, H., S., Daniel Chua, S. ve Y., Teo, The Effect of Deposition Conditions on The Properties of TiN Thin Films Prepared by Filtered Cathodic Vacuum-Arc Technique, Surface and Coatings Technology, 111 (1999) 229-233.
18. Sert, H., PVD ile TiN Kaplanmış Alüminyum Ekstrüzyon Kalıplarının Yüzey Özellikleri ve Aşınma Performanslarının Deneysel İncelenmesi, Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 1997.
19. Wilson, S. ve Alpas, A., T., TiN Coating Wear Mechanisms in Dry Sliding Contact Against High Speed Steel. Surface and Coatings Technology, 108–109 (1998) 369-376.
20. Wilson, S. ve Alpas, A.T., Effect of Temperature and Sliding Velocity on TiN Coating Wear. Surface and Coatings Technology, 94–95 (1997) 53-59.
21. Zhitomirsky, V., N., Grimberg, I., Joseph, M., C., Boxman, R., L., Matthews, A. ve Weiss, B., Z., Vacuum Arc Deposition of Conductive Wear Resistant Coatings on Polymer Substrates, Surface and Coatings Technology, 120-121 (1999) 373-377.
22. Jianxin D., Jianhua L., Zeliang D. ve Ming N., Unlubricated Friction and Wear Behaviors of ZrN Coatings Against Hardened Steel, Materials & Design 29-9 (2008) 1828-1834.
23. Lopez, G. ve Staia, M., H., High Temperature Tribological Characterization of Zirconium Nitride Coatings, Surface and Coatings Technology, 200, 7 (2004) 2092-2099.
24. Dorcioman, G., Socol, G., Craciun , D., Argibay, N., Lambers, E., Hanna, M., Taylor, C., R. ve Craciun, V., Wear Tests of ZrC and ZrN Thin Films Grown by Pulsed Laser Deposition, Applied and Surface Science, 306 (2014) 33-36.
25. Lugscheider E., Knotek O., Barimani C., Leyendecker T., Lemmer O. ve Wenke R., PVD Hard Coated Reamers in Lubricant-Free Cutting, Surface and Coating Technology, 112, 1-3 (1999) 146-151.
26. Niu, E., W., Li, L., Lv, G., Chen, H., H., Li, X., Z., Yang, X., Z., ve Yang, S., Z., Characterization of Ti–Zr–N Films Deposited by Cathodic Vacuum Arc with Different Substrate Bias, Applied and Surface Science, 254, 13 (2008) 3909-3914.

27. Hsiao-Ming T., Po-Hsien W., Ge-Ping Y. ve Jia-Hong H., Microstructures, Mechanical Properties and Oxidation Behavior of Vacuum Annealed TiZrN Thin Films, Vacuum, 115 (2015) 12-18.
28. Uglov, V., V., Anishchika, V., M., Khodasevicha, V., V., Prikhodkoa, Zh., L., Zlotskia, S., V., Abadiasb, G. ve Dub S., N., Structural Characterization and Mechanical Properties of Ti–Zr–N Coatings, Deposited by Vacuum Arc, Surface and Coating Technology, 180-181 (2004) 519-525.
29. Cheng, Y., H., Browne, T., Heckerman, B. ve Meletis, E.I., Influence of The C Content on The Mechanical and Tribological Properties of The TiCN Coatings Deposited by LAFAD Technique, Surface and Coatings Technology, 205,16 (2011) 4024-4029.
30. Senna, L., F., Achete, C., A., Hirsch, T. ve Freire Jr, F., L., Structural, Chemical, Mechanical and Corrosion Resistance Characterization of TiCN Coatings Prepared by Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 94–95 (1997) 390-397.
31. Polcar, T., Novák, R. ve Široký, P., The Tribological Characteristics of TiCN Coating at Elevated Temperatures, Wear, 260,1-2 (2006) 40-49.
32. Ramadoss, R., Kumar, N., Pandian, R., Dash, S., Ravindran, T., R., Arivuoli, D. ve Tyagi, A., K., Tribological Properties and Deformation Mechanism of TiAlN Coating Sliding With Various Counterbodies, Tribology International, 66,0 (2013) 143-149.
