

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**SERTLEŞTİRİLMİŞ H13 ÇELİĞİ YÜZEYİNE KAPLANAN TiAlZrN  
KAPLAMANIN TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Mak. Müh. Emre USTA**

**AĞUSTOS 2016  
TRABZON**



**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce**

**Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : / /**

**Tezin Savunma Tarihi : / /**

**Tez Danışmanı :**

**Trabzon**

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Makina Mühendisliği Anabilim Dalında  
Emre USTA tarafından hazırlanan**

**SERTLEŞTİRİLMİŞ H13 ÇELİĞİ YÜZEYİNE KAPLANAN TiAlZrN KAPLAMANIN  
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİN İNCELENMESİ**

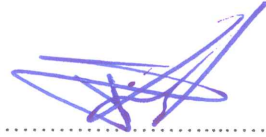
başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 09 / 08 / 2016 gün ve 1664 sayılı  
kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda  
**YÜKSEK LİSANS TEZİ**  
olarak kabul edilmiştir.

**Jüri Üyeleri**

**Başkan : Doç. Dr. Tevfik KÜÇÜKÖMEROĞLU**

**Üye : Doç. Dr. Murat AYDIN**

**Üye : Yrd. Doç. Dr. Özlem BARAN**



**Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ**

**Enstitü Müdürü**

## ÖNSÖZ

Malzemelerin yüzey özelliklerini geliştirmek amacıyla yapılan işlemler, hem onlara yeni mühendislik özellikler kazandırmakta, hem de malzeme israfını önleyerek ülke ekonomisine katkıda bulunmaktadır. Yüzey işlem teknolojileri özellikle 90'lı yıllardan sonra önem kazanmış olup, hem klasik hem de modern teknolojilere dayanan yüzey işlemleri yaygın bir şekilde kullanılmaya başlanmıştır.

Bu çalışmada, alüminyum alaşımlarının imalatında kullanılan ekstrüzyon kalıplarının aşınma sorunlarına çözüm bulabilmek amaçlanmıştır. Alüminyum ürünlerini üretmek için kullanılan en yaygın yöntem ekstrüzyon yöntemidir. Sanayide ekstrüzyon işlemlerinde karşılaşılan sorunlar incelendiğinde, başlıca sorunun kalıp aşınması olduğu görülmektedir. Bu sorunun çözümüne yönelik, kalıp olarak kullanılan malzeme yüzeyine ısıl işlemler, sert ince film tabaka kaplama işlemleri uygulanmaktadır. Bu konuda yapılan literatür araştırmalarının neticesinde kalıpların kullanım ömürlerini artırmak amacıyla darbeli DC kapalı alan dengesiz manyetik ortamda sıçratma yöntemiyle çelik malzeme yüzeyine kaplama işlemi uygulanması ve farklı parametreler kullanılarak bu kaplamanın geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda geliştirilen kaplama malzemesinin yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri incelenmiştir.

Yüksek lisans tez çalışmam boyunca, her aşamasına kadar ilgisi ve tecrübesiyle katkıda bulunan 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 ve Yrd. Doç. Dr. Hikmet ÇİÇEK'e, 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.

Tüm hayatım boyunca bugüne kadar bana verdikleri desteklerden dolayı sevgili aileme teşekkür ederim.

Emre USTA  
Trabzon 2016



## TEZ ETİK BEYANNAMESİ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduđum “ SERTLEŐTİRİLMİŐ H13 ÇELİĐİ YÜZEYİNE KAPLANAN TiAlZrN KAPLAMANIN TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ” başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Doç. Dr. Tevfik Küçükömerođlu’nun sorumluluđunda tamamladıđımı, verileri/örnekleri kendim topladıđımı, deneyleri/analizleri ilgili laboratuvarlarda yaptıđımı/yaptırdıđımı, başka kaynaklardan aldıđım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiđimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandıđımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiđimi beyan ederim. 26/08/2016

Emre USTA

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ.....	III
TEZ ETİK BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER.....	V
ÖZET .....	VIII
SUMMARY .....	IX
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	X
TABLolar DİZİNİ.....	XIV
SEMBOLLER DİZİNİ .....	XVI
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş .....	1
1.2. Endüstriyel Amaçlı Sert Kaplamalar .....	2
1.2.1. TiN Kaplamalar .....	3
1.2.2. ZrN Kaplamalar .....	4
1.2.3. TiZrN Kaplamalar .....	5
1.2.4. TiCN Kaplamalar .....	5
1.2.5. TiAlN Kaplamalar .....	6
1.2.6. TiAlCrN Kaplamalar .....	7
1.3. İnce Film Kaplamaların Büyüme Mekanizmaları .....	8
1.4. Kaplamanın Üretiminde Kullanılan Yöntemler .....	12
1.4.1. Buhar Fazından Kaplama Teknikleri.....	12
1.4.1.1. Fiziksel Buhar Kaplama .....	13
1.4.1.1.1. Buharlaştırma (Evaporation) .....	15
1.4.1.1.2. Sıçratma (Sputtering).....	16
1.4.1.1.2.1. Doğru Akım Diyot Sıçratma .....	18

1.4.1.1.2.2.	Radyo Frekans Sıçratma.....	18
1.4.1.1.2.3.	Doğru Akım Triyot Sıçratma.....	19
1.4.1.1.2.4.	Reaktif Sıçratma .....	19
1.4.1.1.2.5.	Manyetik Alanda Sıçratma .....	20
1.4.1.1.2.5.1.	Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma .....	21
1.4.1.1.2.5.2.	Kapalı-Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma .....	22
1.5.	Takım Çelikleri.....	23
1.5.1.	Sıcak İş Takım Çelikleri.....	24
1.5.1.1.	H13 ile İlgili Yapılan Literatür Çalışması .....	25
1.6.	Çalışmanın Amacı ve Kapsamı .....	25
2.	DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	28
2.1	Numunelerin Hazırlanması.....	28
2.2	Kaplama İşlemlerinde Kullanılan Yöntem .....	28
2.3	Kaplama İşlem Parametrelerinin Belirlenmesi.....	29
2.4.	Kaplama İşlemi.....	31
2.5.	Mikrosertlik Testleri .....	32
2.6.	Yapısal İncelemeler .....	33
2.7.	Çizik Testi Deneyleri.....	33
2.8.	Tribolojik Özelliklerin Belirlenmesi .....	34
3.	BULGULAR VE TARTIŞMA.....	36
3.1.	Kaplamaların Yüzey Morfolojilerinin İncelenmesi.....	36
3.2.	Kaplama Kesitlerinin İncelenmesi.....	43
3.3.	EDS Analizi Sonuçları.....	51
3.4.	XRD Sonuçları .....	53
3.5.	Mikrosertlik ve Nanosertlik Analiz Sonuçları.....	59
3.6.	Adezyon Testi Sonuçları .....	64

3.7.	Aşınma Deneyi Sonuçları.....	73
4.	SONUÇLAR.....	111
5.	ÖNERİLER .....	113
6.	KAYNAKLAR.....	114
ÖZGEÇMİŞ		

Yüksek Lisans Tezi

ÖZET

SERTLEŞTİRİLMİŞ H13 ÇELİĞİ YÜZEYİNE KAPLANAN TiAlZrN KAPLAMANIN  
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Emre USTA

Karadeniz Teknik Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı  
Danışman: Doç. Dr. Tevfik KÜÇÜKÖMEROĞLU  
2016, 120 Sayfa,

Bu tezde, darbeli DC kapalı alan dengesiz manyetik ortamda sıçratma yöntemiyle, alüminyum ekstrüzyonu işleminde kalıp malzemesi olarak yaygın bir kullanıma sahip olan AISI H13 (X40CrMoV5-1) sıcak iş takım çeliğinin aşınma direncinin artırılması amacıyla, yüzeyine TiAlZrN kaplanmıştır. Kaplama işlemi sonucunda parametrelerin optimizasyonu için, Taguchi L<sub>9</sub> (3<sup>3</sup>) yöntemi kullanılmıştır. Değişken parametreler olarak Zr akımı, bias gerilimi ve çalışma basıncı belirlenmiştir. Kaplama işleminin ardından, üretilen kaplamaların kalınlıkları ve morfolojik özellikleri taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Kaplamaların yapısındaki faz özellikleri X ışını difraksiyonu, kimyasal bileşimleri ise EDS analizi ile belirlenmiştir. Kaplamaların sertlikleri, mikrosertlik ve nanosertlik cihazlarıyla, adezyon direnciyse çizik testi ile belirlenmiştir. Kaplamaların sürtünme ve aşınma deneyleri ball on disk tribometre cihazı ile yapılmıştır.

Sonuçlara bakıldığında TiAlZrN kaplamaların kalınlıklarına ve bu kaplamanın yapısal yoğunluğuna etki eden en önemli parametre bias gerilimi olduğu görülmektedir. Yapılan ANOVA analizleri sonucunda; bias gerilimi ve Zr akımının, kaplama kalınlığı, sertliği, adezyon dayanımı, sürtünme ve aşınma üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu belirlenmiştir. Deneyler sonucunda artan adezyon dayanımı kaplamanın aşınma direncini önemli derecede artırdığı belirlenmiştir. Aşınma mekanizmasının da abrazif olduğu görülmüştür.

**Anahtar Kelimeler:** Taguchi, TiAlZrN, EDS, Aşınma, Adezyon, Sıçratma

Master Thesis

SUMMARY

INVESTIGATION OF TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF TiAlZrN COATED ON  
HARDENED H13 STEEL

Emre USTA

Karadeniz Technical University  
The Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Mechanical Engineering Graduate Program  
Supervisor: Doç. Dr. Tefvik KÜÇÜKÖMEROĞLU  
2016, 120 Pages,

In this thesis in order to wear resistance, 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 L<sub>9</sub> (3<sup>3</sup>) 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.

Results have showed TiAlZrN coated samples have higher hardness. 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:** Taguchi, TiAlZrN, EDS, Wear, Adhesion, Sputtering

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa No

Şekil 1. Film büyüme modelleri a) Ada büyümesi (Volver-Weber) b) Tabaka büyümesi (Frank-van der Merwe) c) Stranski-Krastanow (S-K).....	9
Şekil 2. Movchan-Demchishin tarafından geliştirilen yapısal bölge modeli [30].....	10
Şekil 3. Thornton tarafından geliştirilen yapısal bölge modeli [30].....	10
Şekil 4. İyon bombardımanı ve sıcaklığın bölge yapılarına etkisi [30].....	11
Şekil 5. Buhar fazında kaplama teknikleri[31].....	12
Şekil 6. Sıçratma işleminin şematik gösterimi .....	17
Şekil 7. Doğru akım triyot sıçratma düzeneğinin şematik resmi [34].....	19
Şekil 8. Dairesel düzenli manyetik alan .....	21
Şekil 9. Farklı manyetik alanda sıçratma yöntemleri kullanılarak oluşturulan plazma bölgeleri a) dengeli b) dengesiz c) kapalı alan dengesiz sistem[47].....	22
Şekil 10. Kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma yöntemlerinin şematik gösterimi .....	23
Şekil 11. Ekstrüzyon yöntemi şematik görünümü.....	26
Şekil 12. DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma cihazı ve Hedef malzemelerin yerleştiriliş biçimi.....	32
Şekil 13. Mikrosertlik ölçüm cihazı .....	33
Şekil 14. Ball on disk esaslı sürtünme ve aşınma deney düzeneği.....	34
Şekil 15. Sürtünme aşınma deney düzeneğinin ayrıntılı görünümü.....	34
Şekil 16. R1 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü.....	38
Şekil 17. R2 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü.....	39
Şekil 18. R3 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü.....	39
Şekil 19. R4 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü.....	40
Şekil 20. R5 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü.....	40
Şekil 21. R6 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü.....	41
Şekil 22. R7 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü.....	41
Şekil 23. R8 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü.....	42
Şekil 24. R9 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü.....	42
Şekil 25. R1 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü .....	43
Şekil 26. R2 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü .....	44
Şekil 27. R3 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü.....	44

Şekil 28. R4 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü .....	45
Şekil 29. R5 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü .....	45
Şekil 30. R6 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü .....	46
Şekil 31. R7 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü .....	46
Şekil 32. R8 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü .....	47
Şekil 33. R9 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü .....	47
Şekil 34. Kaplama parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi.....	49
Şekil 35. R1 numunesinin XRD piklerinin görünümü .....	53
Şekil 36. R2 numunesinin XRD piklerinin görünümü .....	54
Şekil 37. R3 numunesinin XRD piklerinin görünümü .....	54
Şekil 38. R4 numunesinin XRD piklerinin görünümü .....	55
Şekil 39. R5 numunesinin XRD piklerinin görünümü .....	55
Şekil 40. R6 numunesinin XRD piklerinin görünümü .....	56
Şekil 41. R7 numunesinin XRD piklerinin görünümü .....	56
Şekil 42. R8 numunesinin XRD piklerinin görünümü .....	57
Şekil 43. R9 numunesinin XRD piklerinin görünümü .....	57
Şekil 44. Kaplama parametrelerinin mikrosertlik değerlerine etkisi.....	60
Şekil 45. Kaplama parametrelerinin nanosertlik değerlerine etkisi.....	63
Şekil 46. Kaplama parametrelerinin $Lc_2$ değerlerine etkisi.....	65
Şekil 47. R1 numunesinin $Lc_2$ kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	69
Şekil 48. R2 numunesinin $Lc_2$ kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	69
Şekil 49. R3 numunesinin $Lc_2$ kritik yük değerindeki scratch izi görünümü .....	70
Şekil 50. R4 numunesinin $Lc_2$ kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	70
Şekil 51. R5 numunesinin $Lc_2$ kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	71
Şekil 52. R6 numunesinin $Lc_2$ kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	71
Şekil 53. R7 numunesinin $Lc_2$ kritik yük değerindeki scratch izi görünümü .....	72
Şekil 54. R8 numunesinin $Lc_2$ kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	72
Şekil 55. R9 numunesinin $Lc_2$ kritik yük değerindeki scratch izi görünümü.....	73
Şekil 56. R1, R2 ve R3 numunelerinin 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri .	74
Şekil 57. R4, R5 ve R6 numunelerinin 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri .	74
Şekil 58. R7, R8 ve R9 numunelerinin 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri .	75
Şekil 59. Bütün numunelerin 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri .....	75



Şekil 60. Kaplama parametrelerinin 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etkisi .....	78
Şekil 61. Kaplama parametrelerinin hesaplanan aşınma hızı değerlerine etkisi .....	79
Şekil 62. R1 numunesinden 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü .....	81
Şekil 63. R2 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü .....	81
Şekil 64. R3 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü .....	82
Şekil 65. R4 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü .....	82
Şekil 66. R5 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü .....	83
Şekil 67. R6 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü .....	83
Şekil 68. R7 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü .....	84
Şekil 69. R8 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü .....	84
Şekil 70. R9 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü .....	85
Şekil 71. R1 numunesinin 60mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü .....	88
Şekil 72. R2 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü .....	88
Şekil 73. R3 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü .....	89
Şekil 74. R4 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü .....	89
Şekil 75. R5 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü .....	90
Şekil 76. R6 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü .....	90
Şekil 77. R7 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü .....	91
Şekil 78. R8 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü .....	91
Şekil 79. R9 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü .....	92

Şekil 80. R1, R2 ve R3 numunelerinin 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri ..	92
Şekil 81. R4, R5 ve R6 numunelerinin 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri ..	93
Şekil 82. R7, R8 ve R9 numunelerinin 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri ..	93
Şekil 83. Bütün numunelerin 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri .....	94
Şekil 84. Kaplama parametrelerinin 5N yükte elde edilen sürtünme katsayı değerlerinin S/N oranlarına etkisi .....	96
Şekil 85. Kaplama parametrelerinin aşınma hızı değerlerine etkisi .....	97
Şekil 86. R1 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü .....	99
Şekil 87. R2 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü .....	99
Şekil 88. R3 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü .....	100
Şekil 89. R4 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü .....	100
Şekil 90. R5 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü .....	101
Şekil 91. R6 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü .....	101
Şekil 92. R7 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü .....	102
Şekil 93. R8 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü .....	102
Şekil 94. R9 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü .....	103
Şekil 95. R1 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü.....	105
Şekil 96. R2 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü.....	105
Şekil 97. R3 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü.....	106
Şekil 98. R4 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü.....	106
Şekil 99. R5 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü.....	107
Şekil 100. R6 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü.....	107
Şekil 101. R7 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü.....	108
Şekil 102. R8 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü.....	108
Şekil 103. R9 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü.....	109

## TABLolar DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 1. TiAlZrN dereceli film kaplama parametreleri .....	31
Tablo 2. Triboloji deney parametreleri .....	35
Tablo 3. Kaplamalardan elde edilen tane boyutu ölçüleri .....	37
Tablo 4. Elde edilen kaplamaların ölçülen ortalama kalınlıkları.....	48
Tablo 5. Kaplama kalınlığına etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği .....	49
Tablo 6. Parametrelerin kaplama kalınlıklarına etkisi için ANOVA analiz sonuçları .....	50
Tablo 7. EDS analiz sonuçları .....	52
Tablo 8. Kaplamaların hesaplanan ortalama sertlik değerleri .....	59
Tablo 9. Mikrosertlik değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği .....	60
Tablo 10. Mikrosertlik değerleri için ANOVA tablosu.....	61
Tablo 11. Nanosertlik değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği .....	63
Tablo 12. Nanosertlik değerleri için ANOVA tablosu .....	64
Tablo 13. Kaplamaların adezyon testi sonuçları .....	65
Tablo 14. Lc <sub>2</sub> değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği .....	66
Tablo 15. Lc <sub>2</sub> değerleri için ANOVA tablosu .....	66
Tablo 16. 2N yük etkisi altında elde edilen sürtünme katsayısı .....	76
Tablo 17. 2N yükte elde edilen sürtünme katsayı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği.....	78
Tablo 18. 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu .....	79
Tablo 19. Aşınma hızı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği .....	80
Tablo 20. Aşınma hızı değerlerinin ANOVA tablosu .....	80
Tablo 21. 2N yük etkisi altında elde edilen aşınma hızı değerleri .....	85
Tablo 22. 5N yükleme değerinde elde edilen sürtünme katsayısı .....	94
Tablo 23. 5N yükleme değerinde elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği.....	96
Tablo 24. 5N yükleme değerinde elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu .....	97

Tablo 25. Aşınma hızı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği.....	98
Tablo 26. Aşınma hızı değerlerinin ANOVA tablosu .....	98
Tablo 27. 5N yükleme değerinde elde edilen aşınma hızı değerleri .....	103

## SEMBOLLER DİZİNİ

CVD	: Kimyasal Buhar Biriktirme
DC	: Doğru Akım
EDS	: Enerji Dağılım Spektrometresi
FBK	: Fiziksel Buhar Kaplama
OP	: Optik Profilmetre
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 hızı
$\mu$ s	: Mikrosaniye

# 1. GENEL BİLGİLER

## 1.1. Giriş

Sürekli gelişen teknoloji sürekli bir değişimi de beraberinde getirmektedir. Gelişen teknolojiyle sanayi uygulamalarında sürtünme ve aşınmayı azaltmak için mühendislik malzemeleri üzerine birçok çalışmalar yapılmaktadır. Geçmişten günümüze yapılan çalışmalarda, tasarım esaslı araştırmalar yapıp, üretim yöntemlerinde bir takım değişiklikler denenip, çeşitli yağlama teknikleri geliştirilerek çözüm üretilmeye çalışılmıştır. Bu durumla ilgili ilk çağlardaki insanların; günlük yaşantılarının değişik alanlarında karşılaşmış oldukları tribolojik problemler için geliştirdikleri çözüm yollarını anlatan pek çok kaynak günümüze ulaşmıştır. Tekerleğin icadı, Mısır Piramitlerinin inşasında kullanılan sistemler gibi örnekler çözüm yöntemleri arasında gösterilmektedir.

Günümüzde bu konuda, imalat aşamasında bazı değişiklikler yaparak ya da çeşitli yağlayıcılar kullanarak çözüm üretilmeye çalışılmaktadır. Ancak çoğu yağlayıcılar aşırı koşullar altındaki bazı uygulamalarda yetersiz kalmaktadır. Örneğin çok yüksek ya da çok düşük sıcaklıklarda, radyoaktif ışımanın bulunduğu ortamlarda veya temas basıncının çok yüksek olduğu koşullarda, kirlenme ve yapısal bozulmalar nedeniyle yağlayıcılar istenilen koşulları karşılayamamaktadır.

Triboloji alanında yapılan araştırmalar genellikle malzemelerin sürtünme katsayısının ve aşınma mekanizmalarının belirlenmesi, sürtünme ve aşınmaya neden olan yüzeylerin birbirleriyle temaslarını kesecek ince film malzemelerin veya endüstriyel yağların bulunması gibi birçok konuyu içerir. Fakat her zaman sürtünmenin ve aşınmanın azaltılması istenmeyebilir; fren balatalarında sürtünme katsayısının yüksek olması ve silgilerde aşınmanın yüksek tutulması buna örnektir [1].

Yukarıda bahsedilen olaylara neden olan aşınma; tribolojik reaksiyonlar sonucunda temas halindeki malzeme yüzeylerinde oluşan istenilmeyen malzeme kayıpları olarak tanımlanmaktadır. Aşınma malzeme kaybının artmasına ve mekanik performansın azalmasına sebep olan büyük bir etkidir. Sürtünmeyle izafi hareket halindeki yüzeylerin birbirlerinin hareketlerine karşı oluşturdukları dirençtir. Sürtünme; aşınmanın ve enerji kaybının önemli bir sebebidir. Aşınma ve sürtünme miktarının azaltılmasında yapılacak küçük bir iyileştirme dikkate değer bir enerji ve malzeme tasarrufu sağlayabilir. Makinelerin çalışma ömürlerinin artırılması ve daha verimli çalışacak şekilde geliştirilmesi, malzeme kaynaklarının korunması, harcanacak enerjideki tasarrufun ve güvenilirliğin artırılması için

endüstriyel alanlarda sürtünme ve aşınmanın kontrol edilmesi hususunda her geçen gün artan bir ihtiyaç söz konusudur.

Son zamanlarda sürtünme ve aşınmaya dayanıklı yeni malzemeler üretme ve geliştirme konusu bu alanda en popüler çalışma konularından biridir. Aşınma ve sürtünme yüzeyde olmasından dolayı, üretilecek olan yüzey kaplamaları makine elemanları ve mühendislik malzemelerinin ömrünü artırma ve ekonomik açıdan en etkili yöntem olarak göze çarpmaktadır. Bugünün mühendislik malzemelerinin ihtiyaçlarını karşılamak için seramikler, metal alaşımları ve kompozitler gibi sert kaplama malzemeleri gerekmektedir.