33. Tönshoff, K., Performance of Oxygen-Rich TiAlN Coatings in Dry Cutting Applications, Surface and Coatings Technology, 108-109 (1998) 535-542.
34. Choi, I., S. ve Park, J., C., The Corrosion Behavior of TiAlN Coatings Prepared by PVD in A Hydrofluoric Gas Atmosphere, Surface and Coatings Technology, 131 (2000) 383-385.
35. Devia, D.M., Restrepo-Parra, E., Arango, P., J., Tschiptschin, A., P. ve Velez, J., M., TiAlN Coatings Deposited by Triode Magnetron Sputtering Varying The Bias Voltage. Applied Surface Science, 257,14 (2011) 6181-6185.
36. Ahlgren, M. ve Blomqvist, H., Influence of Bias Variation on Residual Stress and Texture in TiAlN PVD Coatings. Surface and Coatings Technology, 200,1–4 (2005) 157-160.
37. Kutschej, K., Mayrhofer, P., H., Kathrein, M., Polcik, P. ve Mitterer, C., A New Low-Friction Concept for $Ti_{1-x}Al_xN$ Based Coatings in High-Temperature Applications. Surface and Coatings Technology, 188–189 (2004) 358-363.

38. Tillmann, W., Sprute, T., Hoffmann, F., Chang, Y., Y. ve Tsai, C., Y., Influence of Bias Voltage on Residual Stresses and Tribological Properties of TiAlVN-Coatings at Elevated Temperatures. Surface and Coatings Technology, 231 (2013) 122-125.
39. Wang, C., Ou, S. ve Chiou S., Microstructures of TiN, TiAlN and TiAlVN Coatings on AISI M2 Steel Deposited by Magnetron Reactive Sputtering, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 24,8 (2014) 2559-2565.
40. Tillmann, W., Momeni, S. ve Hoffmann, F., A Study of Mechanical and Tribological Properties of Self-Lubricating TiAlVN Coatings at Elevated Temperatures. Tribology International, 66 (2013) 324-329.
41. Savaş, S., PVD Metodu ile TiN Kaplanmış S 652 Yüksek Hız Çeliğinin Aşınma Davranışlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2004.
42. Stachowiak, G., W., S. ve Batchelor, A., W., Engineering Tribology, Tribology Series, Elsevier, Amsterdam, 1993.
43. Bull, S. ve Berasetegui, E., G., An Overview of The potential of Quantitative Coating Adhesion Measurement by Scratch Testing, Tribology International, 39 (2006) 99-114.
44. Bunshah, R., F., High Rate Physical Vapor Deposition Processes, Materials Coating Techniques, 106 (1980) 21-26.
45. 1008. Tracton A., A., Coatings Technology Handbook Third Edition, Taylor and Francis Group, USA, 2006.
46. Rossnagel, M., S., Cuomo, J., J. ve Westwood, D., W., Handbook of Plasma Processing Technology - Fundamentals, Etching, Deposition, and Surface Interactions, New York, 1990.
47. Martin, P.M., Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings: Science, Applications and Technology, Elsevier, 2010.
48. Wasa, K., Kitabatake, M., ve Adachi H., Thin Film Materials Technology: Sputtering of Compound Materials, William Andrew, USA, 2004.
49. Holmberg, K. ve Matthews, A., Coatings tribology, Elsevier Tribology Series, 1994.
50. Ohring, M., The Materials Science of Thin Films, Academic Press, London, 1992.
51. Keleşoğlu. E., Sert Kaplamalar Üretim Teknikleri ve Özellikleri, İstanbul, 2011.

52. Bunshah, F., R., Handbook of Hard Coatings, Noyes Publications, William Andrew Publishing, New York, 2001.
53. Seshan, K., Handbook of Thin-Film Deposition Processes and Techniques, 2nd edition, Waltham, USA, 2002.
54. Kelly, P.,J. ve Arnell, R., D., Magnetron Sputtering: A Review of Recent Developments and Applications, Vacuum 56 (2000) 159-172.
55. Cansever, N., Manyetik Alanda Sıçratma Yönteminde Son Gelişmeler, Yıldız Teknik Üniversitesi, Mayıs, 2001.
56. Bunshah, R. F., PVD and CVD Coating, Surface Treatment and Coatings for Friction and Wear Control, Los Angeles, 840-849, 1990.
57. Musil, J. ve Vleek, J., A Perspective of Magnetron Sputtering in Surface Engineering, Surface & Coatings Technology, 112 (1999) 162-169.
58. Acosta, D. R., Martinez, A. ve Magana, C., R., Thin Solid Films, 490,2 (2005) 112-117.
59. Kelly, P., J., The Theory and Applications of Unbalanced Magnetron Sputtering, USA 1994.
60. Kelly, P. ve Arnell, R., Control of The Structure and Properties of Aluminum Oxide Coatings Deposited by Pulsed Magnetron Sputtering, Vacuum, Surfaces, and Films, 17 (1999) 945.
61. Pye, D., Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburising, ASM International, Materials Park, Ohio, 2003.
62. Ekinci, Ş. ve Akdemir, A., Nitrülenmiş AISI 4140 Çeliğine Uygulanan Yükün Aşınma Hızına Etkisi, Journal of Technical-Online, 2011, 38, 10, pp. 39-50.
63. Friebling, P., B., ve Somers, M., A., J., Growth Kinetics of The Compound Layer on Gaseous Nitriding of Iron: The Effect of The Surface Reaction, Mass and Charge Transport in Inorganic Devices: Fundamentals to Devices (Part B), Techna Srl, 2000.
64. Du, H., Somers, M., A., J. ve Agren, J., Metallurgical and Materials Transactions, Physical Metallurgy and Materials Science, 31 (2000) 195-211.
65. Clauss, A., R., Bischoff, E., Schacherl, R., E. ve Mittemeijer, E., J., Metallurgical and Materials Transactions Physical Metallurgy and Materials Science,40a (2009) 1923.
66. Bell, T., Gaseous and Plasma Nitrocarburizing, ASM International, Materials Park, Ohio, 1997.

67. Edenhofer, B., Physical and Metallurgical Aspect of Ionitriding, Heat Treatment of Metals, 2 (1974) 59-67.
68. Karaođlu, S., Az Alařımlı eliklerde Karbon Miktarının Plazma Nitrürasyonu Davranıřına Etkisi, 2004, DEÜ Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi, 6, 2, 47-52.
69. Davis, J., R., Surface Engineering for Corrosion and Wear Resistance, ASM International, USA, 2001.
70. Davis, J., R., Surface Hardening of Steels - Understanding the Basics, Davis & Associates, USA, 2002.
71. GENEL, K., İyon Nitrülenmiř AISI 4140 eliđinin Yorulma ve Korozyonlu Yorulma Davranıřı, Doktora Tezi, İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2000.
72. Karadeniz S., Plazma Teknigi, TMMOB, Ankara, 1990.
73. Demirkol M., İyon Nitrülemeyle Yüzey Sertleřtirme, 4. Ulusal Makine Tasarım ve İmalat kongresi, Eylül 1990, Ankara, 255-264.
74. Arslan O., Plazma Nitrüleme Isıl İřlemin Makine Paralarının İyapı ve Mukavemet Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli, 2001.
75. Taktak S. ve Akbulut H., Dry Wear and Friction Behaviour of Plasma Nitrided Ti₆Al₄V Alloy After Explosive Shock Treatment, Tribology International, 40,3 (2007) 423-432.
76. Sert, H. ve Karamıř, M., B., PVD ile TiN Kaplı ve Kaplamasız H13 eliđinin XRD ve XRS alıřmaları, 1997, Makina Tasarım Teorisi ve Modern İmalat Yöntemleri Konferansı, Gazi Üniversitesi, Ankara, 1-10.
77. Müller, K.B., Deposition of Hard Films on Hot-Working Steel Dies for Aluminium, Journal of Materials Processing Technology, 130-131 (2002) 432-437.
78. Björk, T., Westergård, R. ve Hogmark, S., Wear of Surface Treated Dies for Aluminium Extrusion-A Case Study, Wear, 249 (2001) 316-323.