Yapılan araştırmalar, uygun kaplama tekniklerinin ve kaplama malzemelerinin belirlenmesiyle birlikte, pek çok uygulama alanında kullanılan mühendislik malzemelerinin ömürlerinin dikkate değer ölçüde arttığını göstermektedir [1].

## **1.2. Endüstriyel Amaçlı Sert Kaplamalar**

Bilim dünyasında ve sanayide, birbirleriyle eş çalışan parça yüzeylerinin ince sert film kaplama uygulamalarıyla ilgili araştırma ve geliştirme çalışmaları her geçen gün artmaktadır. Bu çalışmalarda ana malzeme çok büyük değişikliklere maruz bırakılmadan istenilen amaçlara uygun olacak şekilde malzeme yüzeylerinin hazırlanması amaçlanmaktadır. Yumuşak ve sert taban malzemeler üzerine kaplanmış ince sert filmler, tribolojik olarak birçok avantaj sağlamaktadır. Sanayide kullanılan ilk kaplamalar genelde metal kesme ve metal şekil verme takımlarında uygulanmıştır. Bunun nedeni, o zamanlarda kullanılan yüzey kaplama yöntemlerinin işlem sıcaklığının yüksek olmasından dolayı, yüksek sıcaklıktan etkilenmeyen taban malzeme kullanma zorunluluğudur. Ancak 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 birçok uygulamada kullanılan malzemelerin yüzeylerine uygun koruyucu bir kaplama uygulandığında bu malzemelerin tribolojik ömürlerinin dikkate değer bir şekilde arttığı gözlenmiştir [2, 3]. Ayrıca 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 kaplamaların yüzeye tutunma kabiliyetleri yükselmekte ve bu sayede aşınmaya karşı dirençleri artmaktadır. Bu artış kaplanmış takımların kullanım ömürlerinin de önemli oranda artmasını sağlamaktadır.

Malzeme yüzeyine biriktirilen sert kaplamalar, malzemenin aşınma direncini artırma veya sürtünme katsayısını düşürme amacıyla uygun kaplama parametreleri kullanılarak tasarlanabilmektedir. Günümüze kadar yapılmış olan birçok çalışmada ikili (TiN, AlN, ZrN... vb), üçlü (TiAlN, TiCrN... vb), dördü ve tek-çok tabakalı kaplama uygulamaları geliştirilmiştir. Bu kaplama uygulamalarından karakteristik olan bazıları aşağıda belirtirmiştir.

### 1.2.1. TiN Kaplamalar

Dünyada aşınmaya karşı yapılan kaplamaların başında TiN (titanyum nitrid) gelmektedir. Genel olarak TiN kaplamalar demir, çelik vb. metallerin işlenmesinde, alüminyum alaşımlarının işlenmesinde ekstrüzyon, enjeksiyon ve kesme kalıpları işlemlerinde kullanılmaktadır. Ayrıca altın renginden dolayı dekoratif amaçlı kullanıldığı pek çok alanda mevcuttur.

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 ömrünü kaplanmamış takımlara göre 3-30 kat artırmakta olduğu belirtirmiştir [4, 5].

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 bir yapıda olmasını sağlamıştır. Birikme oranındaki artışın gerilme, sertlik ve yüzey pürüzlülüğünü artırdığı bulunmuştur [6].

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 ifade edilmiştir [7].

TiN'ün aşınma özelliklerinin incelendiği, düşük sıcaklık ve düşük kayma hızlarında yapılan deneylerde, aşınma miktarının düşük olduğu, ancak 450°C üzerindeki sıcaklıklarda yapılan deneylerde, aşınma direncinin azaldığı ve çabuk bir şekilde hasara uğradığı belirtirmiştir. Bunun nedeniyse 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 [8].

### 1.2.2. ZrN Kaplamalar

ZrN (zirkonyum nitrür) kaplamalar endüstriyel alanda yaygın uygulaması olan diğer FBB kaplamalar ile kıyaslandığında, iyi aşınma direncine, yüksek sertlik ve süneklığe 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. Yaygın uygulama alanına sahip olmamasının sebebi, endüstride kullanılan diğer kaplama çeşitlerine göre adezyon dayanımının daha düşük olmasından kaynaklanmaktadır.

Genel olarak bakıldığında TiN'e benzer özelliklere sahiptir. ZrN kaplamalar son derece çekici uçuk altın sarısı renktedir. Bu sebeple dekoratif amaçlı uygulamalarda kullanılmaktadır. Ayrıca en önemli özelliklerinden biri de, insan vücuduna biyolojik olarak en uygun kaplama çeşididir. Bu sebepten dolayı özellikle tıbbi implantlarda kullanılmaktadır.

İncelenen diğer bir çalışmada, Si altlık üzerine PVD ile kaplanan ZrN ve ZrC kaplamaların mikroyapıları ve aşınma özellikleri incelenmiştir. 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 belirtmiştir[9].

Yapılan bir çalışmada, aşınma deneylerinde ZrN kaplamanın düşük kayma hızlarında abrazif aşınmaya maruz kaldığı, yüksek kayma hızlarında ise adezif aşınmaya rastlandığı belirtilmektedir [10].

ZrN kaplamanın aşınma özelliklerinin incelendiği bir çalışmada, kaplama AISI 1045 çeliği üzerine dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemiyle kaplanmıştır. 2N yük ve 500 çevrim şartlarında ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilye ile yapılan pin on disk aşınma deneyleri sonucunda, oda sıcaklığından itibaren artan sıcaklıklarda sürtünme katsayısında artış tespit edilmiştir. Bunun nedeni ise yüzeyde oluşan metal oksitlerden dolayı abrazif aşınma oluştuğu ve bu nedenle de sürtünme katsayısının arttığı şeklinde ifade edilmiştir. Aynı çalışmada, ZrN kaplamaların

oda sıcaklığında yapılan deneylerde, kaplanmamış yüzeye göre aşınma dayanımını %31 oranında artırdığı tespit edilmiştir [11].

### 1.2.3. TiZrN Kaplamalar

En çok kullanılan kaplamalardan olan TiN, yüksek sertlik, yüksek termal ve kimyasal kararlılık, iyi aşınma direnci gibi özelliklerinden dolayı endüstride kesme takımları gibi birçok alanda tercih edilmektedir. Ancak 450-500°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda yapılan mekanik işlemlerde düşük oksidasyon direncinden dolayı, kaplama hasara uğramaktadır. Yapılan birçok çalışmada, TiN'e Zr ilavesiyle oluşan TiZrN kaplamalar, yüzeyde oluşan oksit tabakası sayesinde mükemmel aşınma direnci göstermektedir. Ayrıca sertliği de dikkate değer bir şekilde artırdığı belirtirmiştir [12].

TiZrN, doğru akım, radyo frekans reaktif sıçratma, vakum ark kaplama gibi farklı kaplama teknikleriyle kaplanabilmektedir. Kaplama yöntemlerinin genelinde kaplama tabakasının yapışma kabiliyetini artırmak için altlığın ısıtılması gerekmektedir. Altlığın ısıtılması altlık malzemelerinin birçoğunda istenilmeyen bir durum olup, kaplama işleminin düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesi ve altlığın ısıtılmasına gerek kalmaması nedeniyle sıçratma tekniği daha çok tercih edilmektedir. Bu durum işlem süresince hem zamandan, hem de enerjiden tasarruf edilmesini sağlamaktadır.

İncelenen literatür çalışmalarının birinde, vakum ark kaplama tekniği ile kaplanan TiZrN filmlerde, elde edilen nano sertliğin 40 GPa değerine ulaştığı rapor edilmiştir [13].

Yapılan 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 ısıtım işlemi uygulanmıştır. Deneyler sonucunda 1000°C'de ısıtım işlemi uygulanan numunelerde ZrO<sub>2</sub> fazı görülmüş ve bu nedenle meydana gelen hacim genişlemesi yüzünden baskı kalıntı gerilmelerinde dikkate değer bir artış olduğu gözlenmiştir. En düşük oksidasyon oranı da 1000°C'de 3 saat süren ısıtım işlemi sonucunda kaplanan TiZrN filmlerde görülmüştür [14].

### 1.2.4. TiCN Kaplamalar

TiCN kaplamalar karbon oranı artırıldığından dolayı sertlikleri TiN kaplamalarına kıyasla daha yüksektir ve daha düşük sürtünme katsayısını sahiptir. Ancak TiN'ün kullanıldığı her kullanım alanı için uygun olmamaktadır. Sadece yüksek sertlik ve tokluk

gerektiren frezeler, raybalar, matkaplar, zimbalar, kesme kalıpları ve orta sıcaklıklardaki aşınma uygulamalarında tavsiye edilmektedir.

Senna ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada M2 yüksek hız çeliği ve orta karbonlu çelik üzerine reaktif manyetik alanda sıçratma yöntemiyle TiCN kaplanmıştır [15]. 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 [15].

Chen ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada doğru akım reaktif manyetik alanda sıçratma yöntemiyle TiCN kaplaması nanokompozit olarak Si taban malzemesi üzerine kaplanmıştır. Yapılan incelemeler sonucunda, kaplama işlemi esnasında nitrojen akışının artırılması kaplamanın sertliğini, aşınma direncini ve tokluk değerini iyileştirdiği ifade edilmiştir [16].

Yapılan başka bir çalışmada, yüksek karbon oranının endüstriyel uygulamalarda TiCN'ün ömrünü önemli ölçüde artırdığı ifade edilmiştir [17].

### 1.2.5. TiAlN Kaplamalar

TiAlN kaplamalar pek çok uygulamalarda TiN kaplamaların yerini almışlardır. TiAlN kaplama yapısındaki TiN fazı aşınma direncini artırırken, yumuşak olan AlN fazı ise sürtünme katsayısının düşük olmasını sağlamaktadır [18]. Kaplama tabakasının yapısal özellikleri alüminyum miktarına göre değişmektedir. TiAlN kaplamasının rengi Ti/Al oranına göre siyahtan bronzla doğru değişmektedir. TiAlN kaplamalar endüstride bir çok alanda başarılı performans göstermektedir. Bu performansın sebebi kaplama yüzeyinde oluşan  $Al_2O_3$  tabakasıdır. Bu tabaka sayesinde 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 sıralanmaktadır. 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 ifade edilmiştir [19].

Yapılan bir çalışmada deęişik bias gerilimlerinin TiAlN kaplamaları üzerine etkisi incelendięinde, bias gerilimi artıkça sertlik ve adezyon direncinin azaldığı ifade edilmektedir [20].

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 artıkça amorf bir yapının gözleendięi belirtirmiştir [21].

Yapılan dięer bir çalışmada ise, azot gaz akışının TiAlN kaplamalar üzerindeki etkisi incelendięinde, azot akışının giderek artmasıyla birlikte kaplamada kolonlu yapının küçüldüğü ve daha yoğun bir yapının elde edildięi bildirilmektedir [19].

### 1.2.6 TiAlCrN Kaplamalar

TiAlCrN kesme takımlarının performanslarını iyileştirilmesinde tek tabakalı ve çok tabakalı olarak kullanımı hızlı bir şekilde artmaktadır. Bu artıştaki sebep yüksek sıcaklıklardaki korozyon direnci ve kimyasal kararlılığının TiN kaplamalarıyla karşılaştırıldığında çok daha iyi olmasıdır.

Sullivan ve arkadaşları azot kısmi basıncının TiAlCrN kaplamalarının sertlik ve kimyasal bileşim üzerine etkisini incelemişler ve ölçümler sonucunda sertlik ve indirgenmiş elastik modülün azot kısmi basıncının artmasıyla artan bir davranış sergilediğini rapor edilmiştir [22].

Huang ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada da azot kısmi basıncının artmasıyla TiAlCrN kaplamasının sertliğinin arttığı ifade etmişlerdir [23].

Yapılan başka bir çalışmada TiAlCrN kaplamaları katotik ark yöntemiyle bilya uçlu frezeler ve gama TiAl intermetalik disk yüzeylerine kaplanarak oksitlenme kararlılığı ve yüksek hızda kuru frezeleme şartlarında aşınma performansı TiAlN ile karşılaştırılarak incelenmiştir. Elde edilen ölçümler sonucunda Ti<sub>0,10</sub>Cr<sub>0,20</sub>Al<sub>0,70</sub>N kaplamasının en yüksek takım ömrü ve oksidasyon kararlılığını göstermiştir [24]. Alüminyum miktarının dięerlerine göre yüksek olduğu Ti<sub>0,10</sub>Cr<sub>0,20</sub>Al<sub>0,70</sub>N kaplamasının TiAlN kaplamasına göre iki kat daha fazla aşınma ömrü sergiledięi vurgulanmıştır. Aşınma ömründeki bu artışın nedeni, alüminyum ve krom elementlerinden oluşan oksit tabakasıyla ilişkili olduğu belirtilmiştir [24].

### 1.3. İnce Film Kaplamaların Büyüme Mekanizmaları

Endüstriyel uygulamalarda karşılaşılan çeşitli teknolojik sorunların aşılabilmesi amacıyla ince kaplama tekniği yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Bu kaplamalar yüzeylerin sürtünme, aşınma ve korozyon direncini artırmaktadır.

İnce filmlerin kaplanma işlemlerinde yüzeye biriktirilmesi 6 safhadan oluşmaktadır [25].

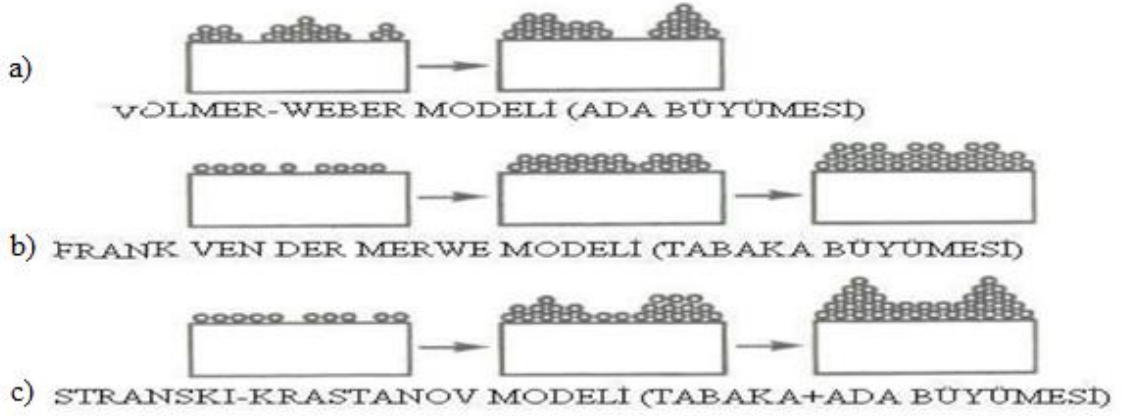
1. İlk olarak yüzeye ulaşan atom ve moleküller yüzeye bağlanmaktadır (Adsorpsiyon).
2. Kaplama malzemesi yüzeyde tabaka oluşturmadan önce ana malzemede belli bir derinliğe yayılmaktadır (Difüzyon).
3. Yüzeye adsorbe olan atomlar birbirleriyle ve yüzeyle reaksiyona girerek yüzeyle ve birbirleriyle bağ oluşturmaktadırlar.
4. Kaplama malzemesinin yüzeyle kaynaşması çekirdeklenme olarak tanımlanır.
5. Kaplama tabakasının büyümesi meydana gelmektedir.
6. Kaplama tabakası ile taban malzeme arasında difüzyona bağlı bir etkileşim oluşmaktadır. Bu etkileşim sayesinde kuvvetli bir yapışma elde edilmektedir.

İnce film kaplamaların özellikleri 4 etkene bağlıdır. İlk olarak, taban malzemenin yüzey koşulları, yüzey morfolojisi, yüzeydeki kılcal çatlaklar sayılabilir. İkinci olarak ise yüzey kaplama işleminin detayları ve sistem geometrisidir (adatomların geliş açısı, kaplama hızı, iyon bombardımanı ve taban malzeme sıcaklığı). Üçüncü etken ise taban malzeme yüzeyinde filmin büyüme detaylarıdır (adatomların yüzeydeki hareketliliği, çekirdeklenme, ara yüzey oluşumu, ara yüzey çatlağı oluşumu, iyon bombardımanı ve film büyüme yapısı). En son etkende kaplama işlemi sonrasında meydana gelen reaksiyonlardır; ortamla film yüzeyinin reaksiyonu, ısıl ve mekanik çevrimler, korozyon, ara yüzeyin bozulması ve yumuşak yüzeylerin deformasyonudur. Bu etkenler film büyümesini ve özelliklerini etkilemektedirler [26].

İnce film kaplamada başlıca üç film büyüme modeli bulunmaktadır. Bu modeller: ada büyümesi (Volmer-Weber), tabaka büyümesi (Frank-Van Der Merwe) ve ilk iki büyümenin kombinasyonu olan Stranski-Krastanow (S-K) modelleridir [27]. Bu modellerin şematik gösterimleri Şekil 1'de verilmektedir.

Volmer-Weber büyümesinde adatomların (absorbe olmuş atom) birbirleriyle bağlanmalarının taban malzemeyle bağlanmasından daha kuvvetli olduğu durumlarda gerçekleşmektedir. Frank-Van Der Merwe büyümesi ise adatomların birbirleriyle bağlanmalarının kuvveti taban malzemeyle bağlanmaları için gerekli kuvvete eşit ya da daha

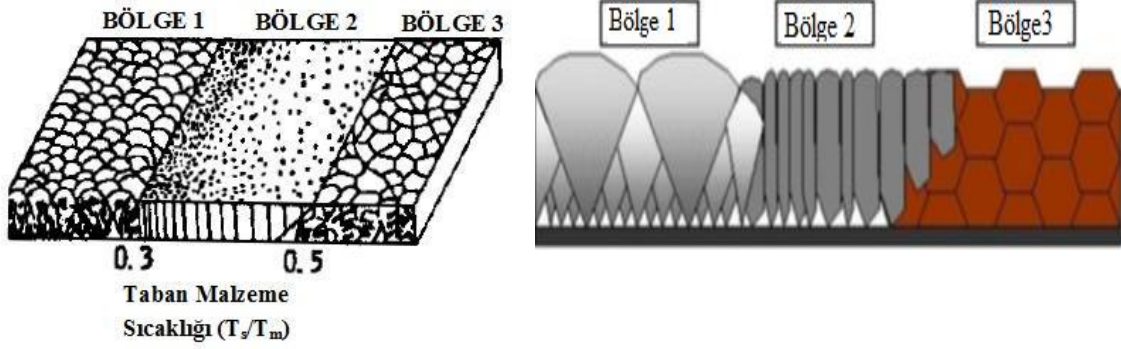
düşük olduğu durumlarda oluşmaktadır. Stranski ve Krastanow modelinde ise başlangıçta 1 ya da 2 boyutlu tek tabakayla heterojen olarak büyüyen filmlerin daha sonra enerji bakımında daha aktif hale gelerek 3 boyutlu ada şeklinde büyümesiyle meydana gelmektedir. Bu modelde 2 boyuttan 3 boyuta geçme elastik şekil değiştirme enerjisi tarafından sağlanmaktadır [28]. Geçiş, eklenen tabakaların meydana getirdiği toplam elastik şekil değişim enerjisinin 3 boyutlu ada oluşturmak için gerekli yüzey enerjisinden daha büyük olduğu durumlarda oluşmaktadır [29, 30].



Şekil 1. Film büyüme modelleri a) Ada büyümesi (Völmer-Weber) b) Tabaka büyümesi (Frank-Van Der Merwe) c) Stranski-Krastanow (S-K)

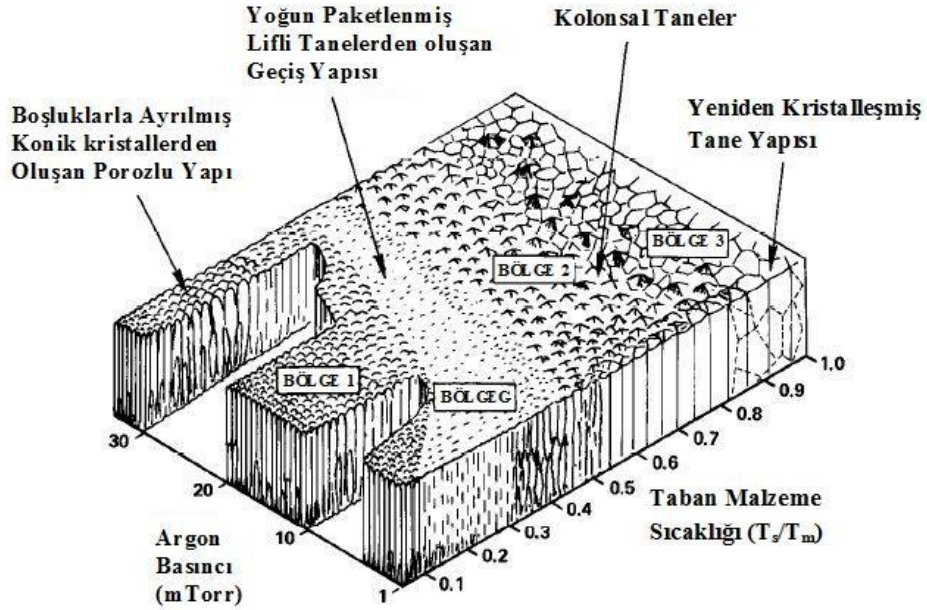
Kaplamaların sahip olduğu özellikler kaplamaların mikro yapılarına bağlıdır. Kaplamaların mikro yapılarının kaplama parametreleriyle olan ilişkilerini ortaya koymak için geçmişten günümüze kadar pek çok sayıda çalışma yapılmıştır. Bu amaçla yapısal bölge modelleri ilk olarak vakum ortamında yapılan kaplamalar için 1969 yılında Movchan-Demchishin tarafından geliştirilmiştir [30]. Şekil 2’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 altlığın 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 oluşmaktadır. Ayrıca bölge özelliklerine ek olarak yapının yoğunluğunun düşük olması ve

artık gerilme miktarının yüksek olması da verilebilmektedir [30]. Bölge 2 ( $0,25 < T_s/T_m < 0,45$ ) 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 2. Movchan-Demchishin tarafından geliştirilen yapısal bölge modeli [30]

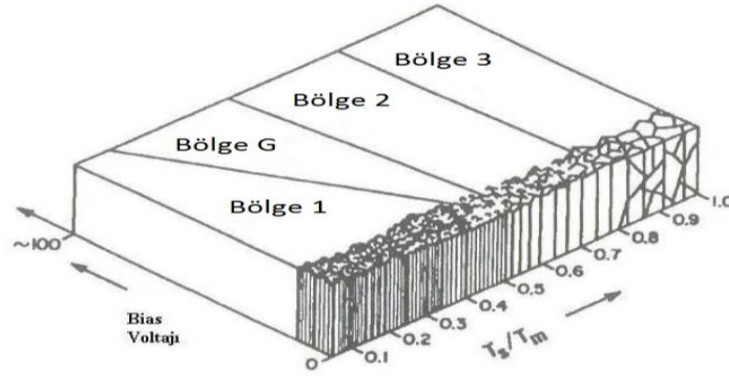
Thornton, Movchan-Demchishin tarafından geliştirilen bu yapısal bölge modelini Şekil 3'deki gibi geliştirmiştir.