79. Klimek, K.S., Duplex Process Applied for Die-Casting and Forging Tools, Surface and Coatings Technology, 174-175 (2003) 677-680.
80. Batista J., C., A., Joseph, M., J., Godoy, C. ve Matthews A., Micro- Abrasion Wear Testing of PVD TiN Coatings on Untreated and Plasma Nitrided AISI H13 Steel, Wear, 249 (2002) 971-979.

81. Fox-Rabinovich, G., S., Yamomoto, K., Veldhuis, S., C., Kovalev, A., I. ve Dosbaeva, G., K., Tribological Adaptability of TiAlCrN PVD Coatings Under High Performance Dry Machining Conditions. Surface and Coatings Technology, 200,5-6 (2005) 1804-1813.
82. Rodriguez-Baracaldo, R., Benito, J., A., Puchi-Cabrera, E., S. ve Staia, M.,H., High Temperature Wear Resistance of (TiAl)N PVD Coating on Untreated and Gas Nitrided AISI H13 Steel with Different Heat Treatments, Wear, 262, 3-4 (2007) 380-389.
83. Kim, G., Kim, B., Lee, S. ve Hahn, J., Structure and Mechanical Properties of Cr-Zr-N Films Synthesized by Closed Field Unbalanced Magnetron Sputtering with Vertical Magnetron Sources. Surface and Coatings Technology, 200,5-6 (2005) 1669-1675.
84. Sánchez, J., E., Sánchez, O., M., Ipaz, L., Aperador, W., Caicedo, J.C., Amaya, C., Landaverde, M., A., H., Beltran, F., E., Muñoz-Saldaña, J. ve Zambrano, G., Mechanical, Tribological, and Electrochemical Behavior of Cr_{1-x}Al_xN Coatings Deposited by R.F. Reactive Magnetron Co-Sputtering Method, Applied Surface Science, 256,8 (2010) 2380-2387.
85. Sarıkaya, Ö., Nitrürleme ve Nitrokarbürleme, Yüzey İşlem ve Kuşlama Dergisi, 3, 13 (2010) 36-38.
86. Raghavan, V., Physical Metallurgy Principles and Practice, New Delhi Ltd., New Delhi, 2006.
87. Musil, J., Poláková, H., Šuna, J. ve Vlček, J., Effect of İon Bombardment on Properties of Hard Reactively Sputtered Ti(Fe)N_x Films, Surface and Coatings Technology, 177-178,0 (2004) 289-298.
88. Gural, G., Gaz altı Kaynağında Proses Parametrelerinin Optimizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 2003.
89. Taylan D., Taguchi Deney Tasarımı Uygulaması” Süleyman Demirel Üniversitesi, 2009.
90. Zhang K., Wen M., Meng Q.,N., Hu C.,Q., Li X., Liu C. ve Zheng W., T., Effects of Substrate Bias Voltage on The Microstructure, Mechanical Properties and Tribological Behavior of Reactive Sputtered Niobium Carbide Films, Surface & Coatings Technology 212 (2012) 185-191.
91. Dua H., Ji X., H., Z., Wuc Y., Wana W. ve Wangaa L., Applied Surface Science, 2013.

92. Lv Y., Ji L., Liu X., Li H., Zhou H. ve Chen J., The Structure and Properties of CrAlN Films Deposited by Mid-Frequency Unbalanced Magnetron Sputtering at Different Substrate Bias Duty Cycles, Surface & Coatings Technology 206 (2012) 3961–3969.
93. Hörling, A., Hultman, L., Odén, M., Sjöln, J. ve Karlsson, L., Mechanical Properties and Machining Performance of $Ti_{1-x}Al_xN$ -Coated Cutting Tools, Surface and Coatings Technology, 191,2–3 (2005) 384-392.
94. Pan, W., L., Yu, G., P. ve Huang, J., H., Mechanical Properties of Ion-Plated TiN Films on AISI D2 Steel, Surface and Coatings Technology, 110, 1-2 (1998) 111-119.
95. Gautier, C. ve Machet, J., Study of The Growth Mechanisms of Chromium Nitride Films Deposited by Vacuum Arc Evaporation, Thin Solid Films, 295,1–2 (1997) 43-52.
96. Yu, C., Y., Tian, L., H., Wei, Y., H., Wang, S., B., Li, T., B. ve Xu, B., S., The Effect of Substrate Bias Voltages on Impact Resistance of CrAlN Coatings Deposited by Modified Ion Beam Enhanced Magnetron Sputtering. Applied Surface Science, 255,7 (2009) 4033-4038.
97. Wang, X., Wang, L., S., Qi, Z., B., Yue, G., H., Chen, Y., Z., Wang, Z., C. ve Peng, D., L., Investigation on The Structure and Properties of $Al_xCr_{1-x}N$ Coatings Deposited by Reactive Magnetron Co-Sputtering, Journal of Alloys and Compounds, 502,1 (2010) 243-249.
98. Kara, L., Yüzeyi İnce Film Kaplanmış 100Cr6 Çeliğinin Çeşitli Ortamlarda Sürtünme ve Aşınma Davranışlarının İncelenmesi Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, 2009.
99. Raoufi, M., Mirdamadi, S., Mahboubi, F., Ahangarani, S., Mahdipoor, M., S. ve Elmkhah, H., Correlation Between The Surface Characteristics and The Duty Cycle for The PACVD-Derived TiN Nanostructured Films, Surface and Coatings Technology, 205,21–22 (2011) 4980-4984.
100. www.semicore.com/reference/sputtering-yields-reference. 16 Mayıs 2016.
101. Gangopadhyay, S., Acharya, R., Chattopadhyay, A., K. ve Paul, S., Effect of Substrate Bias Voltage on Structural and Mechanical Properties of Pulsed DC Magnetron Sputtered $TiN-MoS_x$ Composite Coatings, Vacuum, 84,6 (2010) 843-850.
102. Kong, Q., Ji, L., Li, H., Liu, X., Wang, Y., Chen, J. ve Zhou, H., Influence of Substrate Bias Voltage on The Microstructure and Residual Stress of CrN Films Deposited by Medium Frequency Magnetron Sputtering, Materials Science and Engineering, 176,11 (2011) 850-854.

103. Glatz, S.,A., Hollerweger, R., Polcik, P., Rachbauer, R., Paulitsch, J. ve Mayrhofer, P.,H., Thermal Stability and Mechanical Properties of Arc Evaporated Ti–Al–Zr–N Hard Coatings, Surface & Coatings Technology , 266 (2015) 1–9.
104. Donohue, L.,A., Cawley, J., Brooks, J.,S. ve Münz W.,D., Deposition and Characterization of TiAlZrN Films Produced by A Combined Steered Arc and Unbalanced Magnetron Sputtering Technique, Surface & Coatings Technology, 74-75, 1 (1995) 123-134.
105. Zeng, X.T., TiN/NbN Superlattice Hard Coatings Deposited by Unbalanced Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 113,1–2 (1999) 75-79.
106. Voevodin, A.A., Capano, M., A., Laube, S., J., P., Donley, M., S. ve Zabinski, J., S., Design of A Ti/TiC/DLC Functionally Gradient Coating Based on Studies of Structural Transitions in Ti–C Thin Films, Thin Solid Films, 298,1–2 (1997) 107-115.
107. Arnell, R.D., Kelly, P., J. ve Bradley, J., W., Recent Developments in Pulsed Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 188-189 (2004) 158-163.
108. Zhang, S., Wang, N., Li, D.,J., Dong, L., Gu, H.,Q., Wan, R.,X. ve Sun, X., The Synthesis of Zr–Nb–N Nanocomposite Coating Prepared by Multi-Target Magnetron Co-Sputtering. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms (2013).
109. Chaleix, L. ve Machet, J., Study of The Composition and of The Mechanical Properties of Ti-B-N Films Obtained by DC Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 91, 1-2 (1997), 74-82.
110. Wiedemann, R., Weihnacht, V. ve Oettel, H., Structure and Mechanical Properties of Amorphous Ti-B-N Coatings, Surface and Coatings Technology, 116-119, (1999) 302-309.