Şekil 3. Thornton tarafından geliştirilen yapısal bölge modeli [30]

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 [30]. Bölge 3'ün yapısında ise, hacimsel difüzyon son derece etkin 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 4'de verilmektedir.



Şekil 4. İyon bombardımanı ve sıcaklığın bölge yapılarına etkisi [30]

Şekil 4'de, 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 [30].

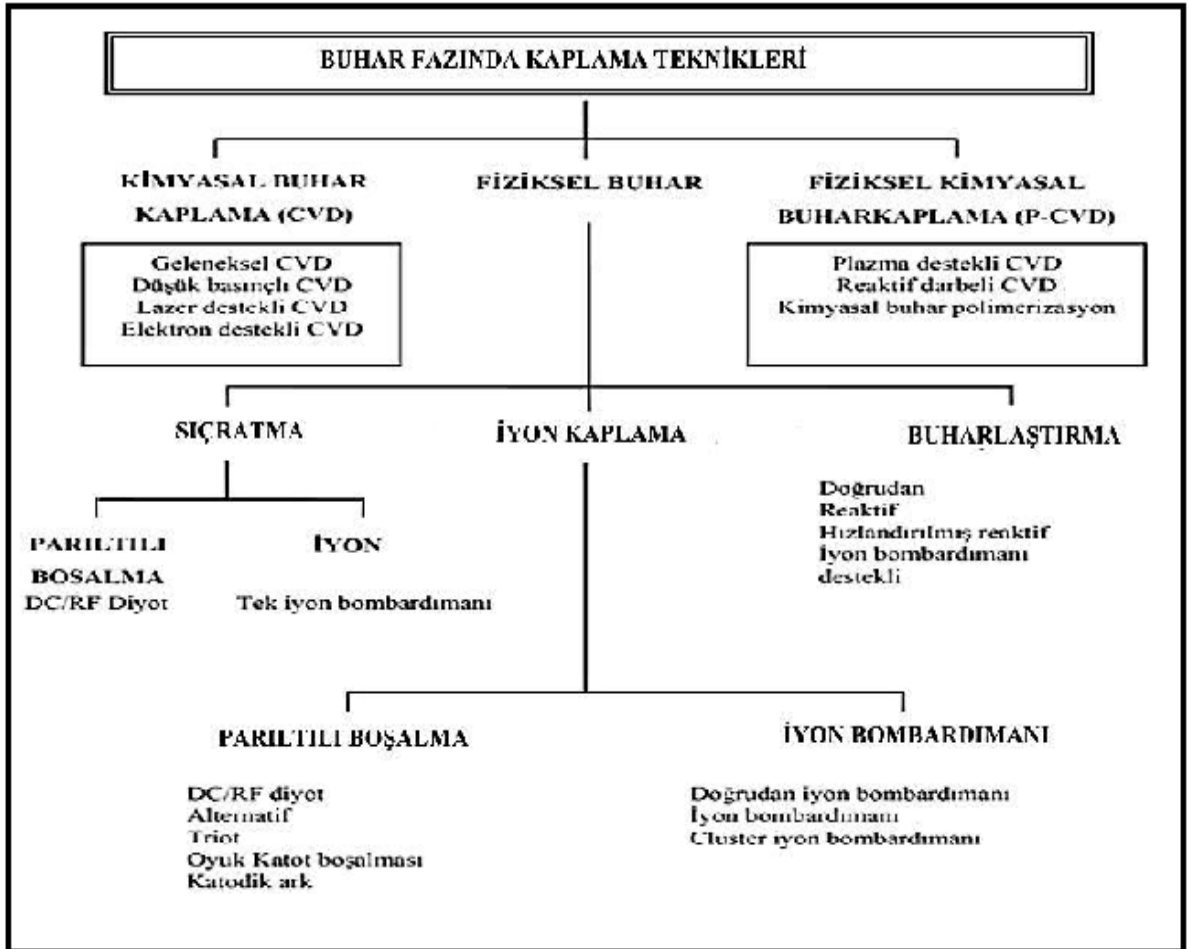


## 1.4. Kaplamanın Üretiminde Kullanılan Yöntemler

Birçok endüstriyel uygulamalarda kullanılan malzemelerin ana özellikleri değiştirilmeden sadece yüzey özellikleri arzu edilen şekilde değiştirilmesine olanak sağlamasından dolayı kaplamalar yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Kaplamaların taban malzeme yüzeyine uygulanması işleminde pek çok yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemlerin başında buhar fazında kaplama teknikleri gelmektedir.

### 1.4.1. Buhar Fazından Kaplama Teknikleri

Buhar fazından yapılan kaplamalar çok hızlı teknolojik ve bilimsel gelişmelerin sağlandığı kaplama tekniklerinin başında gelmektedir. Bunun nedenlerinden biri seramik kaplamaların bu teknikler kullanılarak kolayca yapılabilmesidir. Şekil 5'de buhar fazında yapılan kaplama tekniklerinin sınıflandırılması gösterilmiştir.



Şekil 5. Buhar fazından kaplama teknikleri [31]

Kaplama işlemlerini vakum ortamında gerçekleştirmek hava ortamına göre pek çok avantajlara sahiptir. Bu avantajlar; kaplamanın istenilen kimyasal orana daha yakın olması, atmosfer koşullarındaki nem ve tozdan arındırılması, kaplamanın daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi örnek olarak verilebilmektedir.

Kimyasal buhar kaplama (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. 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 oluşur. Kimyasal buhar kaplamalar nispeten iyi yapışma özelliği gösterirler, fakat yüksek taban malzemesi sıcaklığının (1000-1200 °C) gerekmesi, bu tekniğin uygulamalarını yüksek sıcaklıklara dayanabilen taban malzemeleri ile sınırlandırmaktadır. Ayrıca bu yüksek sıcaklıklar, parçanın özellikleri ve yapısında değişimlere neden olabilmektedir.

Buhar fazında biriktirme işlemi aşağıdaki 5 kademelerde gerçekleşmektedir [32].

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,

Bu çalışmada kullanılan kaplama yönteminden dolayı fiziksel buhar biriktirme yöntemleri üzerinde durulacaktır.

#### **1.4.1.1 Fiziksel Buhar Kaplama**

Fiziksel buhar kaplama yöntemi, vakum altında kaplayacak malzemenin buharlaştırılarak veya sıçratılarak atomların malzeme yüzeyinden kopartılması ve kaplanacak olan taban malzeme yüzeyinde (atomsal veya iyonik olarak) biriktirilmesi esasına dayanır. Bu teknik yüksek seviyeli vakum altında atomik yapıdaki buharın taban

malzeme üzerine yoğuşturulması ile gerçekleştirilir. Kaplama işlem sıcaklığı genellikle 500°C'nin altında uygulanır [33].

Fiziksel buhar kaplamalar (FBK) ilk olarak Michael Faraday tarafından 1850 yılında tellerin buharlaştırılması vasıtasıyla yapılmıştır. Bu yöntemin geliştirildiği ilk yıllarda elde edilen kaplamaların yapışma kabiliyeti ve aşınma dirençleri, kaplama işlemi için gerekli vakum seviyesinin elde edilmesinde kullanılan donanımların yeterli olmamalarından dolayı, oldukça düşük seviyede kalmıştır. 1888 yılında Kundt yaptığı çalışmalarda, FBK tekniği ile üretilmiş ince filmlerin yansıtma özellikleri kapsamaktaydı. Sonraki yıllarda, bu çalışmalar geliştirilerek ince metal film tabakaların kinetiği, gazların difüzyonu ve gaz-metal reaksiyonları üzerine akademik çalışmalar yapılmıştır [32]. İlk sıçratma kaplamaları Grove tarafından floresan tüpler ile alakalı bir çalışmada gerçekleştirilmiştir. Çoğunlukla sıçratma yöntemiyle imal edilen kaplamalar 1930'lu yıllara kadar, yapışma kabiliyetlerinin ve aşınma dirençlerinin yetersizliği nedeniyle, ancak ayna yapımında kullanılmıştır. 1920'li yıllarda difüzyon pompasının geliştirilmesi kaplama odasının vakumla yeterince düşük seviyelerdeki basınç değerlerine düşürülmesi kaplama teknolojisinin geliştirilmesinde önemli katkılar sağlamıştır. Sağlanan katkılar sonucunda ise, FBK tekniği endüstriyel olarak kullanılmaya başlanmıştır. FBK tekniğinin avantajları şu şekilde özetlenebilir:

1. FBB teknolojisiyle teorik olarak her çeşit metal, alaşım, seramik ve polimer kaplamaları elde etmek mümkündür. Hemen hemen her kaplama, her taban malzeme üzerine biriktirilebilir.
2. FBK teknolojisi ile kaplamaların yanı sıra; sac, folyo ve boru gibi çeşitli geometriye sahip parçalar üzerinde biriktirilebilir.
3. Biriktirme hız aralığı oldukça geniştir 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 değerlerinde anlamlı bir kayıp oluşturmamaktadır.

FBK teknikleriyle üretilen tribolojik kaplamalar endüstriyel kullanım amaçlarına bağlı olarak dört grupta ifade edilebilirler [26, 34, 35].

1. Aşınmaya dirençli sert seramik kaplamalar (TiN, CrN, ZrN vb.)
2. Yumuşak katlı yağlayıcı kaplamalar (MoS<sub>2</sub>-Ti)
3. Çok katlı ya da kompozit kaplamalar (TiAlZrN, TiCN, TiTaBN vb.)
4. Hibrit kaplamalar (Bor/Flor/Silisyum içeren hibrit kaplamalar)

Fiziksel buhar kaplama (FBK) işlemleri kaplayacak malzemenin vakum ortamında buharlaştırılma yöntemine göre buharlaştırma (evaporation) ve sıçratma (sputtering) olarak temel iki ana başlığa ayrılmaktadır [39].

#### **1.4.1.1.1. Buharlaştırma (Evaporation)**

Buharlaştırma, katı malzemeyi buhar akısına dönüştürmede kullanılan en eski, en yaygın ve en kolay yöntemlerden birisidir. Bu yöntemle hedef malzemenin, düşük basınçlı ortamlarda buharlaşma sıcaklığının düşmesi nedeniyle, ısıtılması sonucunda sahip olduğu buhar basıncının artırılmasına ve bu sayede kritik sıcaklıkta ortam basıncını aşarak hedeften buhar olarak ayrılması elde edilir. Bu sayede oluşturulan buhar fazı taban malzeme üzerinde yoğunlaştırılarak malzeme üzerinde biriktirilmesi esasına dayanmaktadır. Buharlaştırma genelde vakum ortamında yapılmaktadır. Bunun sebebi, yüksek ısı girişi olmadan makul değerlerde kaplama akısı sağlayabilmek ve buharlaşan atomlar kaplanacak parçaya doğru enerjilerini kaybetmeden ilerleyebilmektedirler. Parça yüzeyine ulaşan atomlar parça üzerinde önce çekirdek oluşumu ve daha sonra çekirdeğin gelişimi şeklinde birikmektedirler. Buharlaştırma sistemlerinde buharlaştırılan malzemeler toz, tel veya çubuk şeklinde olabilmektedir.

Buharlaştırmanın başlıca avantajı diğer biriktirme teknikleriyle kıyaslandığında daha basit ve ucuz olmasının yanında daha önemlisi yüksek biriktirme hızlarına sahip olmasıdır. Buharlaştırma tekniği dekoratif uygulamalardan yüksek sıcaklıklardaki süper iletken filmlere kadar pek çok alanda kullanılmaktadır.

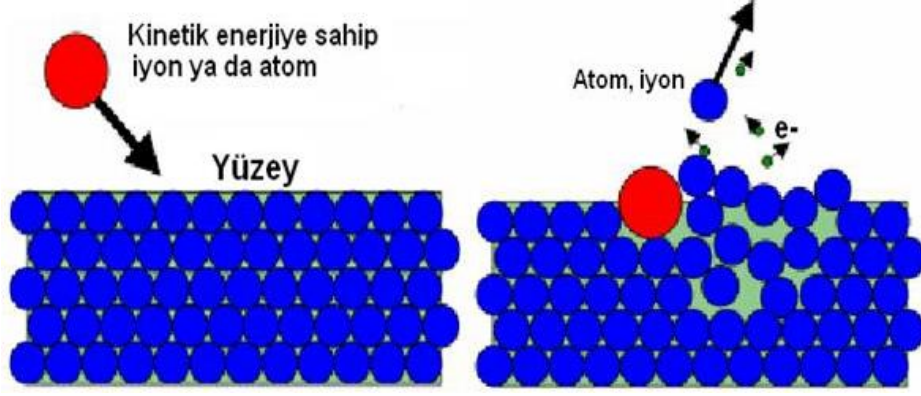
Buharlaştırma yöntemi, buhar türlerinin düşük kinetik enerjilerinden dolayı, genelde düşük kaplama yapışması oranıyla sonuçlanmaktadır. Ayrıca yüksek taban malzemesi sıcaklıkları, ince taban malzemelerinin yapısının bozulmasına ve metalik taban malzemelerine uygulanan ısıl işlemin değişikliğe uğramasına neden olabilmektedir. Bu nedenle diğer buhar biriktirme tekniklerine göre, tribolojik uygulamalarda daha az tercih

edilmektedir. Ancak basit oluşu, düşük maliyeti ve kaplama birikme hızının dakikada 100µm değerlerine erişebilir olması bu yöntemi diğer yöntemlerle yarışabilir bir konuma getirmektedir.

#### **1.4.1.1.2. Sıçratma (Sputtering)**

İlk sıçratma tekniği 1852 yılında Grove tarafından doğru akım gaz deşarj tüplerinde keşfedilmiştir. Grove, deşarj tüplerinin katot yüzeylerinin enerjili iyonlar tarafından sıçratıldığını ve katot malzemelerinin deşarj tüpünün iç duvarına biriktirdiğini belirtmiştir. O yıllarda, 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 [36]. Sıçratma işlemi başlarda aynaları kaplamak için kullanılmıştır. Daha sonra, radyo frekans (RF) sıçratmanın geliştirilmesi, yalıtkanların direk kaplanmasında kullanılmıştır. Manyetik alanda sıçratmanın geliştirilmesinde taban malzemeye zarar vermeksizin çok daha yüksek kaplama oranları (buharlaştırma yöntemindeki oranlardan daha düşüktür) elde edilebilmektedir.

Sıçratma işlemi momentum transferini esas alan bir yöntemdir. Sıçratma yönteminde, buhar fazının elde edileceği hedef malzeme pozitif gaz iyonları ile bombardımana tutularak, hedef malzeme yüzeyinden atom veya atom grupları kopartılmaktadır. Hedef malzeme yüzeyinden kopartılan bu atom veya atom grupları, oluşan plazma içerisinde buhar fazına dönüşmektedir [32, 37]. Taban malzemeler, sıçratılmış atomların akışını kesecek şekilde konumlandırılmıştır. Buhar fazının taban malzeme yüzeyi üzerinde biriktirilmesiyle, sıçratma ile buhar fazının elde edildiği fiziksel buhar kaplama işlemi gerçekleşmiş olmaktadır. Yöntemle, yüzeye bir parçacık çarptığında ortaya çıkan etki, yüzeye çarpan parçacığın enerjisine, geldiği açıya, yüzey atomlarının bağ enerjisine ve çarpışan parçacıkların kütesine bağlıdır. Buharlaştırma işleminde malzemelerin kaplanması sırasında 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 göstermektedir [38]. Sıçratma işleminde, ortamdaki diğer malzemeler ile reaksiyona girmeyecek asal gaz iyonları (argon gazı) kullanılmaktadır [32]. Sıçratma olayı, şematik olarak Şekil 6'de gösterilmektedir.



Şekil 6. Sıçratma işleminin şematik gösterimi

Sıçratılmış atomların ortalama enerjileri, 10-40 eV arasındadır. Buharlaştırmadaysa, buharlaşmış atomların 0,1-0,3 eV'luk enerjilere sahip olduğu görülür. Bu yüzden de sıçratma tekniği, buharlaştırma ve diğer birçok kaplama teknolojisiyle kıyaslandığında daha yüksek enerjili bir tekniktir. Kaplama malzemesi, buhar fazına kimyasal veya termal bir işlemde farklı olarak mekaniksel bir işlemle (momentum değişimi) geçtiğinden dolayı, hemen hemen her malzeme bu teknikle kaplanabilmektedir [32].

Sıçratma işleminin bazı avantajları bulunmaktadır [38]. Bu avantajlar:

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

Bununla birlikte sıçratma işlemi bazı dezavantajlara da sahiptir. Bu dezavantajlar:

1. Hedef (kaynak) malzemeler genellikle tabaka ya da tüp şeklinde olmalıdır.
2. Vakum ortamı gerektirdiğinden dolayı kurulum maliyetleri yüksektir
3. Kaplama hızı düşüktür.
4. Enerji iletkenlikleri düşüktür.

Sıçratma tekniği, doğru akım diyet sıçratma, doğru akım triyot sıçratma, radyo frekans sıçratma ve manyetik alanda sıçratma şeklinde dört başlık altında incelenebilmektedir.

#### 1.4.1.1.2.1. Doğru Akım Diyot Sıçratma

Doğru akım diyot en basit ve en eski sıçratma işlemidir. Kaplama işleminde birbirinden 100-300 mm uzaklıkta duran ve çapları 30-100 mm arasındaki iki elektrot (anot ve katot) bulunmaktadır. İki elektrot genelde birbirlerine paralel olarak yerleştirilir. Katot hem hedef malzemesinin sıçratılması için hem de kararlı ve sürekli bir plazma elde etmek için iki işlevli olarak kullanılmaktadır. Diğer elektrot altlık malzeme için tutucu görevini üstlenmektedir [36].

Bu yöntem önemli dezavantajlara sahiptir. Bunlar, düşük kaplama oranı, yüksek çalışma basıncı ve kullanılacak hedef malzemenin elektriği iletme şartıdır. Bu dezavantajlarını ortadan kaldırmak ve performansını yükseltmek için zamanla yeni yöntemler geliştirilmiştir.

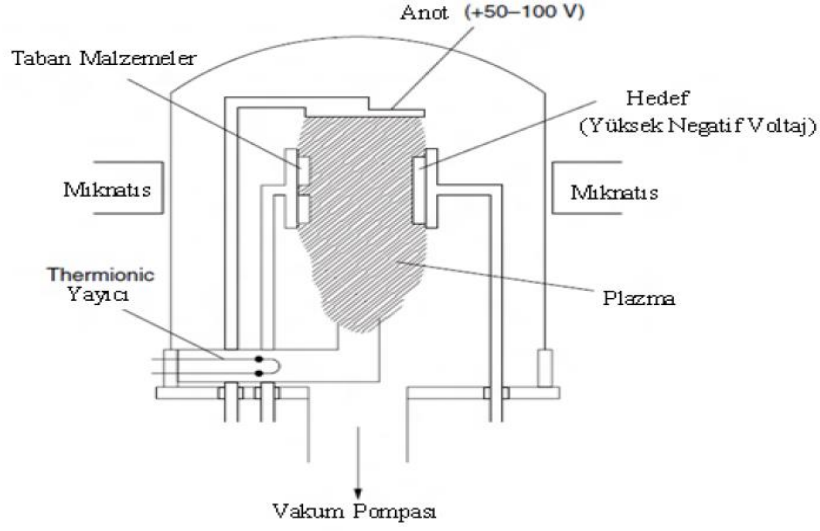
#### 1.4.1.1.2.2. Radyo Frekans Sıçratma

Doğru akım diyot sıçratma sisteminde yalıtkan malzemelerin kaplanması işlemi sırasında akkor boşalması sağlanamaz. Bunun sebebi, yalıtkan kaplama malzemesi kaynağının üzerinde pozitif yüklü iyonların birikmesidir. Bu gibi durumlarda doğru akım gerilim güç kaynağının yerine radyo frekans güç kaynağı kullanılmaktadır. Bu sistemlere radyo frekans sıçratma sistemleri denir. RF sıçratma yöntemi 1960'lı yıllarda özellikle dielektrik filmlerin kaplanmasında kullanılmaktaydı ancak günümüze bakıldığında kullanım alanları önemi derecede artmıştır [36].

Tipik bir Radyo frekans sıçratma sistemleri genellikle 5 ile 30 MHz'lik frekanslar arasında çalışmaktadırlar. Ancak, plazma sistemleri için Federal Communications Commission'un üzerinde mutabık kaldığı 13.56 MHz frekans değeri yaygın olarak kullanılmaktadır [38]. Elektrot RF jeneratörüne bağlandığı zaman, elektron ve iyonların hareketliliklerindeki farklılıklar nedeniyle elektrotta negatif gerilim oluşmaktadır [40]. RF yönteminde sıçratma oranı düşük olmasına rağmen elektriği iletmeyen hedef malzemelerin kaplanmasında kullanılmaktadır. Elektriği iletmeyen hedef malzemelerin RF yöntemiyle kaplanmasındaki en büyük dezavantajlarından biri, çoğu dielektrik malzemelerin ısı iletim katsayılarının düşük olması, ısıl genişleme katsayılarının yüksek olması ve çoğunlukla gevrek malzemeler olmalarıdır [26, 41].

### 1.4.1.1.2.3. Doğru Akım Triyot Sıçratma

Doğru akım diyot sıçratma sisteminde ısıtılmış bir flaman boşalma için ikincil bir elektron kaynağı olarak kullanılır. Bu yöntemde elektronları hapsetmek ve izolasyon olasılığını artırmak için dışarıdan mıknatıs yardımı da kullanılabilir. Doğru akım triyot sıçratma sisteminin şematik gösterimi Şekil 7’de verilmiştir.



Şekil 7. Doğru akım triyot sıçratma düzeneğinin şematik resmi [34]

Birçok triyot sıçratma tekniğinde sisteme dışarıdan bir manyetik alan uygulanmaktadır. Katottan serbest bırakılan ve anoda doğru hareket eden elektronların manyetik alanın etkisiyle çarpışma olasılığı artacağından iyonlaşma verimi de yüksek olmaktadır. Böylece daha yüksek sıçratma hızlarına ulaşılmaktadır. Triyotlar düşük basınç ve voltaj değerlerinde daha yüksek kaplama oranı sağlarlar. Triyotların dezavantajları ise eksen boyunca uniform olmayan plazma dağılımından dolayı yüzeye uniform olmayan bombardımana neden olmasıdır [34].