111. Lopez-Cartes, C., Martinez-Martinez, D., Sanchez-Lopez, J.C., Fernandez, A., Garcia Luis, A., Brizuela, M. ve Onate, J., I., Characterization of Nanostructured Ti B-(N) Coatings Produced by Direct Current Magnetron Sputtering, Thin Solid Films, 515, 7-8 (2007) 3590-3596.
112. Pujante Ji, Vilaseca M., Casellas D. ve Riera M. D., High Temperature Scratch Testing of Hard PVD Coatings Deposited on Surface Treated Tool Steel, Surface & Coatings Technology, 254 (2014) 352-357.
113. Kusaka, K., Taniguchi, D., Hanabusa, T. ve Tominaga, K., Effect of Sputtering Gas Pressure and Nitrogen Concentration on Crystal Orientation and Residual Stress in Sputtered AlN films, Vacuum, 66,3–4 (2002) 441-446.

114. Ohring, M., *Materials Science of Thin Films–Deposition & Structure*, 357-414, 495-556, 723-750, Academic Press, San Diego, 2002.
115. Senna, L.F., Achete, C.A., Hirsch, T. ve Freire Jr, F., L., *Structural, Chemical, Mechanical and Corrosion Resistance Characterization of TiCN Coatings Prepared by Magnetron Sputtering*, Surface and Coatings Technology, 94–95 (1997) 390-397.
116. Lin, J., Moore, J., J., Mishra, B., Pinkas, M., Sproul, W., D. ve Rees, J., A., *Effect of Asynchronous Pulsing Parameters on The Structure and Properties of CrAlN Films Deposited by Pulsed Closed Field Unbalanced Magnetron Sputtering (P-CFUBMS)*, Surface and Coatings Technology, 202,8 (2008) 1418-1436.
117. Sellers, J., *Asymmetric bipolar pulsed DC: The Enabling Technology for Reactive PVD*, Surface Coating Technology, 98 (1998) 1245.
118. Yetim, A, F, *Biyomalzeme Olarak Kullanılan AISI 316L Paslanmaz Çelik ve Ti₆Al₄V Alaşımlarının Plazma ile Nitrürleme Davranışı, Ti-DLC İnce Film Kaplama ile Karşılaştırılması*, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum, 2009.
119. Singh, K., Krishnamurthy, N. ve Suri, A., K., *Adhesion and Wear Studies of Magnetron Sputtered NbN Films*, Tribology International, 50,0 (2012) 16-25.
120. Bendeş O., *Reaktif DC Magnetron Sıçratma Tekniği ile Elde Edilen Kaplamaların Motor Parçalarının Aşınma Performansına Etkisi*, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, 2010.
121. Sanchez, J., E., Sanchez, O., M., Ipaz, L., Aperador, W., Caicedo, J.C., Amaya, C., Landaverde, M., A., H., Beltran, F., E., Munoz-Saldana, J. ve Zambrano, G., *Mechanical, Tribological, and Electrochemical Behavior of Cr_(1-x)Al_(x)N Coatings Deposited by R.F. Reactive Magnetron Co-Sputtering Method*, Applied Surface Science, 256,8 (2010) 2380-2387.
122. Chu, K., Shum, P., W. ve Shen, Y., G., *Substrate Bias Effects on Mechanical and Tribological Properties of Substitutional Solid Solution (Ti,Al)N Films Prepared by Reactive Magnetron Sputtering*, Materials Science and Engineering, 131, 1-3 (2006) 62-71.
123. Pfeiler, M., Kutschej, K., Penoy, M., Michotte, C., Mitterer, C. ve Kathrein, M., *The Influence of Bias Voltage on Structure and Mechanical/Tribological Properties of Arc Evaporated Ti–Al–V–N Coatings*, Surface and Coatings Technology, 202,4–7 (2007) 1050-1054.

ÖZGEÇMİŞ

Yaşar SERT 1989 yılında Mersin'in Toroslar ilçesinde doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Mersin'de tamamladı. 2008-2009 öğretim döneminde Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümünü kazandı. 2013 yılında bu bölümden makine mühendisi ünvanı ile mezun oldu. Aynı yıl KTÜ Fen Bilimleri Makine Mühendisliği Anabilim Dalında yüksek lisans öğrenimine başladı.