### 1.4.1.1.2.4. Reaktif Sıçratma

Reaktif sıçratma yöntemi 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 denir. Hedef malzemenin zehirlenmesi sıçratma oranını ve verimliliğini olumsuz yönde etkilemektedir [26].

#### 1.4.1.1.2.5. Manyetik Alanda Sıçratma

Buraya kadar ifade ettiğimiz temel sıçratma teknikleri yıllardır bilinmesine ve pek çok malzemeler bu sıçratma yöntemleriyle 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 [42]. Kullanılmaya başlandığı ilk zamanlarda kaplama özellikleri istenildiği gibi olmasa da, manyetik alanda sıçratma tekniğinde yapılan değişikliklerle günümüzde istenilen özellikte kaplamalar yapmak mümkün olmaktadır. [43].

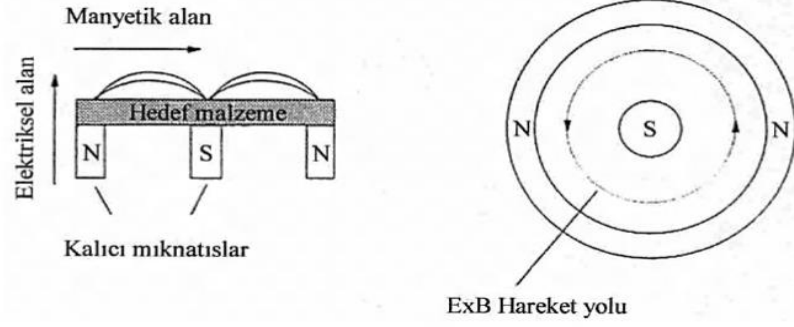
Kullanımındaki ilk olumsuzluklar dengeli manyetik alanda sıçratma ve daha sonraları dengesiz manyetik alanda sıçratma teknikleriyle aşılmıştır. İki yöntem arasındaki temel farklılık, plazmanın hedef malzeme yüzeyine hapsolme derecesidir. Geleneksel manyetik sistemlerde, plazma hedef malzeme yüzeyinden 60mm alan içerisinde yoğun bir şekildedir. Ancak geleneksel diyot sistemlere, iyonlar hedef yüzeyinden daha uzakta oluşturulmaktadır. Bu nedenle iyonların kaplama ünitesinin duvarlarına çarparak enerjilerini kaybetme ihtimalleri yüksek olmaktadır [42].

Manyetik alanda kaplama işleminde, katot yüzeyinde paralel olarak uygulanan manyetik alan elektron engelleri 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 yönelmektedir. Bu iyonlaşma mekanizması yüksek verim sebebiyle düşük voltaj ve yüksek akım yoğunluğunda çalışmaktadır. Sonuç olarak yüksek malzeme koparma hızı elde edilir [44].

Günümüzde ince film kaplamada birçok manyetik sıçratma sistemleri kullanılmaktadır. Bunlardan en önemlileri silindirik değilse düzlemsel şekilde olmaktadır [36].

Doğru akım diyot sistemlerde, katottan çıkartılan elektronlar hızlı bir şekilde katottan uzaklaşır. Böylece plazma boşalmasını verimli bir şekilde besleyememekteydiler. Bu durum uygun bir manyetik alan kullanılarak, elektronlar hedef yüzeyinde kalacak şekilde ilerlemesi ve magnetlerin uygun düzenlenmeleri sayesinde elektronların hedef yüzeyinde daire

çizimleri sağlanabilmektedir. Yüksek elektron akısı yüksek yoğunlukta bir plazma sağlamaktadır [26, 40]. Dairesel düzenli manyetik alan şematiği Şekil 8’de verilmektedir. Şekilde hareket yolunu ifade eden  $E \times B$  değerinde, E elektrik alanı, B ise manyetik alanı ifade etmektedir.



Şekil 8. Dairesel düzenli manyetik alan

Manyetik sıçratma teknolojisi 1970’den bu yana aşamalı olarak endüstriyel uygulamaların kapsamına girmiştir. Dekorasyon alanında, yarıiletken ve süperiletken ince film üretiminde kullanımı hızla yaygınlaşmaktadır [45].

#### 1.4.1.1.2.5.1. Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma

Dengesiz manyetiklik kavramı ilk olarak Window ve Savvides (1986) tarafından değişik manyetik sistemlerin diğer geleneksel manyetik sistemler üzerindeki etkilerini incelemiş oldukları çalışmalarda kullanılmıştır. Bu yöntemde mıknatıslarla taban malzeme yüzeyleri arasındaki mesafeyi artırdığımızda taban malzeme yüzeyi üzerindeki iyon akımı azalmaktadır. Bu azalmada yüzeyin bombardıman verimliliğini azaltmaktadır. Bu olumsuzluğu gidermek için iki yöntem kullanılmaktadır. Birincisinde ortama ilave iyon göndermek, diğerinde ise dengesiz mıknatıslarla plazmanın tutulmasıdır.

Taban malzemeye yüksek iyon akımı göndermek ve enerjiyi değiştirebilmek, dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemini çok yönlü kaplama sistemi haline getirmiştir. Bu yöntemle kaplama parametreleri geniş bir aralıkta değiştirilerek çok kaliteli kaplamalar elde edilebilmektedir [46].

Dengesiz manyetik sistem, bazı elektronların ortamdan kaçmasına müsaade eden manyetik konfigürasyon sistemidir. Aslında birçok mıknatıs belli derecede dengesizliğe

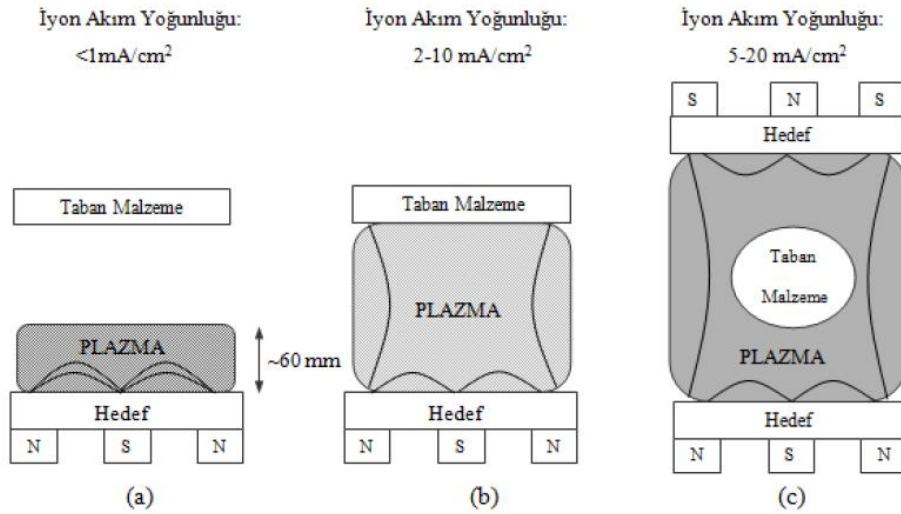
sahiptir. Ancak dengelenmemiş manyetik alan sistemlerde elektronların bilerek katot yüzeyinden daha uzakta da plazma oluşturabilmeleri için elektronların kaçmasına müsaade edecek şekilde dizilirler. Manyetik alan oluşturabilmek için sürekli mıknatıs ya da elektro mıknatıs kullanılabilir [26].

#### 1.4.1.1.2.5.2. Kapalı-Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma

Dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemlerinin sağladıkları faydalara rağmen, karmaşık şekilli parçaların uniform olarak kaplanmalarında bir takım zorluklara sahiptirler. Bu nedenle bu teknolojiyi ticari olarak kullanmak için çok mıknatıslı sistemler üretilmiştir. Bu sistemlerde mıknatıslar özdeş ya da karşıt kutuplu şekilde düzenlenmektedirler. İlk durumda “aynalı” daha sonraki durumda da “kapalı alan” sistemler geliştirilmiştir.

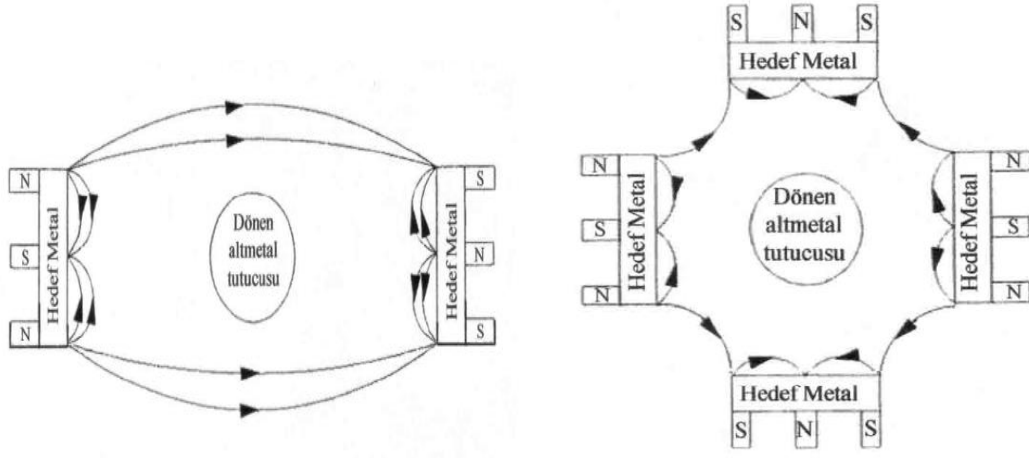
İlk durumdaki aynalı sistemlerde manyetik alan çizgileri kaplama odası duvarlarına doğru gitmektedir. Ancak bu sistemde çizgileri takip eden ikincil elektronların plazmadan kaçmasına neden olarak malzeme bölgesindeki plazma yoğunluğu azalmaktadır.

Daha sonra gelişen kapalı alan sistemlerde ise, manyetik alan çizgileri birbirleriyle bağlanmaktadır ve ikincil elektronlar için kapalı bir tuzak oluşturmaktadırlar. Böylece elektronların dışarı kaçma ihtimali azalmasından dolayı, taban malzeme bölgesinde yoğun bir plazma meydana gelmekte ve buda filmin uğrayacağı iyon bombardımanını artırmaktadır. Geleneksel dengeli, dengesiz ve kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma sistemlerinin karşılaştırması Şekil 9’da gösterilmiştir.



Şekil 9. Farklı manyetik alanda sıçratma yöntemleri kullanılarak oluşturulan plazma bölgeleri a) dengeli b) dengesiz c) kapalı alan dengesiz sistem [47]

Kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma sistemi Şekil 10'da verilmektedir [42].



Şekil 10. Kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma yöntemlerinin şematik gösterimi [42]

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 [47].

### 1.5. Takım Çelikleri

Günümüzde sanayide 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 takımların imal edilmesi için kullanılan yüksek nitelikli çeliklerdir. Uygulama alanlarına, kullandıkları sıcaklık aralığına ve içerdikleri alaşım elementlerine bağlı olarak 4 ana gruba ayrılır. Bu sınıflandırma sıcak iş takım çelikleri, soğuk iş takım çelikleri, yüksek hız takım çelikleri ve plastik kalıp çelikleridir.

Soğuk iş takım çelikleri yaygın olarak kesme, eğme, form verme, bükme kalıplarında ve 200°C'nin altında çalışırken, Yüksek Hız Takım Çelikleri ise genellikle diğer takımların işleme ve talaşlı imalatında, 400-600°C aralığında kullanılırlar. Diğerlerine göre daha kısa bir geçmişi olan Plastik Kalıp Çelikleri ise korozyon dirençleri ve parlatılabilme özelliklerine sahiptirler.

Sıcak iş takım çelikleri sıcak aşınma direnci, ısı iletkenliđi, meneviş direnci ve yüksek tokluđu sahip malzemelerdir. Sıcak iş takım çeliklerinden üretilenlere örnek olarak metal enjeksiyon kalıpları, dövme kalıpları, ekstrüzyon profil kalıpları ve sıcak dövme yoluyla şekillendirilen pres takımları verilebilir.

Bu çalışmanın konusu da ekstrüzyon kalıp aşınma sorunlarının çözümü olduđu için, ekstrüzyon kalıp malzemesi olarak kullanılan sıcak iş takım çeliklerinin üzerinde durulması gerekmektedir.

### 1.5.1. Sıcak İş Takım Çelikleri

Sıcak iş takım çelikleri yüksek sıcaklık (200°C ve üzeri) uygulamalarda kullanılmakta olup AISI sınıflandırma sisteminde H (Hot Work) harfi ile simgelenen takım çeliđi grubudur. Sıcak iş takım çeliklerinin kullanım alanları geređi sahip olması gereken en temel özelliđi uygun kimyasal kompozisyonu sayesinde tekrarlanan sıcak şekillendirme uygulamalarında yumuşamaya karşı yeterli dayanım göstermesidir. Ayrıca yüksek sıcaklıkta mekanik özelliklerini korumaları gerekmektedir.

Sıcak iş takım çeliklerinin kullanım alanları içinde en büyük kısmı metal malzemelerin şekillendirilmesi oluşturmaktadır. Cam ve plastik esaslı malzemelerin üretiminde ve bazı makine donanımlarının imalinde çok düşük oranlarda da sıcak iş takım çeliđi kullanılmaktadır.

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

H11, H12, H13 çelikleri; H10- H19 arası sıcak iş takım çelikleri en düşük karbon (%0,35-%0,40) ve en düşük toplam alaşım elementlerini içermektedirler. Karbon oranının düşük olması bu çeliklere yüksek tokluk kazandırmaktadır. Karbür yapıcı elementlerin varlığından dolayı da ikincil sertleşme özelliđi taşırlar. H11, H12 ve H13 en çok kullanılan sıcak iş takım çelikleridir. Özellikle basınçlı döküm kalıpları, sıkma kalıpları, sıcak makaslar, dövme kalıpları uygulamalarında en çok kullanılanlardır. 540°C sıcaklıklarda çalışabildiklerinden beyaz metal ve alüminyumun basınçlı döküm sıkma kalıpları için kullanılan en uygun çeliklerdir.

Yukarıda belirtilen durumlar sonucunda, 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.

#### **1.5.1.1. H13 ile İlgili Yapılan Literatür Çalışması**

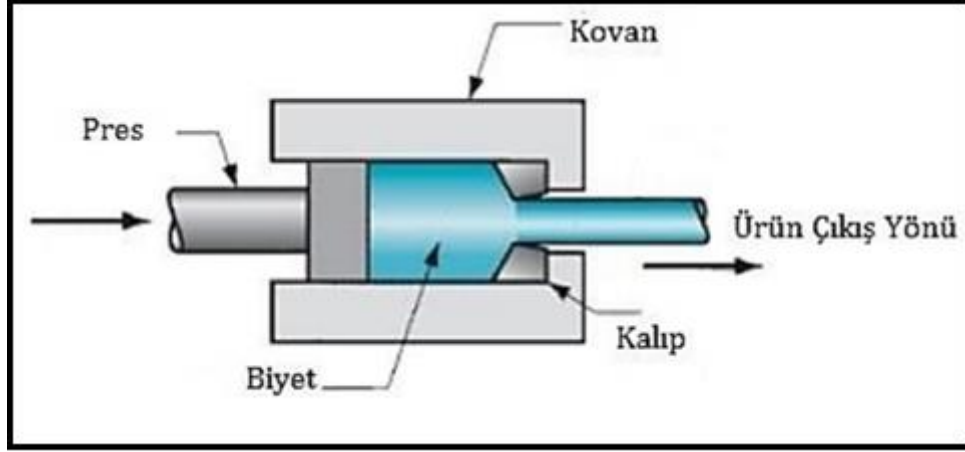
AISI H13 sıcak iş takım çeliğinin oda sıcaklığındaki ve yüksek sıcaklıklardaki aşınma davranışları birçok araştırmacı tarafından ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. Yapılan çalışmaların birinde, AISI H13 çelik yüzeyine biriktirilmiş TiAlCrN ve TiAlN kaplamaların karşılaştırılması yapılmış ve TiAlCrN tabakası ile kaplanmış olan takımın ömrünü iki kat artırdığı belirlenmiştir [48].

Kim ve arkadaşlarının yapmış olduğu bir çalışmada, CrZrN ince film kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi uygulanmıştır. Sonuçlar incelendiğinde artan Zr miktarı ile daha yoğun ve kompakt bir yapı oluştuğu gözlenmektedir. Ayrıca kaplamanın sertliği 34 GPa değerinde olduğu ve aşınma davranışının CrN kaplama ile karşılaştırıldığında büyük oranda iyileşme görüldüğü ifade edilmektedir [49].

AISI H13 çelik numunenin üzerine radyo frekans manyetik sıçratma yöntemi ile CrAlN ince film kaplanmıştır. Sonuçlara bakıldığında, bu kaplama tabakası yüzeyin korozyon dayanımını kayda değer bir şekilde artırdığı gözlenmiştir. Ayrıca ölçümler sonucunda, yüzey sertliği 30 GPa, kaplama tabakasının scratch direncinin 59 N değerinde olduğu rapor edilmektedir [50].

#### **1.6. Çalışmanın Amacı ve Kapsamı**

Günümüz sanayisinde, üretimde kullanılan yöntemler arasında en önemlilerinden biri ekstrüzyon yöntemidir. Ekstrüzyon yönteminde malzeme kovan içine yerleştirilmekte ve üzerine bir zımba vasıtasıyla baskı uygulanarak kovanın diğer tarafından çıkmaya zorlanmaktadır. Bu sayede malzeme, uygulanan kuvvetle kovanın çıkış tarafına yerleştirilmiş olan, istenilen geometrideki matris adı verilen, kalıp içerisinden geçirilerek kalıp geometrisinde uzun ürünlerin üretimi gerçekleştirilmektedir. Bu üretim yöntemi genellikle hafif metaller (Al, Cu, Mg, vs.) için uygulanmaktadır. Ekstrüzyon yönteminin şematik gösterimi Şekil 11’de verilmiştir.



Şekil 11. Ekstrüzyon yöntemi şematik görünümü

Elde edilen parçanın, istenilen geometrik özelliklerde olması ve bu geometrinin üretim süresince daha önce belirlenen tolerans aralığında kalabilmesi, öncelikli olarak kalıp malzemesinin aşınma davranışına bağlı olmaktadır. Genelde ekstrüzyon yöntemlerinde, imal edilen kalıplar uygun ısıl işlemlere tabii tutularak hazırlanmakta ve işleme hazır hale getirilmektedir. Kalıpların kullanımı ile elde edilen ürünün üretim miktarı, kalıp malzemesinin gösterecek olduğu mekanik ve tribolojik özelliklerle doğrudan bağlantılıdır. Kullanım sırasında kalıp aşınarak hasar görmekte veya oluşan aşınma miktarı kalıp üzerindeki imalat kanallarının aşınmasına yol açmaktadır. Böylece, kalıbın kullanım sınırlarının aşılması, üretilen ürünün boyutlarında değişikliğe neden olmakta ve sonuçta kalıp kullanılamaz hale gelerek değiştirilmesi gerekmektedir. Bu durum, imalatta kalıp ve işçilik maliyetlerinin artmasına ve hatalı ürün oluşmasına neden olmaktadır. Dolayısıyla, kalıpların aşınma dirençlerinin artırılması, kalıbın kullanım ömrünün artmasına ve elde edilecek ürünün maliyetine olumlu yönde katkı sağlayacaktır.

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 bağlıdır.

Kalıpların tribolojik etkiye maruz kalan yüzeylerine yapılacak uygun yüzey işlemleri ile bu kalıpların kullanım ömürleri ve çalışma performansları artırılabilir. Gelişen teknoloji ile beraber son yıllarda, termomekanik işlemler ve elektrokimyasal yöntemlerle elde edilen kaplamalara ek olarak takım malzemesi yüzeyini korumak, termal çatlakların oluşumunu ve yayılmasını önleyebilmek/geciktirebilmek amacıyla takımların yüzeylerine aşınmaya dirençli sert seramik tabaka kaplamalarının uygulanması giderek

yaygınlaşmaktadır. FBK yöntemiyle ile üretilen sert seramik kaplamaların ekstrüzyon kalıbına sağladığı faydalar şöyle sıralanabilir;

- Kalıba daha az sıklıkta bakım uygulanması,
- Kaplamanın yağlayıcı ve ayırıcı gibi davranması,
- Kalıp yağlayıcılarının daha az kullanılması,
- Kalıbın termik çatlama karşı direncini artırmak,
- Kalıp ömrünü artırmaktır.

Bahsi geçen ekstrüzyon yöntemi, aynı zamanda alüminyum alaşımlarından imal edilen çeşitli profillerin üretiminde de en etkili yöntemlerdendir. Ekstrüzyon yönteminde en kritik ve imalat süresince belli bir 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. Bu çelikler pek çok üstün özelliklere sahip olmalarına rağmen, yüksek sıcaklıkta mukavemeti ve aşınma direncini artırmak için çalışmalar yoğun bir şekilde sürmektedir.

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



## **2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR**

### **2.1 Numunelerin Hazırlanması**

Deney işlemleri öncesinde taban malzeme olarak kullanılacak AISI H13 sıcak iş takım çeliği ticari olarak satın alınmıştır. Alınan çelik istenilen boyutlara (30 mm çap ve 4mm kalınlık) getirilerek kaplama numunelerinin işlem görmemiş ilk hali elde edilmiştir. Disk haline getirilen malzemeler, literatüre uygun olarak, 650°C’de gerilme giderme tavlamasına tabii tutulup daha sonra, 1030°C’den yağda soğutularak sertleştirilmiştir. Ardından sırayla 500 ve 575°C’de tekrarlı olarak menevişleme işlemine tabi tutularak ortalama 53 HRC sertlik değeri elde edilmiştir. Bu işlemlerden sonra, numunelere 540°C sıcaklık seviyesinde tekrar gerilim giderme işlemi uygulanmış ve bu işlem sonucunda numunelerin sertlik değerlerinde bir değişiklik meydana gelmemiştir. Sertleştirilen ve menevişlenip, gerilme giderme işlemine tabi tutulmuş olan numunelerin yüzeylerine kaplama işlemleri öncesinde zımparalama ve parlatma işlemleri uygulanmıştır.

Yapılan bu işlemler sonunda numunelerin yüzey pürüzlülük değerlerinin 0,83-2,01µm seviyesinde olduğu ölçülmüştür.

### **2.2 Kaplama İşlemlerinde Kullanılan Yöntem**

Yapılan değerlendirme 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 dört tane mıknatıs kullanılarak kapalı bir manyetik alan oluşturulmak üzere, plazmanın manyetik alan çizgileri içerisinde kalarak numune yüzeyine daha iyi nüfuz etmesi sağlanmaktadır. Sistemin dengesiz olmasının nedeni, mıknatıslardan uzakta plazma oluşumunu sağlamak içindir. Kullanılan bu kaplama işleminin 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 olmasını sağlamıştır. Başka bir önemli etken ise, hedef malzeme zehirlenmesi olumsuzluğunun da tıpkı ark oluşumu gibi az olmasıdır.

### 2.3 Kaplama İşlem Parametrelerinin Belirlenmesi

Kaplama işleminde 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 gösterebilmektedir. Bu parametreler; bias gerilimi, çalışma basıncı, hedef malzeme akımı, taban malzeme sıcaklığı, hedef ve taban malzemenin yerleştirilme şekli, yeri, görev zamanı, frekans, taban malzeme ile hedef malzeme arasındaki mesafe şeklinde sıralanmaktadır. Bu parametreler kaplama işlemi boyunca sürekli birbirleriyle etkileşim halinde bulunmaktadır ve her bir parametrenin kaplama özelliklerine kendine özgü bir etkisi olmaktadır [51].

Kaplama parametrelerinin, kaplama özelliklerine etkisini belirlemek amacıyla parametrelerden biri veya birkaç tanesinin 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 sonucu haliyle uzun çalışma zamanı ve yüksek maliyet gibi güçlük oluşturacaktır. Karşılaşılabilecek bu güçlükleri aşabilmek için geliştirilen deney tasarım yöntemleri, pek çok değişken parametrelerin farklı seviyeleri arasından optimum kombinasyonu saptamasıyla, karmaşık olan işlemlerin optimize edilmesini sağlayarak çeşitli şekillerde uygulanabilmektedir [52]. Deney tasarımı yöntemleri arasında en yaygın uygulananlardan biri Taguchi yöntemidir. Bu yöntemde, değişken parametreler kullanılarak yapılan deneylerden elde edilen sonuçlar Sinyal/Gürültü (S/N) oranları istatistiksel olarak hesaplanarak değerlendirilebilmektedir [53]. Burada sinyal değeri ölçülmek istenen değer, gürültü değeri ise ölçülmüş olan değer içerisinde istenilmeyen faktörlerin etkinliğini göstermektedir. Hesaplanan S/N oranlarının grafikleri çıkartılarak hangi değişken parametrenin kaplama üzerinde etkin olduğunu ifade etmektedir. Parametrelerin etki dereceleri S/N oranlarının delta istatistiğine göre hesaplanmaktadır. Delta istatistiği aynı seviyenin S/N ortalamalarının en büyüğünün en küçüğünden çıkarılmasıyla hesaplanabilmektedir. Taguchi deney tasarım yönteminde S/N oranları, daha küçük daha iyi, daha yüksek daha iyi ve nominal değer için daha iyi olarak değerlendirilmeye alındığı üç farklı ölçüte göre analiz edilmektedir.

Bu deneysel çalışma için  $L_9 (3^3)$  ortogonal dizin tasarımı kullanılmıştır. S/N oranına ek olarak kaplamaların özelliklerine etki eden parametrelerin önemlilik seviyelerinin belirlenebilmesi için ANOVA yöntemi kullanılmıştır.

Çalışmada, yapılmış olan literatür incelemelerinin ışığında bias gerilimi, çalışma basıncı ve Zr hedef akımı olmak üzere 3 değişken parametre kullanılmıştır. Literatürde yapılan pek çok çalışmada bias geriliminin, kaplamanın yüzey morfolojisine, kalınlığına ve tribolojik özelliklerine önemli bir etkilerinin olduğu ifade edilmiştir [54, 55]. Yüksek enerjili iyon ve atomların kaplama yüzeyine çarpmaları, yüzey morfoloji özelliklerine birçok farklı etkide bulunmaktadır. Yükselen 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 böylece kaplamanın daha kararlı şekilde büyümesini sağlamaktadır. 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 olduğu görülmüştür. Yüzeydeki atomların geri sıçraması nedeniyle kaplama hızı da düşüş görülmektedir. Bias gerilimi ile kaplama kalınlığına arasındaki ilişkiye bakıldığında, artan bias gerilimi ile birlikte kaplamanın maruz kaldığı iyon bombardımanının oluşturduğu çekiçleme (ion peening effect) etkisiyle kaplama kalınlığının azaldığı sonucuna ulaşılmıştır.

Deneyde kullanılacak olan elementler literatür çalışmaları incelenerek sanayi uygulamalarında ihtiyaçları karşılaması amacıyla seçilmiştir. Birçok çalışmada Ti bazlı kaplamalara Al eklenerek sürtünme katsayısının düşürülmesi sağlanmıştır. Ayrıca malzeme yüzeyinde oluşan  $Al_2O_3$  yapısı sayesinde kaplamaların oksitlenme sıcaklıklarının yükseldiği rapor edilmiştir [56]. Zr elementi ve ZrN bileşiğine son yıllarda ilgi giderek artmaktadır. Bunun başlıca nedenleri; yüksek sertlik, yüksek termal ve kimyasal kararlılık, iyi aşınma direnci, yüksek elektrik iletkenliği şeklinde sıralanabilmektedir [12].

Bu araştırmalar sonucunda, bu çalışmada hedef malzeme olarak Ti, Al, Zr, reaktif gaz olarak N kullanılmıştır. Kaplamanın yapısında Ti, Al, Zr elementlerinin azotlu bileşikleri oluşturularak yüksek sertlik ve düşük sürtünme katsayısı gibi özelliklere sahip bir kaplama tabakası elde edilmiştir. Bunun yanında yapıda bulunan Zr elementinin yüksek sıcaklıktaki termal kararlılığı sayesinde yüksek sıcaklık uygulamalarında üstün aşınma direnci elde edilmesi amaçlanmıştır.

## 2.4. Kaplama İşlemi

Deney öncesinde, kaplama sistemi ayrıntılı bir şekilde temizlenerek kaplama işlemine hazır hale getirilmiştir. Kaplama için belirlenen TiAlZrN dereceli (graded) filmlerin üretilebilmesi için kullanılan kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yönteminde kullanılan kaplama parametreleri Tablo 1'den gösterilmektedir. Kaplamalarda incelenecek olan değişken parametreler Zr hedef akımı, Bias gerilimi ve çalışma basıncı olarak belirlenmiştir. Bu değişken parametreler optimum olarak Zr hedef akımı 3A, Bias gerilimi 75V ve çalışma basıncı  $2,5 \times 10^{-3}$  Torr değerlerinde belirlenmiştir.

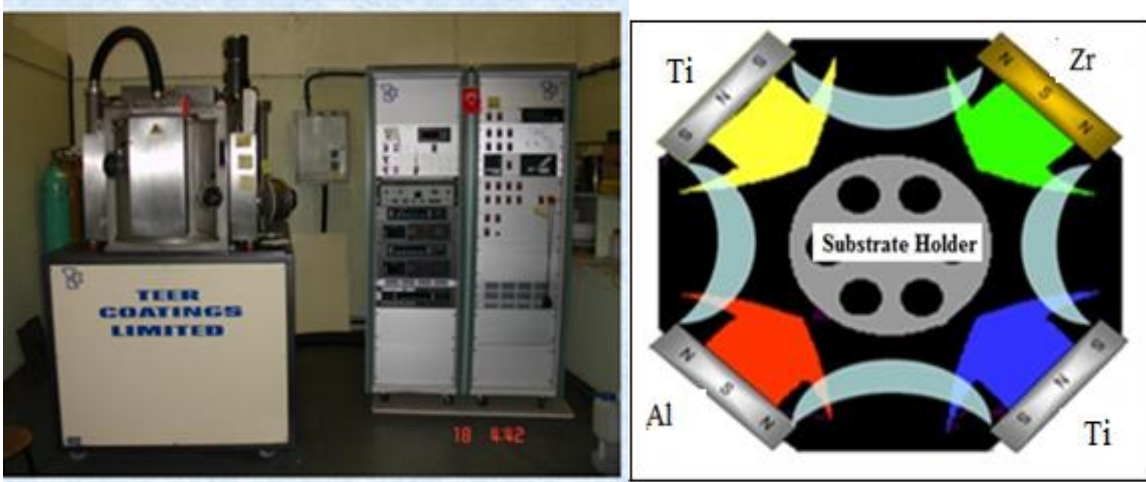
Tablo 1. TiAlZrN dereceli film kaplama parametreleri

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

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 ( $\mu$ s)	2,5

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

Kaplama yapılması için sistemde Al, Zr ve Ti olmak üzere 3 hedef malzeme kullanılmıştır. Hedef malzemeler Al, Zr ve Ti Şekil 12'de gösterildiği gibi sisteme yerleştirilmiştir.

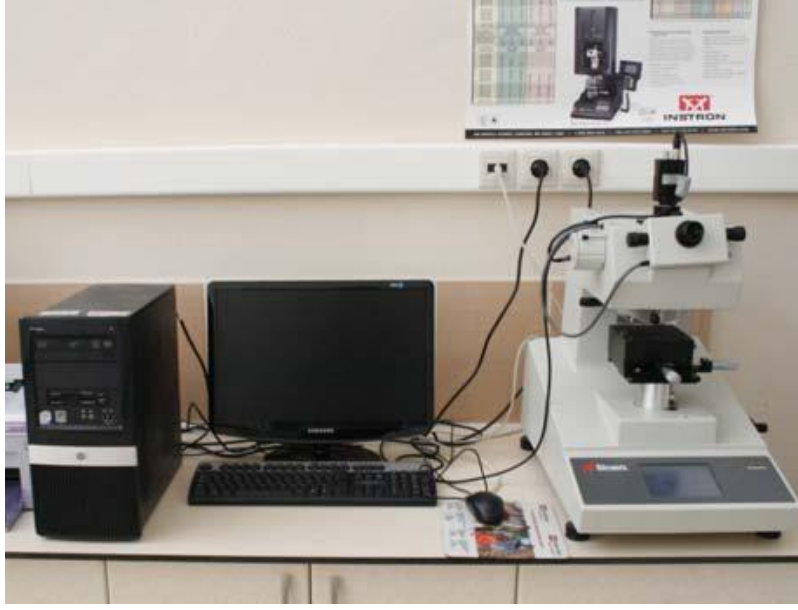


Şekil 12. DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma cihazı ve Hedef malzemelerin yerleştiriliş biçimi

Kaplama işleminden önce taban malzemenin yüzeyinde oluşabilecek kirlilikleri temizlemek amacıyla 15 dakika süreyle iyon temizleme işlemi gerçekleştirilmiştir. İyon temizleme için soygaz argon atmosferi kullanılmıştır. Malzemeye uygulanan iyon temizleme işleminden sonra kaplama ile taban malzeme arasındaki adezyonu artırmak, oksitlenme direncini artırmak ve film taban malzeme ara yüzünde oluşabilecek artık gerilmeleri azaltmak amacıyla 5 dakika süreyle Ti ara tabakası kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir [94]. Bu işlemin sonrasında yüksek sıcaklık nedeniyle biriken ısı gerilmeleri azaltmak amacıyla, 15 dakika boyunca TiN, 20 dakika boyunca TiAlN ve 20 dakika boyunca TiAlZrN tabakaları numune yüzeyine kaplanmıştır. Bu işlemler sırasında, yapısal deneylerde kullanılmak üzere H13 numunelerle birlikte aynı ortama cam levha ve silisyum wafer altlıkları yerleştirilmiş ve aynı kaplamanın özdeş olarak bu altlıklara da kaplanması sağlanmıştır.

## 2.5. Mikrosertlik Testleri

TiAlZrN dereceli kaplamanın ortalama mikrosertlik değerleri Şekil 13'te görülen Buehler marka mikrosertlik ölçüm cihazı kullanılarak, her bir numune için 25 gr yük altında 10 saniyelik çalışma süresinde 5 adet ölçüm alınarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 13. Mikrosertlik ölçüm cihazı

## 2.6. Yapısal İncelemeler

Kaplanan malzemelerin yapısal özelliklerin incelenmesi amacıyla, silisyum wafer altlık üzerine biriktirilmiş kaplama numuneleri kullanılmıştır. Yapılan incelemeler,  $\lambda=1,5405 \text{ \AA}$  dalga boyuna sahip  $\text{CuK}_\alpha$  radyasyon kaynaklı X-ray Difraktometre cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir numune,  $2\theta = 5 - 100^\circ$  tarama aralığında, 3 derece/dk tarama hızında ve 0,05 derece tarama adım değerlerinde incelenmiş ve kaplamadan elde edilen X-Ray grafikleri, literatür ile karşılaştırılarak değerlendirmeleri yapılmıştır. Kaplamaların kimyasal bileşimleri, mikro yapı özellikleri, kalınlıkları, aşınma yüzeyi fotoğrafları taramalı elektron mikroskobu ve EDS yöntemi kullanılarak karakterize edilmiştir.

## 2.7. Çizik Testi Deneyleri

AISI H13 taban malzeme yüzeyine biriktirilen  $\text{TiAlZrN}$  dereceli kompozit kaplamaların taban malzeme yüzeyine yapışma dayanımlarını ölçebilmek için çizik deneyi (scratch resistance) CSM firması tarafından üretilmiş olan Revester model çizik deneyi test cihazı kullanılmıştır. Deneyler için uç çapı 200  $\mu\text{m}$  olan standart Rocwell C tipi uç kullanılmıştır. Deneylerde, 10 mm/dk'lık kayma hızı ve 100 N/dk'ya kadar artırılan yükler

kullanılmıştır. Deney sonrasında meydana gelen çizikler SEM yardımıyla görüntülenerek karakterize edilmiştir.

## 2.8. Tribolojik Özelliklerin Belirlenmesi

H13 sıcak iş takım çeliği üzerine kaplanan TiAlZrN kaplamaların tribolojik özelliklerini belirlemek amacıyla Şekil 14 ve Şekil 15'te görülen DUCOM firmasına ait bilgisayar kontrollü ball-on disk test cihazı kullanılmıştır. 60 mm/sn çevresel hızda, 2 farklı yük değerinde yapılan deneylerde kullanılan deney parametreleri Tablo 2'de verilmiştir.



Şekil 14. Ball on disk esaslı sürtünme ve aşınma deney düzeneği



Şekil 15. Sürtünme aşınma deney düzeneğinin ayrıntılı görünümü

Tablo 2. Triboloji deney parametreleri

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

Deney sonrasında aşınma hacimleri, optik profilmetre yardımıyla görüntülenmiştir. Aşınma hızı ise aşağıda verilen Archard aşınma denklemiyle hesaplanmıştır.

$$W = \frac{V}{P \cdot d} \left( \frac{\text{mm}^3}{N \cdot m} \right) \quad (1)$$

Burada W aşınma hızı, V aşınma hacmi (mm<sup>3</sup>), P uygulanan yük (N) ve d aşınma mesafesi (m).



### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 3.1. Kaplamaların Yüzey Morfolojilerinin İncelenmesi

Hazırlanan H13 çelik numunelerin yüzeyleri, DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemiyle, farklı kaplama parametreleri kullanılarak, amaçlanan TiAlZrN tabakası ile kaplanmıştır. Kaplama işlemi gerçekleştirilirken, çelik numunelerle birlikte aynı ortama yerleştirilmiş olan cam levha altlıklar da kaplanarak, kaplama tabakasının yüzey morfolojileri taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) incelenmiştir. İncelemeler sonucunda elde edilen yüzey görüntüleri Şekil 16-24'de verilmiştir. Üretilen kaplamalar metalik açık sarı bir renkte olup, parlak bir yüzey görünümüne sahiptir. Görüntülere bakıldığında TiAlZrN kaplamalarının genel olarak gözenekli, yoğun, kolonlu ve düzgün bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Oluşan bu yapılar, uygulanan manyetik sıçratma yöntemi işleminde üretilmeye çalışılan TiAlZrN tabakasının ergime sıcaklığına, erişilen numune sıcaklığı, ortam basıncı ve azot kısmi basıncı değerlerine bağlı olarak film büyüme modellerine uygun şekilde meydana gelmektedir [29, 30].

Uygulanan deney parametreleri açısından incelediğinde, her kaplama parametresinin kaplama üzerinde farklı etkilere sahip olduğu bilinmektedir. Bu çalışmada değişken parametrelerden olan bias gerilimi artırılmasıyla, kaplamaları oluşturan atomlar daha yüksek enerjiye sahip olarak parça yüzeyine çarptıklarından daha yoğun bir yapının oluşmasını sağlamaktadırlar [58]. Kaplama tabakasının büyümesini etkileyen bir diğer etken ise artan bias geriliminin yüzeye çarpan iyonların enerjisini artırmakta ve bu iyonların yüksek enerji ile büyümekte olan film yüzeyine çarpmaları sonucunda yüzeyden atomların geri sıçramalarına neden olmasıdır. Bu etki de kaplamanın büyüme hızının azalmasına yol açmaktadır.

Cam altlıklar üzerinde biriktirilmiş olan kaplama tabakasının incelenen yüzey SEM görüntüleri üzerinde yapılan tane boyutu hesaplamalarından elde edilen değerler Tablo 3'te verilmiştir. Hesaplanan bu boyutların yaklaşık 290 nm ile 440 nm aralıklarında oldukları belirlenmiştir.

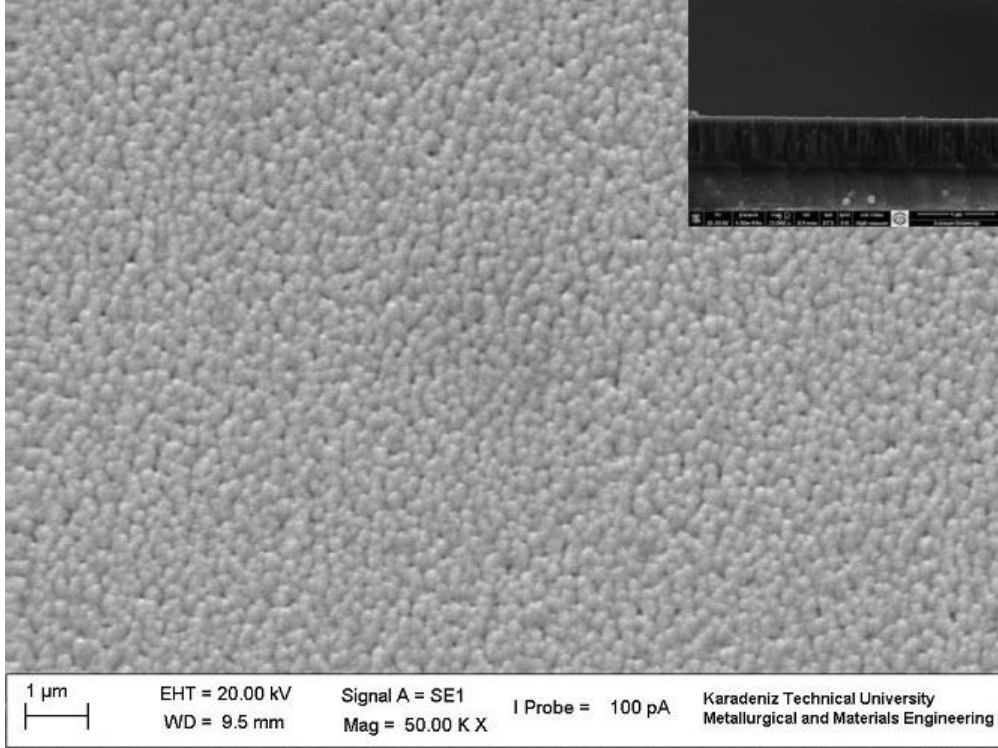
Tablo 3. Kaplamalardan elde edilen tane boyutu ölçüleri

Numune Adı	Tane Boyutu (nm)
R1	355±50
R2	380±50
R3	440±50
R4	325±50
R5	385±50
R6	345±50
R7	290±50
R8	335±50
R9	320±50

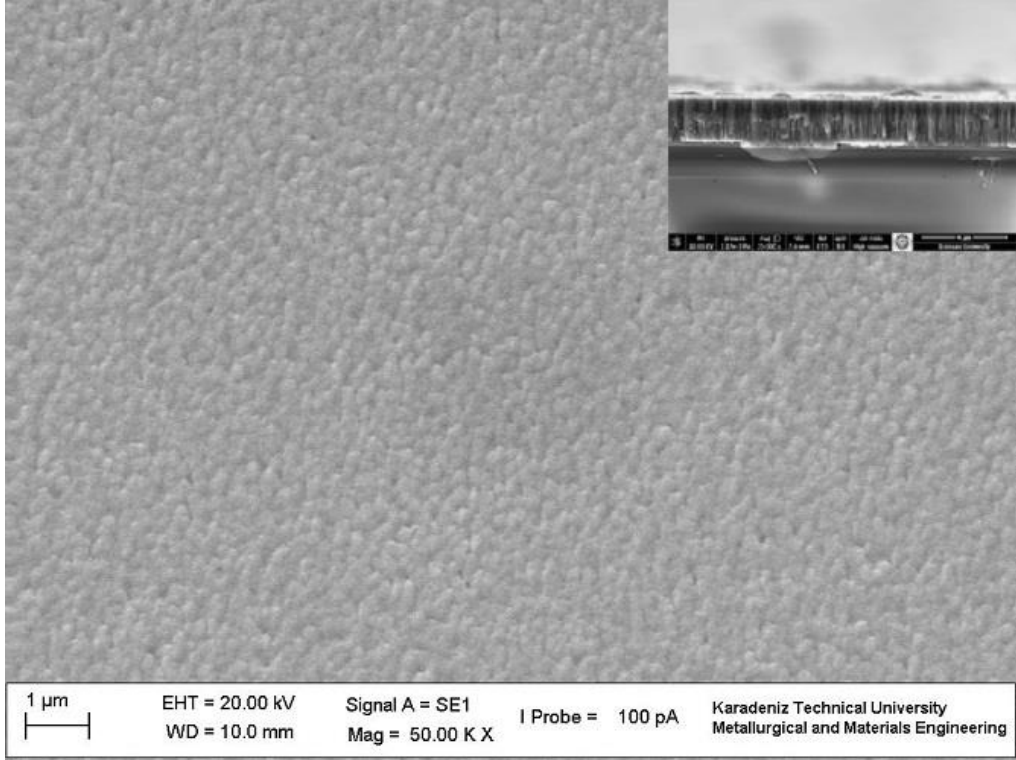
Tane boyutu ölçümleri, elde edilen mikroyapı görüntüleri üzerinden, kesişim (intercept) metodu kullanılarak hesaplanmıştır. Hesaplanan tane boyutu değerleri ve R1, R4 ve R7 numunelerinin görüntüleri incelendiğinde bias voltajın ve Zr akımının artmasıyla birlikte daha ince taneli ve daha kompakt yapıya sahip kaplamaların elde edildiği görülmektedir. Yüksek Zr akımı (5A) ve yüksek bias gerilimi (-90V) ile taban malzeme yüzeyine ulaşan iyonların yoğunluğunda artış olmaktadır. Malzeme yüzeyinde oluşan bu yoğun iyon bombardımanı etkisiyle daha fazla çekirdeklenme bölgeleri oluşturarak yapının daha ince taneli yapmaktadır. R1 numunesindeki daha büyük tane yapısının, adatomların (absorbe olmuş atomlar) hareketliliğinin daha düşük olmasından kaynaklandığı öngörülmektedir. Bias gerilimi arttıkça kaplama tabakası tanelerinin daha küçük bir hal alması, daha önceki çalışmalarla da uyumlu olmaktadır [59, 60]. Yapılan bir araştırmada farklı bias gerilimleri kullanılarak üretilen kaplama tabakaları incelendiğinde bias geriliminin artmasının iyon hareketliliğini artırdığı vurgulanmıştır [59]. 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 görülmüştür [60].

Deneylerde bias geriliminin -90V değerinde sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numunelerinin SEM görüntüleri Şekil 22-24'de verilmiştir. En düşük çalışma basıncı ve en yüksek Zr akımı değerleri kullanılarak yapılan R7 numunesinin yüzey görüntüsü

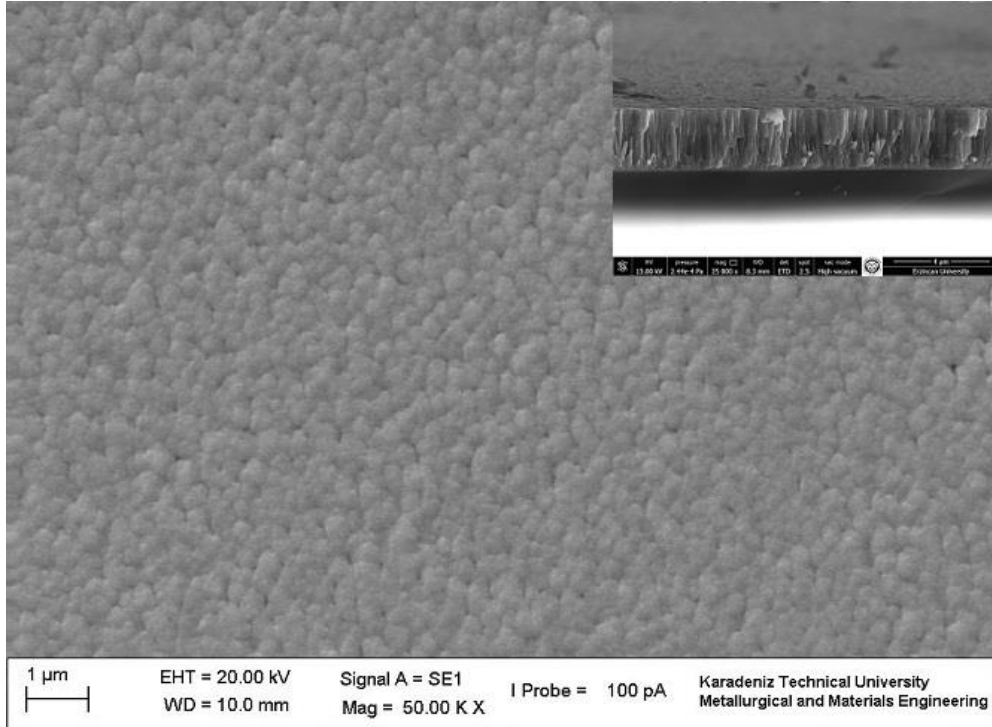
incelendiğinde en ince tane boyutunun bu numunede olduğu görülmüştür. R7 numunesinin en yüksek Zr akımı ve en düşük çalışma basıncına sahip olması nedeniyle biriktirilen atomların taban malzeme yüzeyine hareketleri esnasında çarpışabilecekleri gaz atomlarının daha az miktarda olmasından kaynaklandığı yorumuyla açıklanabilmektedir. Kaplama işlemi yapılması için saçtırılan atomlar, daha yüksek çalışma basınçlı ortamlara karşın daha yüksek enerjiye sahip olarak taban malzeme yüzeyine çarpmaktadırlar. Daha öncede bahsedildiği üzere yüzeydeki atom hareketliliğinin artması ile birlikte daha ince tane boyutlu ve kompakt bir yapı elde edilmiştir [61]. Bu durum R1, R2 ve R3 numunelerinin yüzey görünümleri tarafından da doğrulanmaktadır. R1 numunesinde çalışma basıncı  $2 \times 10^{-3}$  Torr değerinde iken R3 numunesinde  $3 \times 10^{-3}$  Torr değerine artığında, daha iri taneli bir yapının elde edildiği görülmektedir.



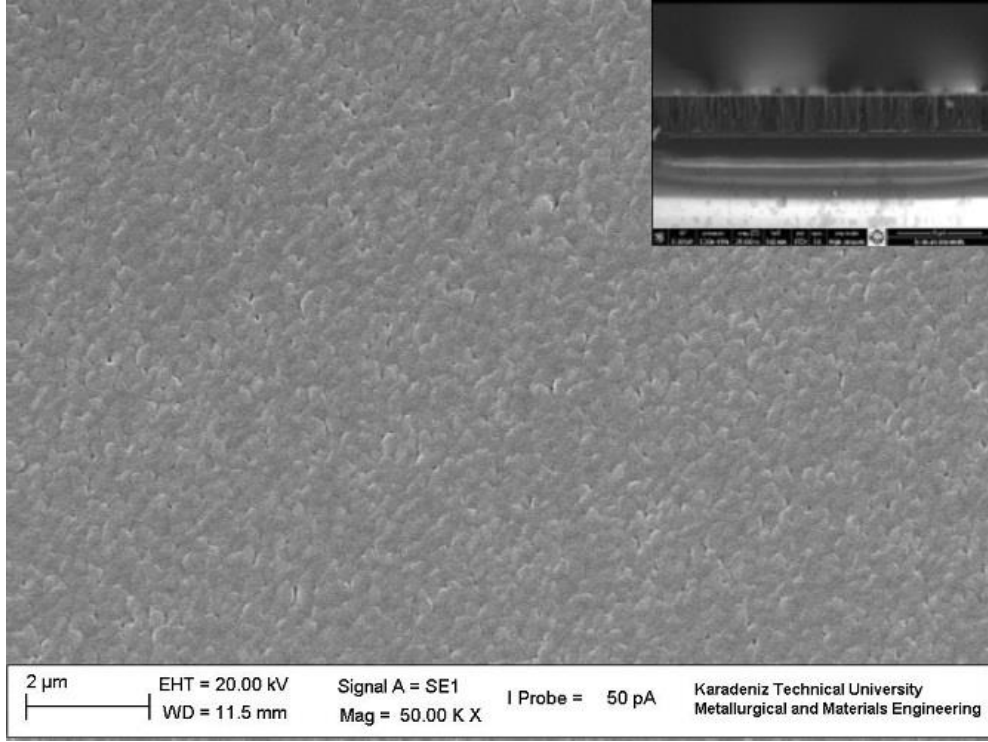
Şekil 16. R1 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü



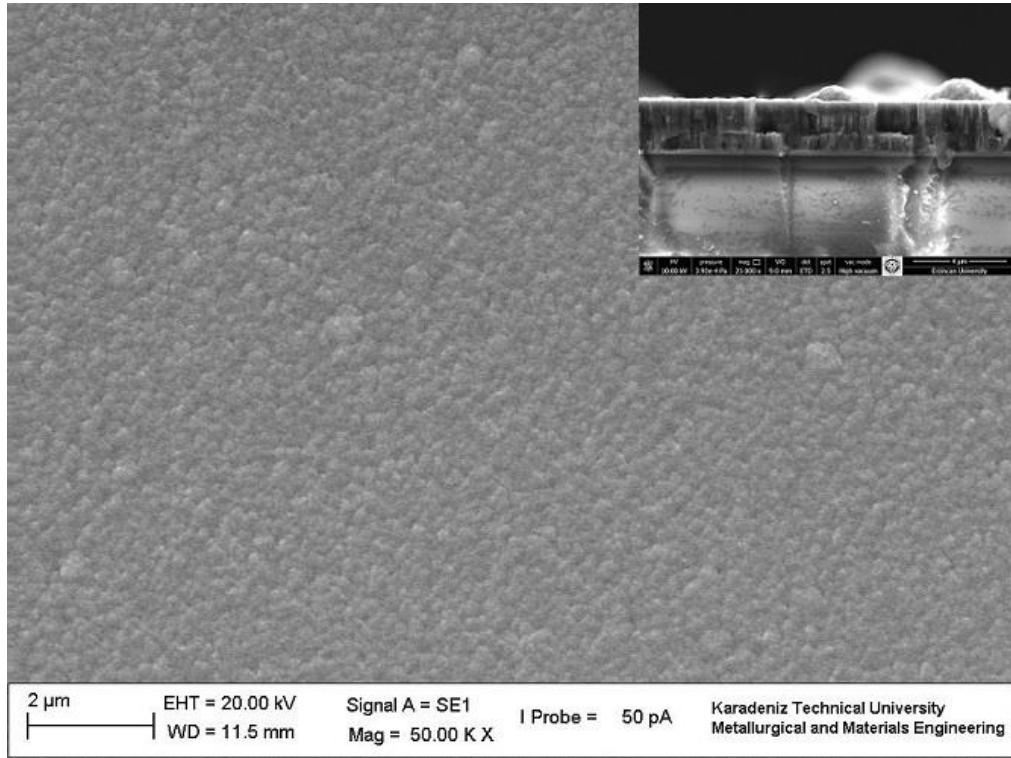
Şekil 17. R2 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü



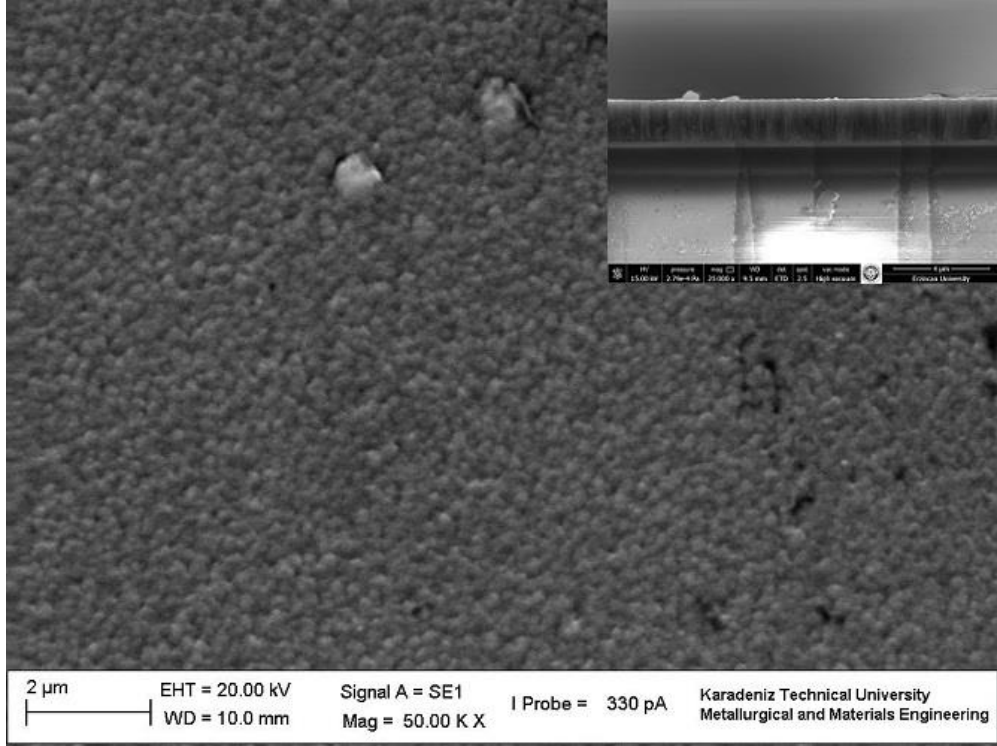
Şekil 18. R3 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü



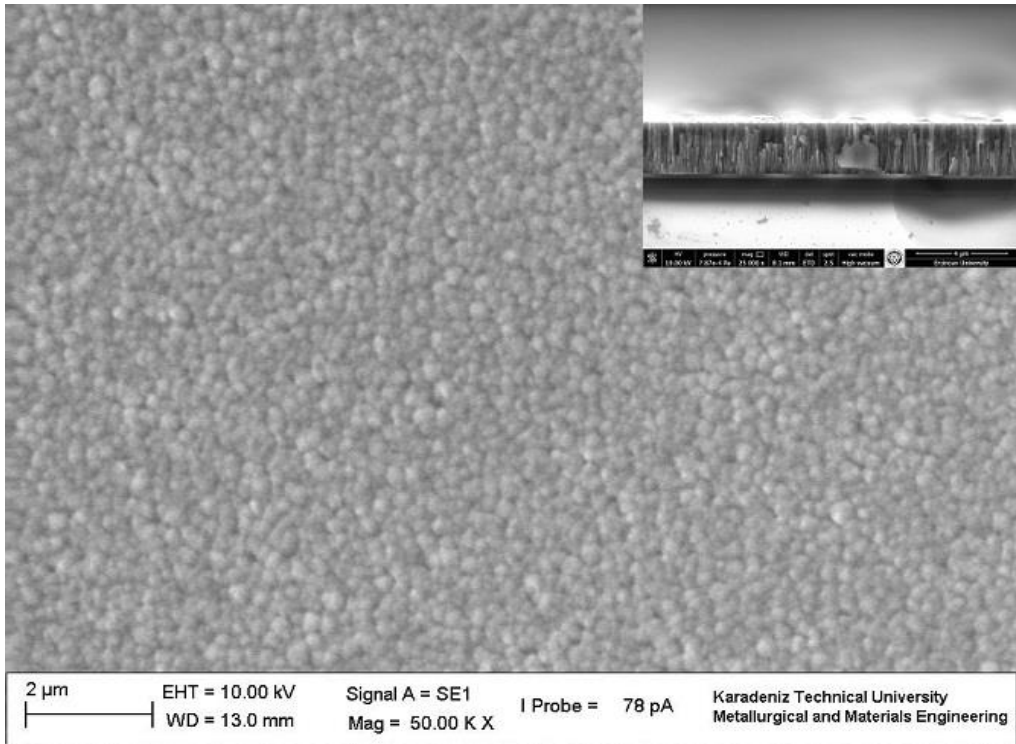
Şekil 19. R4 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü



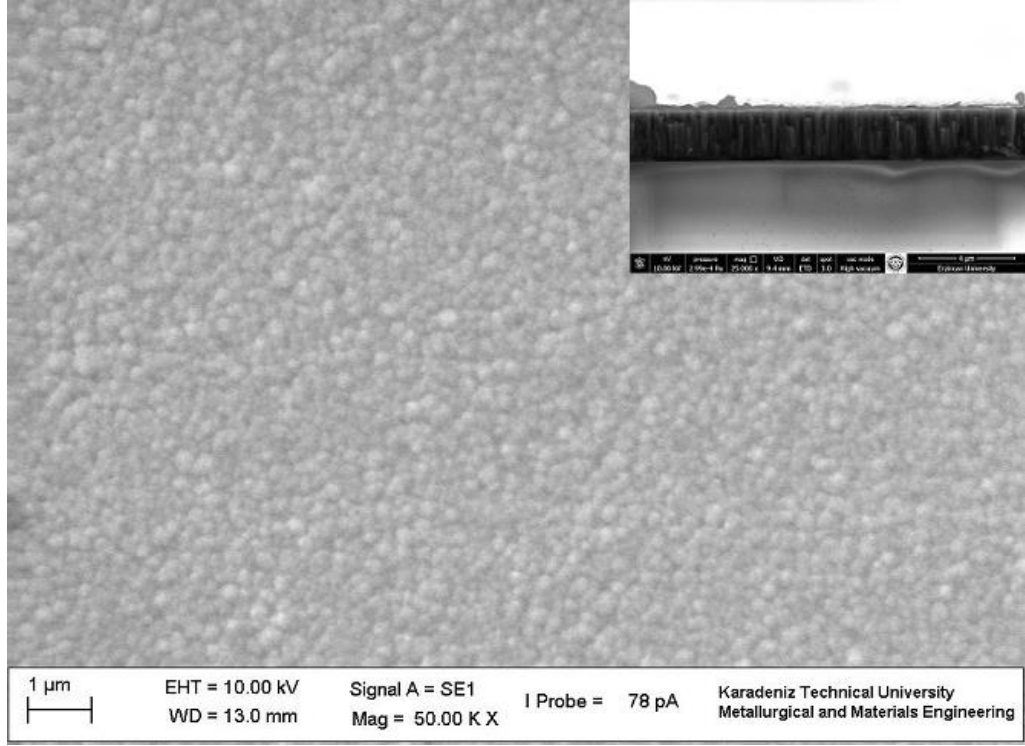
Şekil 20. R5 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü



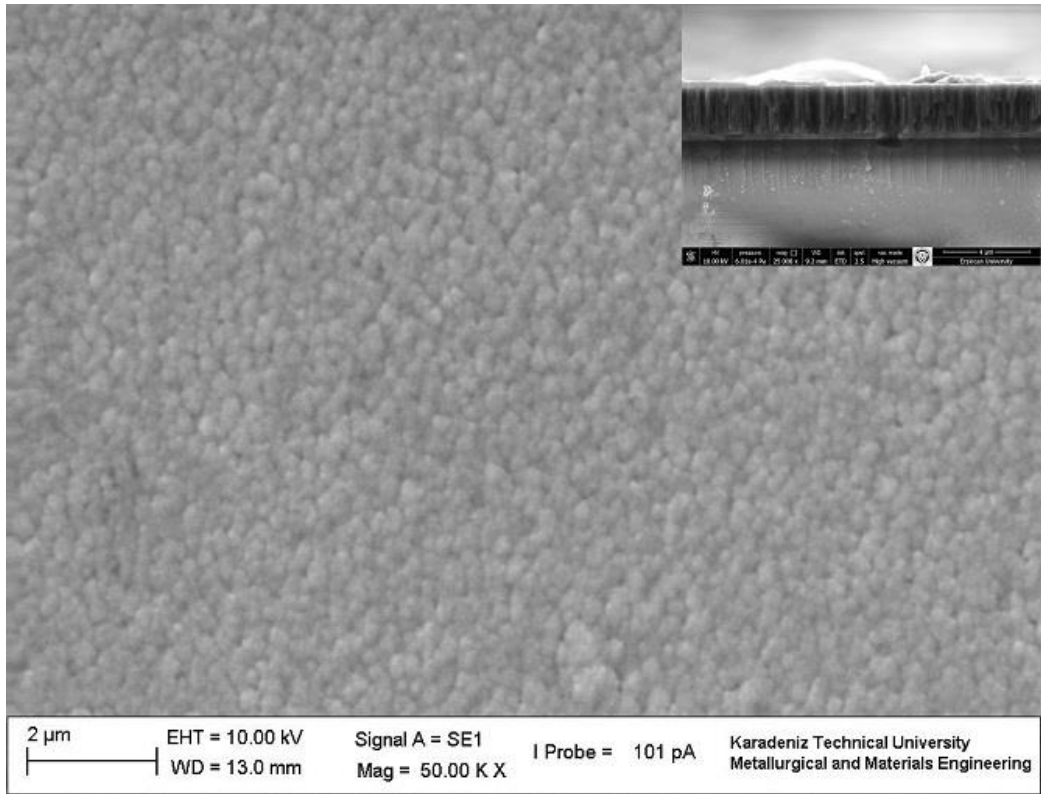
Şekil 21. R6 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü



Şekil 22. R7 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü



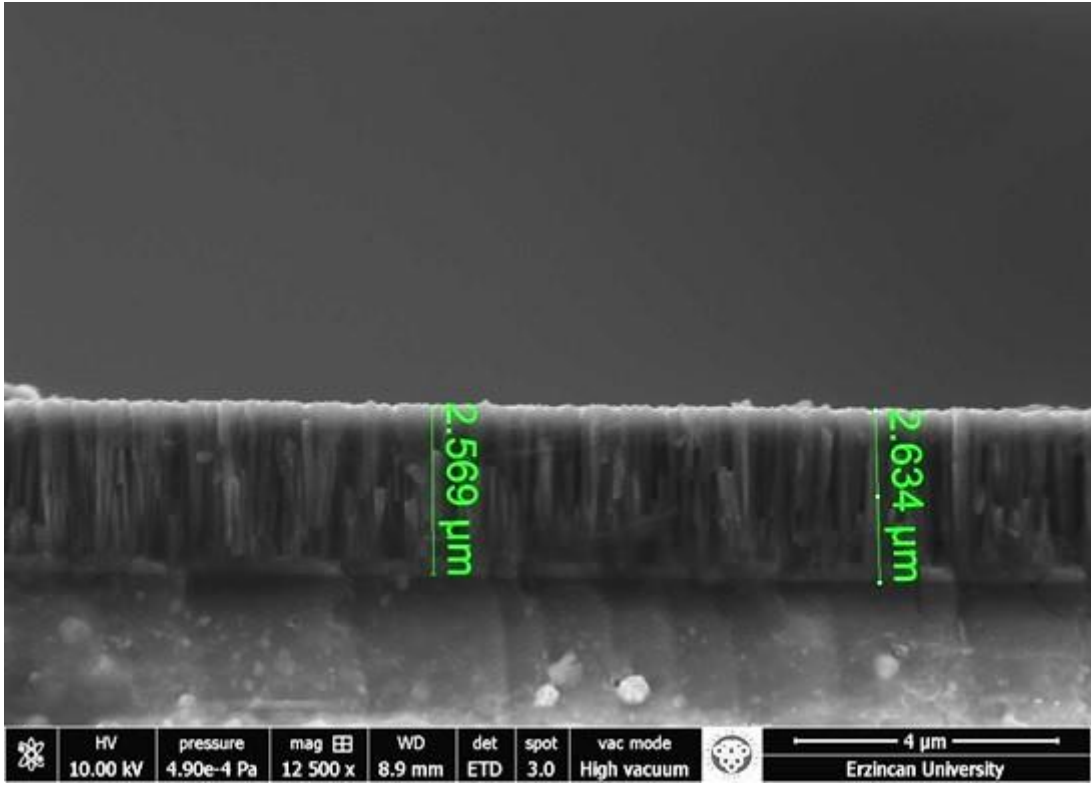
Şekil 23. R8 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü



Şekil 24. R9 numunesinin yüzeyinin SEM görüntüsü

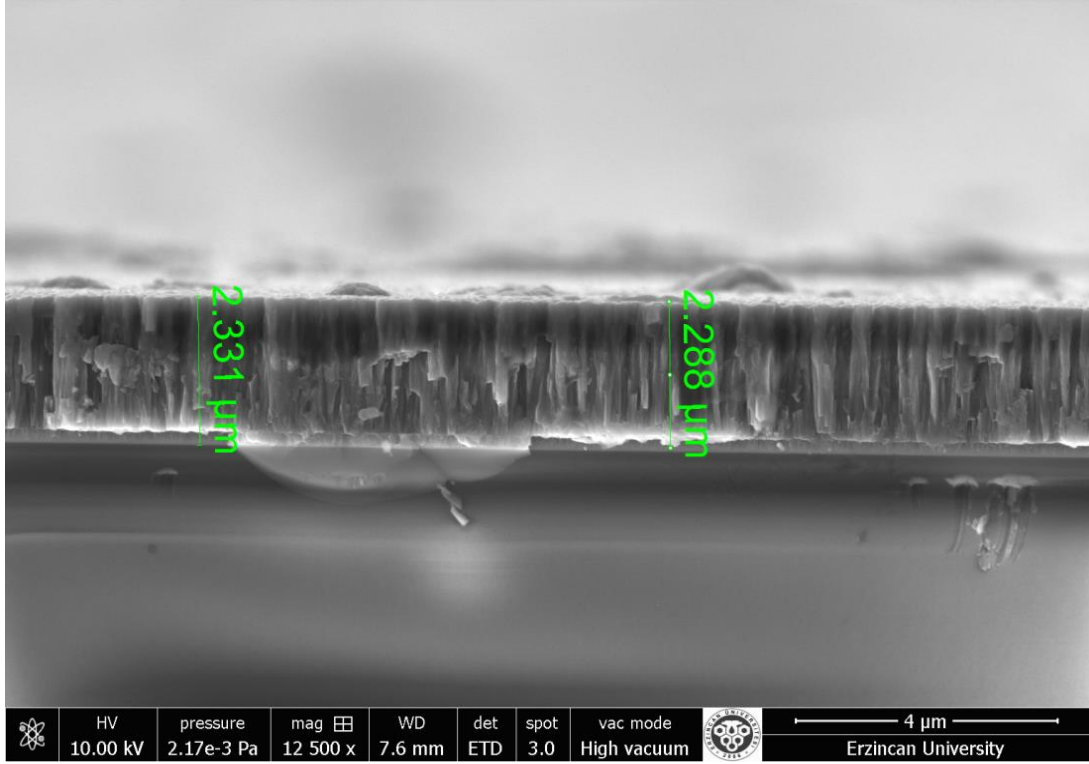
### 3.2. Kaplama Kesitlerinin İncelenmesi

Kaplamaların kalınlıkları, cam altlıklar üzerine kaplanmış olan filmlerin gevrek kırılması ile radyal doğrultudaki kesitlerin SEM görüntüleri incelenerek belirlenmiştir. Bu cam altlıklar, çelik numunelerle birlikte kaplanmıştır ve kesitlerin SEM görünümünden elde edilen ölçümler ise Şekil 25-33'te verilmiştir. Kaplamaların kesitinden alınan SEM görüntüleri incelendiğinde, kaplama tabakasının kolonsal bir yapıda ve kaplama düzlemine dik doğrultuda büyümüş oldukları görülmektedir. Kesitlerin SEM görüntüleri kullanılarak oluşturulan kaplama kalınlıkları toplu olarak Tablo 4'te verilmiştir.

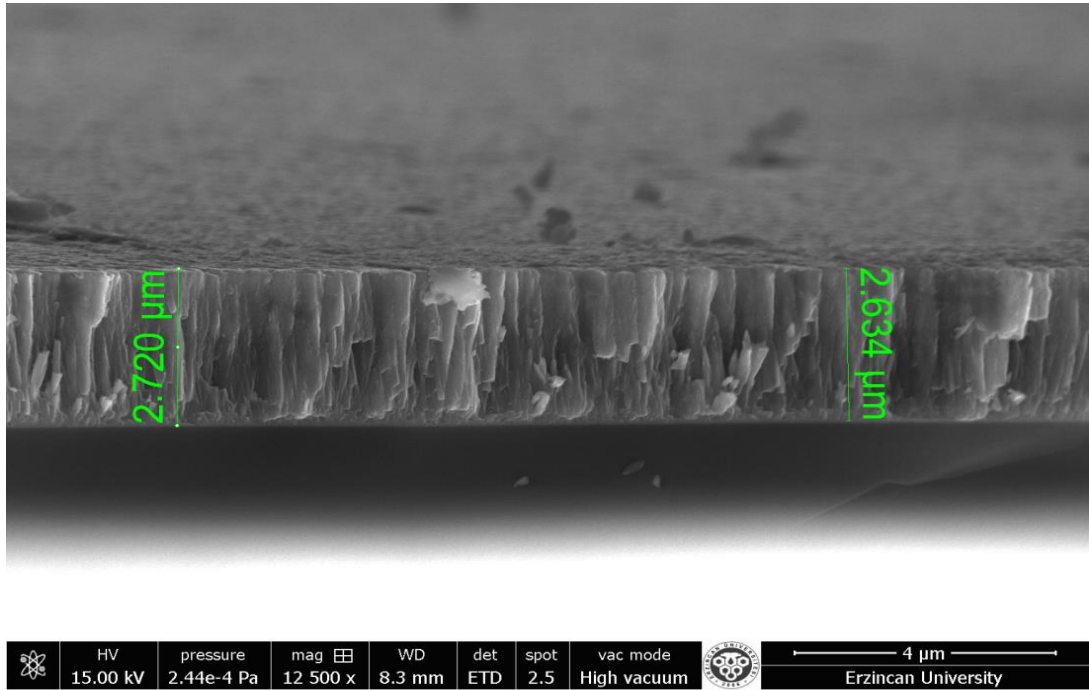


Şekil 25. R1 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü

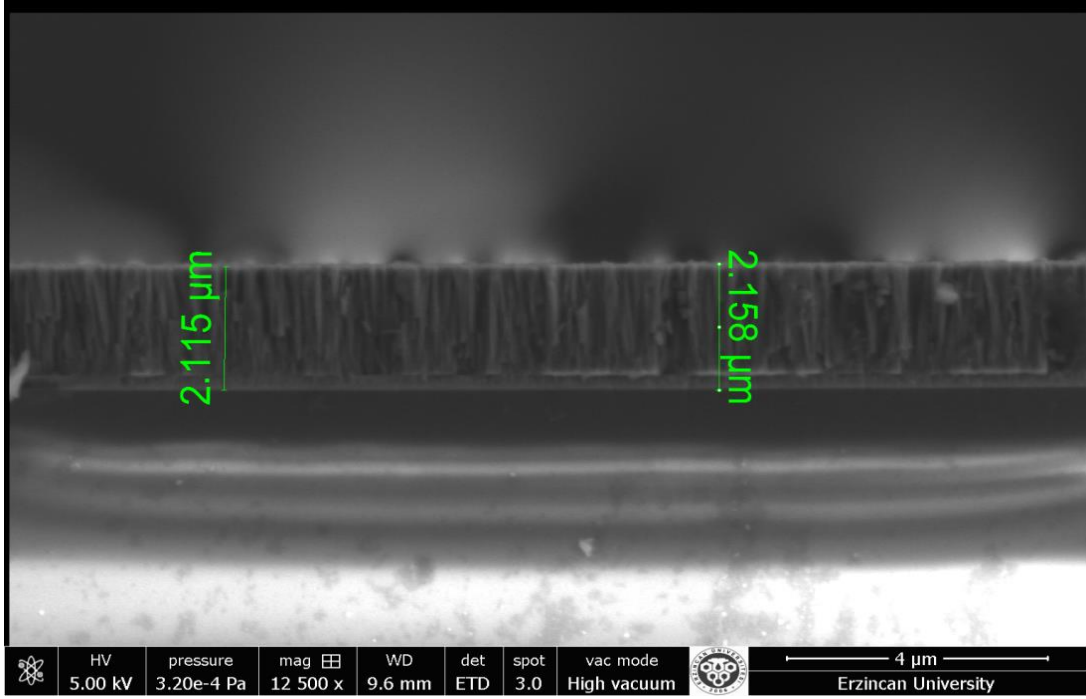




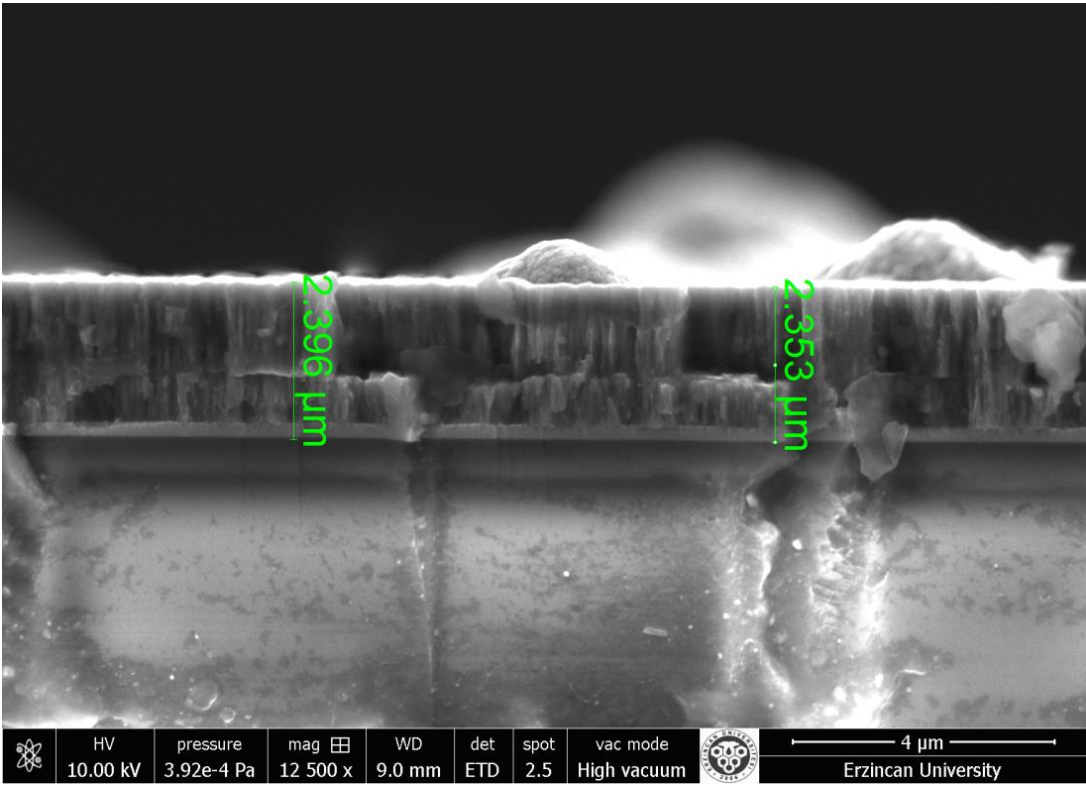
Şekil 26. R2 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü



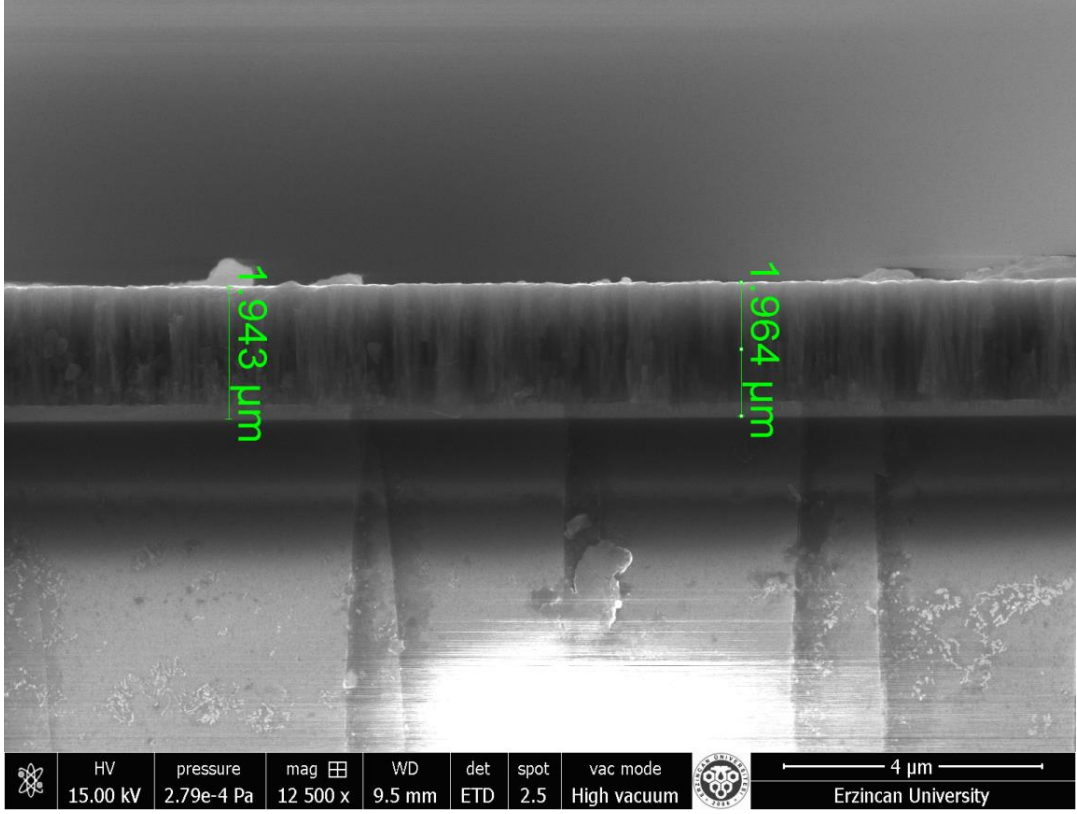
Şekil 27. R3 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü



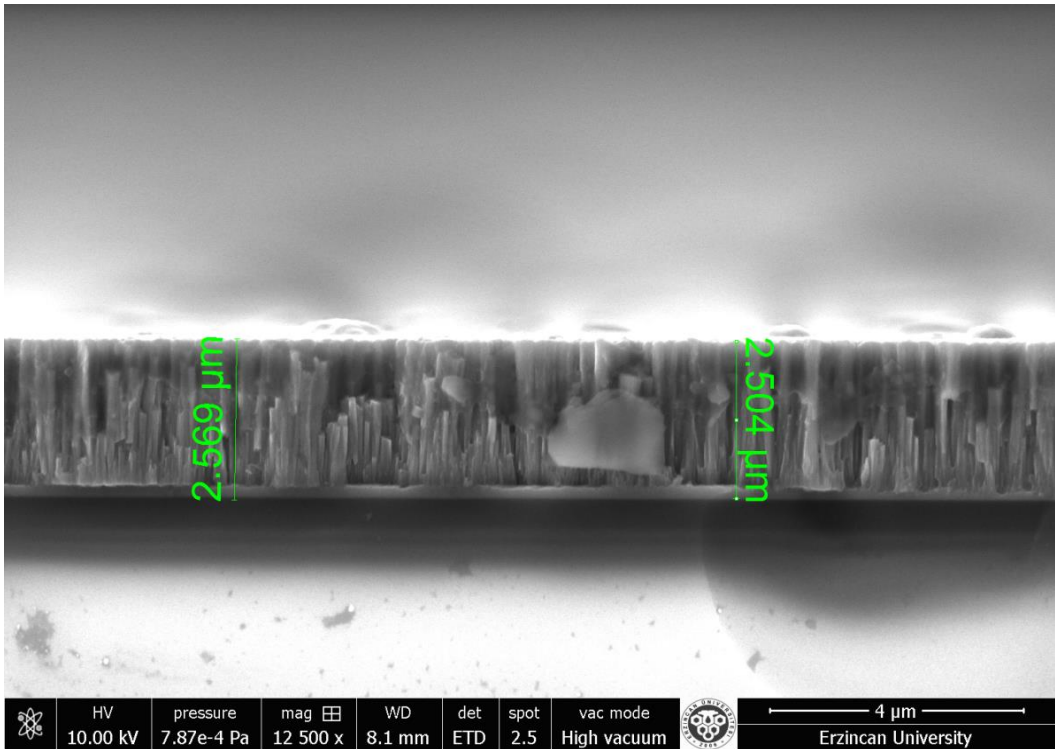
Şekil 28. R4 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü



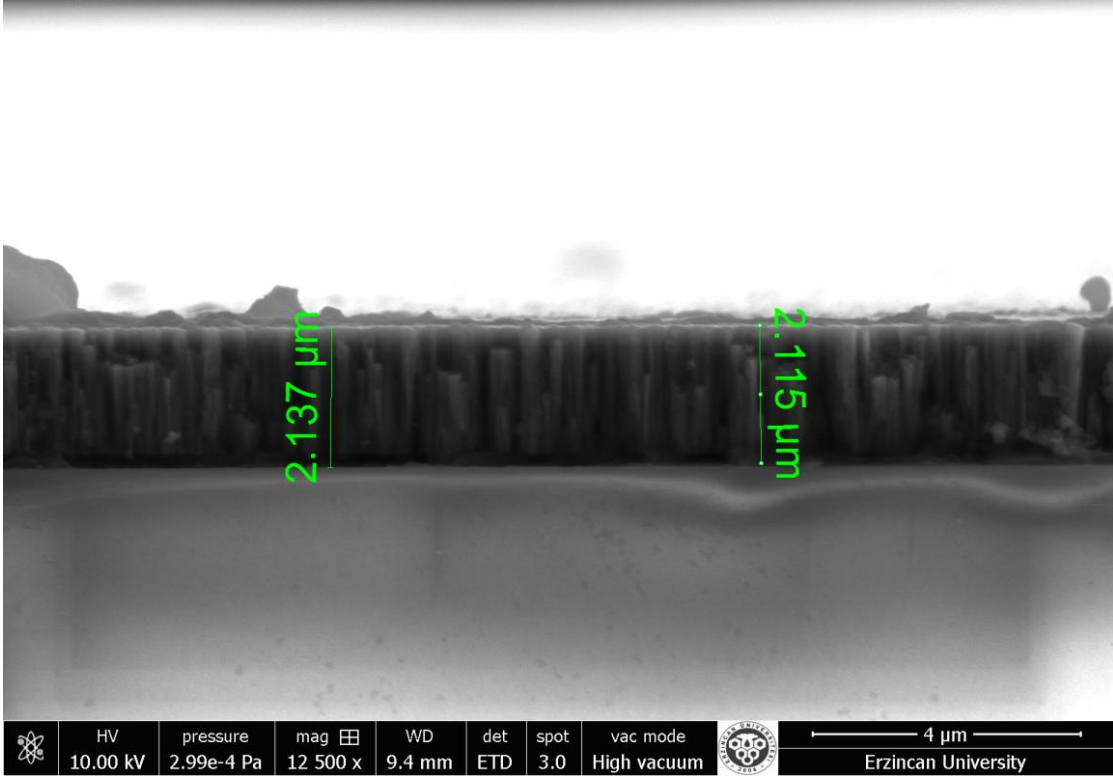
Şekil 29. R5 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü



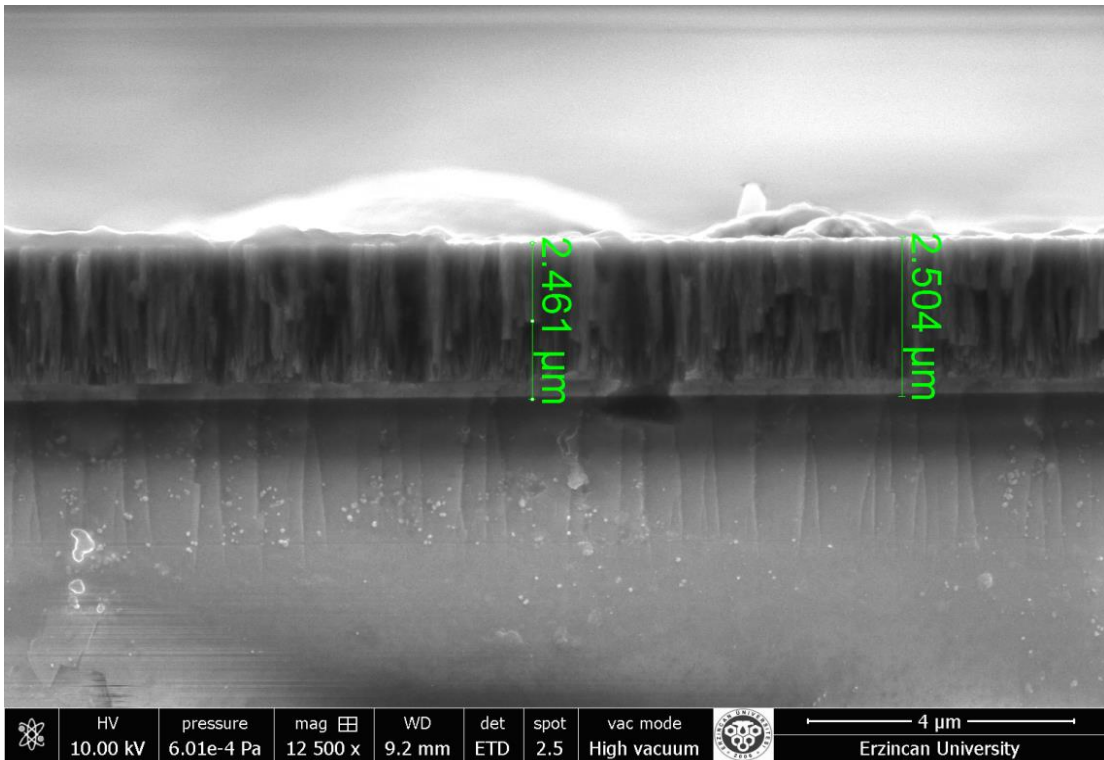
Şekil 30. R6 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü



Şekil 31. R7 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü



Şekil 32. R8 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü



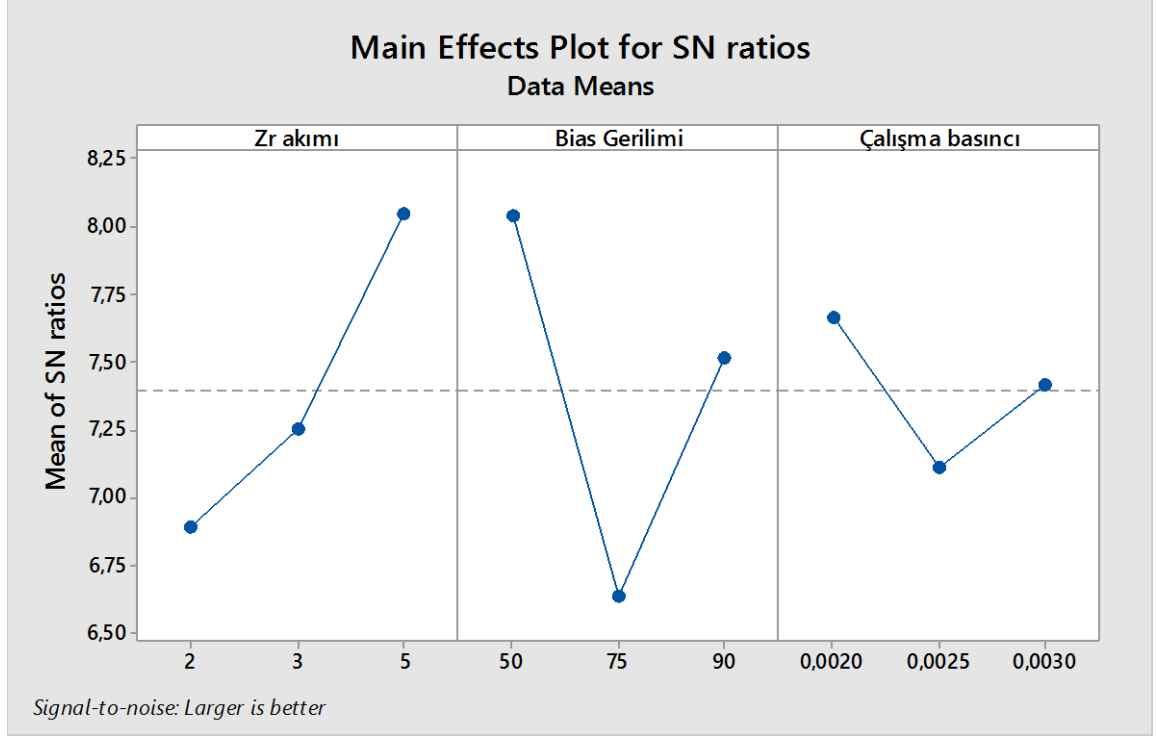
Şekil 33. R9 numunesinde kaplama tabakası kalınlık ölçümü

Tablo 4. Elde edilen kaplamaların ölçülen ortalama kalınlıkları

Numune Adı	Kalınlık ( $\mu\text{m}$ )
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 fotoğraflarından elde edilen sonuçlara göre en yüksek kaplama kalınlığı R3 (5A Zr hedef akımı, 50 V bias gerilimi ve  $3 \times 10^{-3}$  Torr çalışma basıncı) numunesinde 2,7  $\mu\text{m}$  olarak elde edilmiştir. En düşük kaplama kalınlığı ise R6 (2A Zr hedef akımı, 75 V bias gerilimi ve  $3 \times 10^{-3}$  Torr çalışma basıncı) numunesinde 1,9  $\mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür.

Gerçekleştirilmiş olan bu çalışmada, TiAlZrN kaplanmış numunelerin kesit görüntüleri incelenerek kaplamaların kalınlıklarına 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 yardımıyla hesaplanmıştır. Yapılan incelemeler sonucunda elde edilen S/N grafiği Şekil 34'te verilmiştir. Her bir değişken parametrenin her bir seviyesi için S/N oranlarının ortalamaları Tablo 5'te verilmiştir. Şekil 34 ve Tablo 5 incelendiğinde kaplama kalınlığına en fazla etki eden parametrenin bias gerilimi olduğu gözlemlenirken, 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 34. Kaplama parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi

Tablo 5. 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 6'da verilmiştir. ANOVA analiz sonuçlarına 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 6. 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. ANOVA tablosuna göre en etkin parametre olarak bias gerilimi olarak karşımıza çıksa da bu numune grubunda bias gerilimi -75 V değerinde sabit tutulduğu için ikinci önemli parametre olan Zr hedef akımı bakımından incelenmiştir. İncelenen sonuçlara bakıldığında Zr hedef akımının artırılmasıyla birlikte kaplama kalınlığının arttığı görülmektedir. Bu durumu da şöyle açıklarız; Zr hedef akım değeri arttıkça hedeften yayılan iyonların argon gazı içerisindeki nötr atomlara çarpmasıyla iyonlaşma miktarının artmasından kaynaklanmaktadır. İyon miktarının artmasıyla birlikte de hedef malzemenin sıçratılan atom sayısının artması sayesinde kaplama filmi kalınlığında artış oluşmaktadır. Bu durum incelenen literatür çalışmalarında da aynı yönde yorumlanmıştır [62].

Bias geriliminin -90V olarak sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numuneleri incelendiğinde ise kaplama kalınlıklarının sırasıyla 2,5  $\mu\text{m}$ , 2,1 $\mu\text{m}$  ve 2,4 $\mu\text{m}$  şeklinde ölçülmüştür. Bu malzemelerde bias gerilimi -90V değerinde sabit tutulduğu için Zr hedef akımı kullanılarak yorumlanmış ve benzer sonuç elde edilmiştir. Yapılan incelemelerde en yüksek Zr hedef akım değerine sahip olan R7 numunesinin kaplama kalınlığı diğer numunelere oranla daha kalın elde edilmiştir.

Numunelerin kaplama kalınlıkları, ANOVA tablosuna göre en etkin parametre olan bias gerilimi açısından incelendiğinde, bias geriliminin artmasıyla kaplama kalınlıklarının



azaldığı görülmektedir. ANOVA tablosuna göre bias gerilim değeri -50V olan R1 numunesinin kaplama kalınlığı 2,6 µm, bias gerilim değeri -75V olan R5 numunesinin kaplama kalınlığı 2,3 µm ve bias gerilim değeri -90 V olan R8 numunesinin kaplama kalınlığı 2,1µm olarak ölçülmüştür. Bu durum, artan bias gerilimi ile birlikte kaplamanın maruz kaldığı iyon bombardımanının oluşturduğu çekiçleme (ion peening effect) etkisiyle açıklanmaktadır. Raufi ve arkadaşları da buna yakın çalışma yaparak, bias geriliminin artmasıyla kaplamaların daha yüksek iyon bombardımanına maruz kaldığını ve iyon çekiçleme etkisiyle de kaplama kalınlığının azaldığını rapor etmişlerdir [63].

### 3.3. EDS Analizi Sonuçları

AISI H13 çeliği üzerine kaplanan TiAlZrN dereceli kompozit filmlerin kimyasal bileşimleri EDS analizi kullanılarak yüzey bölgesinden elde edilmiştir. Gerçekleştirilen bu çalışmada Taguchi deney düzeneğine uygun olarak 9 farklı kaplama şartında elde edilen TiAlZrN kaplamaların EDS analizi sonucunda elde edilen kimyasal bileşim değerleri Tablo 7 de gösterilmiştir. Kaplama tabakalarının üzerinde gerçekleştirilen EDS analizinin çalışma aralığındaki sınır değere yaklaşan azot elementinin belirlenmesindeki hata miktarı diğer elementlere oranla daha yüksek olduğundan, bu analizlerde ve yorumlarda yapıdaki azot miktarı dikkate alınmamıştır.

Elde edilen sonuçlar incelendiğinde, kaplamanın yapısında en fazla Ti, ikinci sırada Al ve üçüncü sırada da Zr elementinin bulunduğu tespit edilmiştir. Kaplamaların kimyasal bileşimlerine etki eden en önemli unsurlardan biri de hedef malzemelerin sıçratma verimidir [51]. Sıçratma verimi bir argon iyonunun hedef malzemedeki koparabildiği atom miktarı olarak tanımlanır [51]. Hedef malzemelerin sıçratma verimleri literatürden bakıldığında, en yüksek verime Al elementinin sahip olduğu görülmektedir [64]. Diğer elementlerin sıçratma verimleri ise büyükten küçüğe doğru Zr, Al şeklindedir.



Tablo 7. EDS analiz sonuçları

Kaplama Numarası	Zr Akımı (A)	Bias Gerilimi (-V)	Çalışma Basıncı (Torr)	EDS Analiz Sonuçları (% Atomik)			
				Ti	Al	Zr	N
R1	2	50	$2 \times 10^{-3}$	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	$3 \times 10^{-3}$	49,92	8,05	11,02	31,01
R4	3	75	$2 \times 10^{-3}$	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	$3 \times 10^{-3}$	42,92	7,52	1,97	47,59
R7	5	90	$2 \times 10^{-3}$	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	$3 \times 10^{-3}$	43,24	9,03	4,08	43,65

Bias geriliminin -50 V olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numunelerinden elde edilen sonuçlar incelendiğinde, kaplamalardaki azot oranının Zr akımı ve çalışma basıncı arttıkça azalmakta olduğu tespit edilmiştir. Kaplama işleminde kullanılan elementler arasında azotun atom ağırlığı diğer elementlere göre daha düşüktür. Artan Zr Akımı ve çalışma basıncı arttıkça enerjisi artmış iyon akısı öncelikli olarak daha hafif olan azot atomlarının geri sıçramasına neden olacağından, elde edilen kaplamalarda azot miktarının azalmasını açıklamaktadır [65]. Kong ve Liu'nun yaptıkları yorumlarda olduğu gibi, EDS analizinde azot dışındaki elementlere bakıldığında kaplama parametrelerine bağlı olarak artan iyon enerjisinin kaplamalarda ortaya çıkan olan geri sıçramayı oluşturmak için yetersiz kalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir [66].

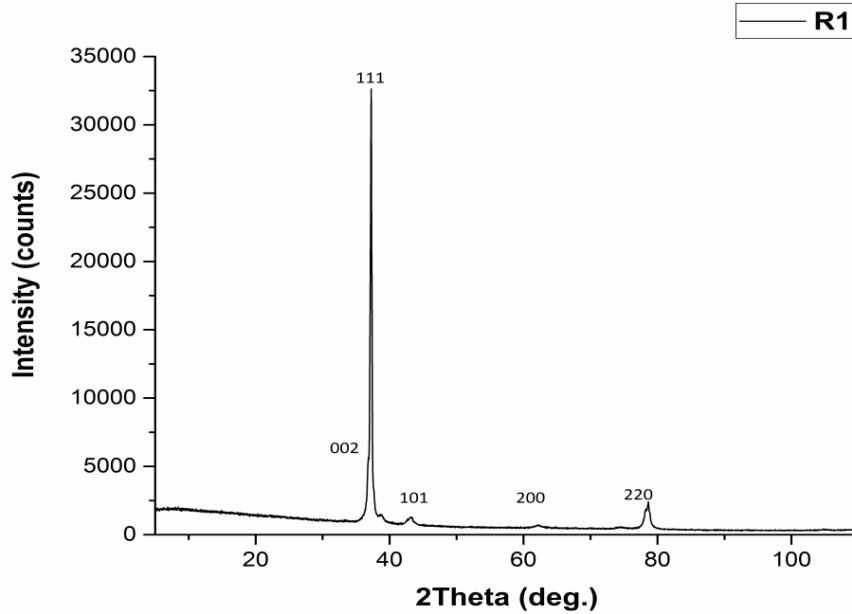
Bias geriliminin -75 V değerinde sabit tutulduğu R4, R5 ve R6 numunelerinin EDS analiz sonuçları incelendiğinde Ti, Al ve Zr elementlerinin atomik olarak en fazla bulunduğu R5 numunesinin kaplama parametrelerine bakıldığında Zr hedef akımının en yüksek olduğu görülmektedir. Zr akımının yüksek olmasından dolayı, hedeften yayılan elektronların argon soy gazı içerisindeki nötr atomlara çarpmasıyla birlikte iyonlaşma miktarı artmaktadır. Çalışma basıncının ise optimum değerinde olduğu anlaşılan  $2,5 \times 10^{-3}$  Torr seviyesinde olmasından dolayı 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 tespit edilmiştir [67]. R4 numunesine incelendiğinde, azot dışındaki elementlerin atomik miktarlarının R5 numunesinden daha düşük seviyede oldukları görülmektedir. Bunun nedeni ise Zr hedef akımı değerinin düşük olmasından dolayı oluşan düşük iyonlaşma miktarı ile ilişkili olduğu düşünülmektedir.

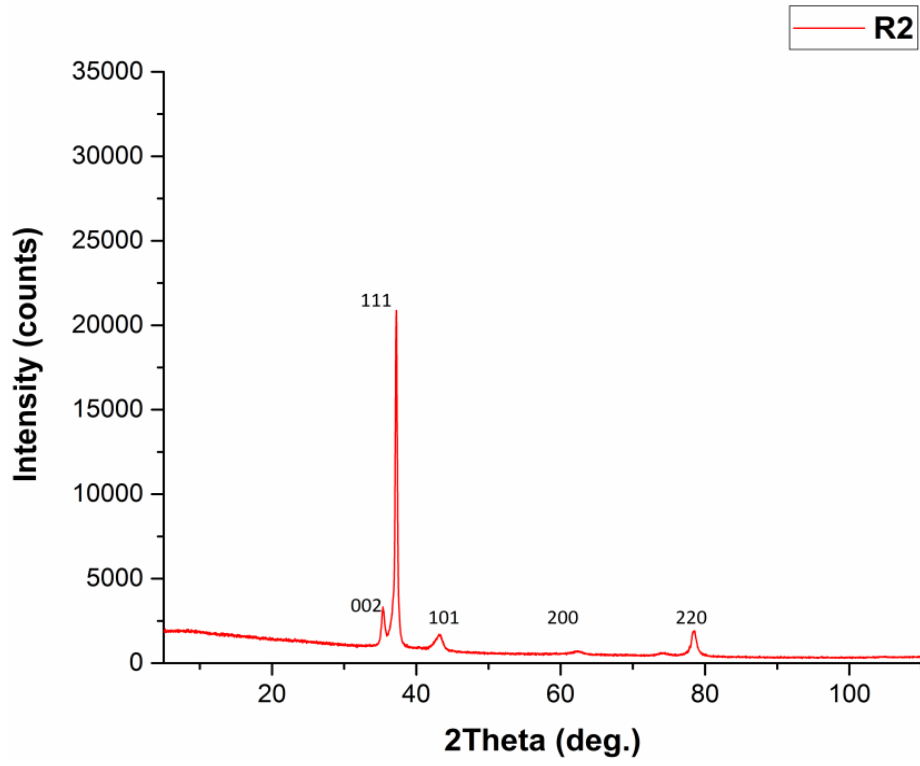
Bias geriliminin -90 V değerinde sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numunelerinin EDS analiz sonuçları incelendiğinde Ti, Al, Zr atomik olarak element miktarının, hedef akım değeri en düşük olan R8 numunesinde en az olduğu görülmektedir. Bunun sebebinin Zr hedef akımının düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. 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. Genel olarak numunelerde artan Zr hedef akımıyla birlikte kaplama yapısındaki Zr miktarının arttığı gözlemlenmiştir.

### 3.4. XRD Sonuçları

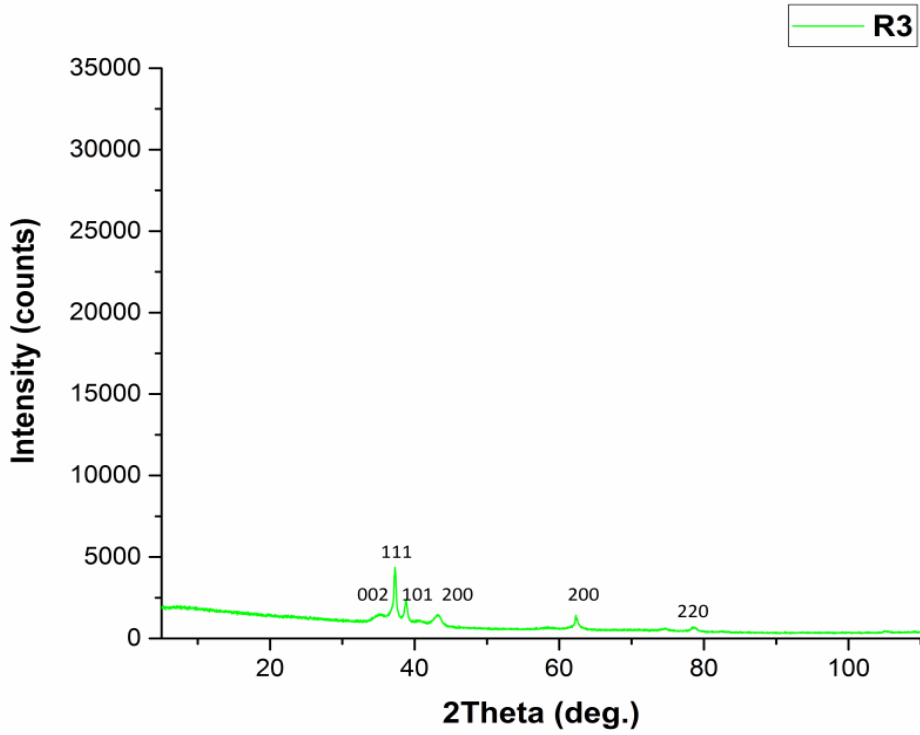
Metalik altlıklar ile aynı ortam ve şartlarda silisyum wafer malzemeler üzerine kaplanan TiAlZrN filmlerin, yapılan X-ışını difraksiyon analizi sonucunda elde edilen pikler Şekil 35-43'te verilmektedir.



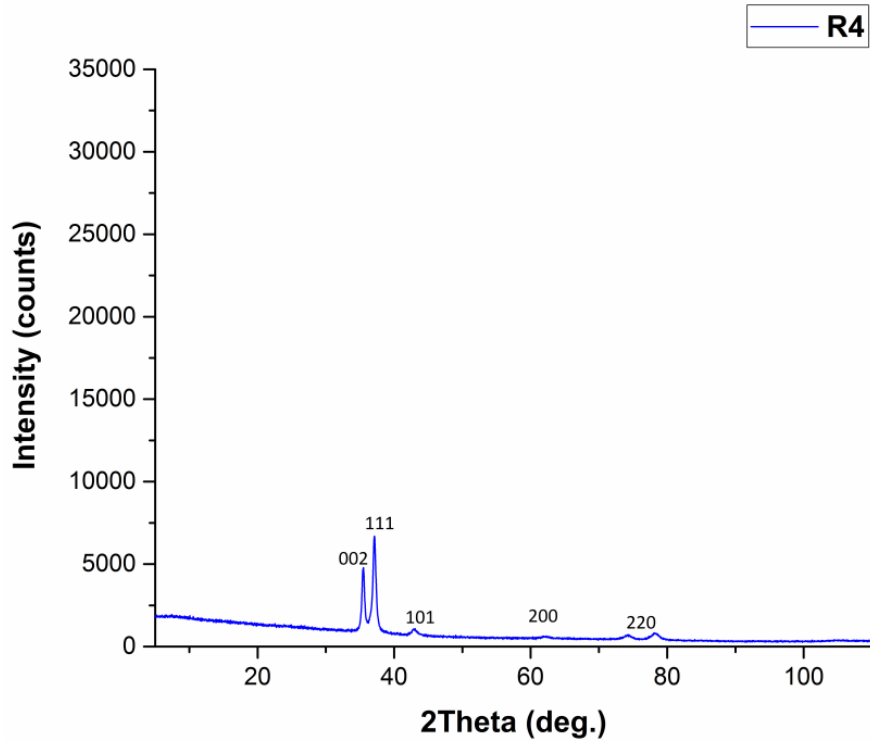
Şekil 35. R1 numunesinin XRD piklerinin görünümü



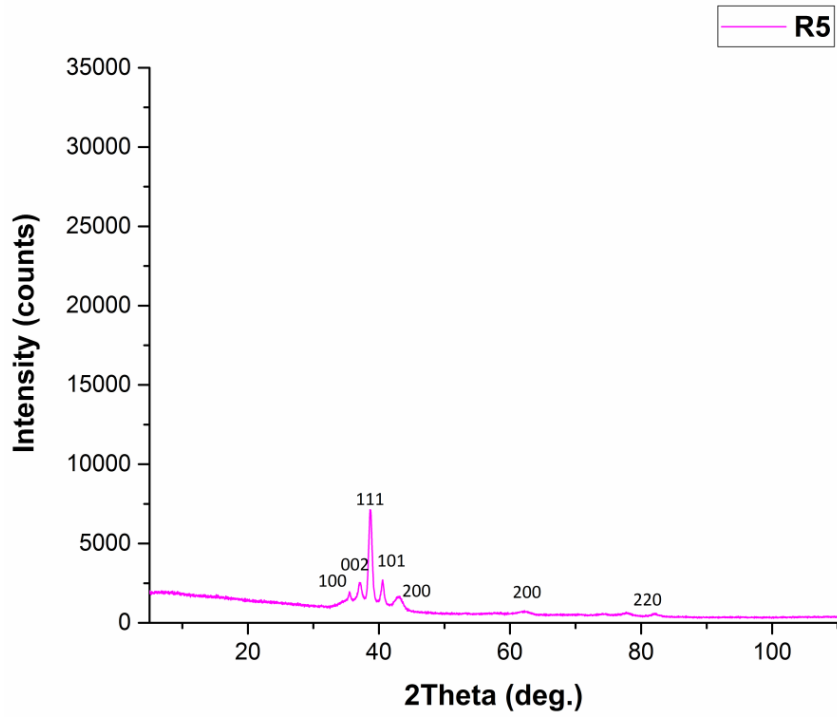
Şekil 36. R2 numunesinin XRD piklerinin görünümü



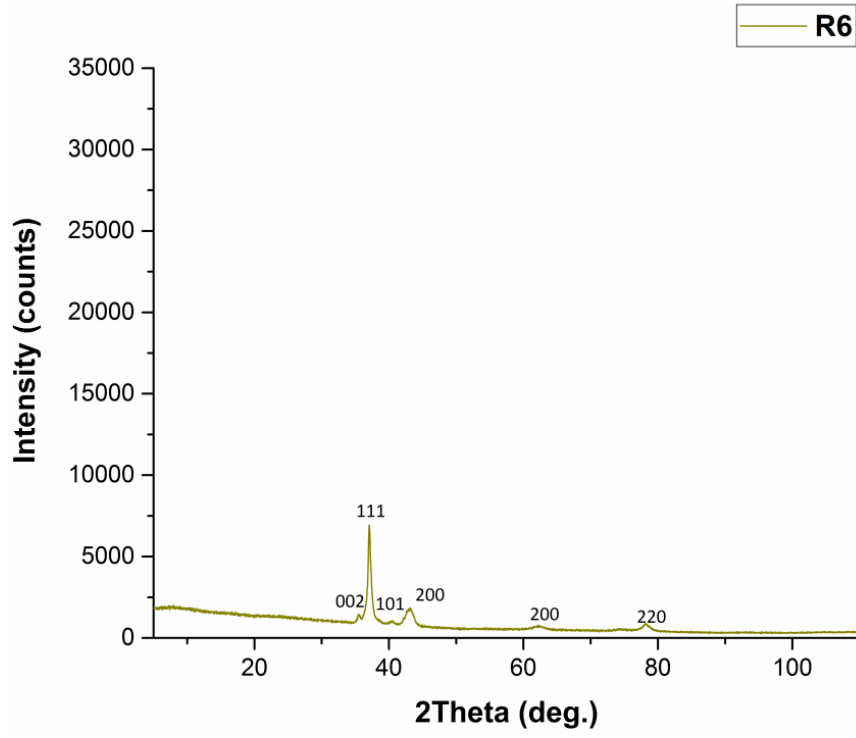
Şekil 37. R3 numunesinin XRD piklerinin görünümü



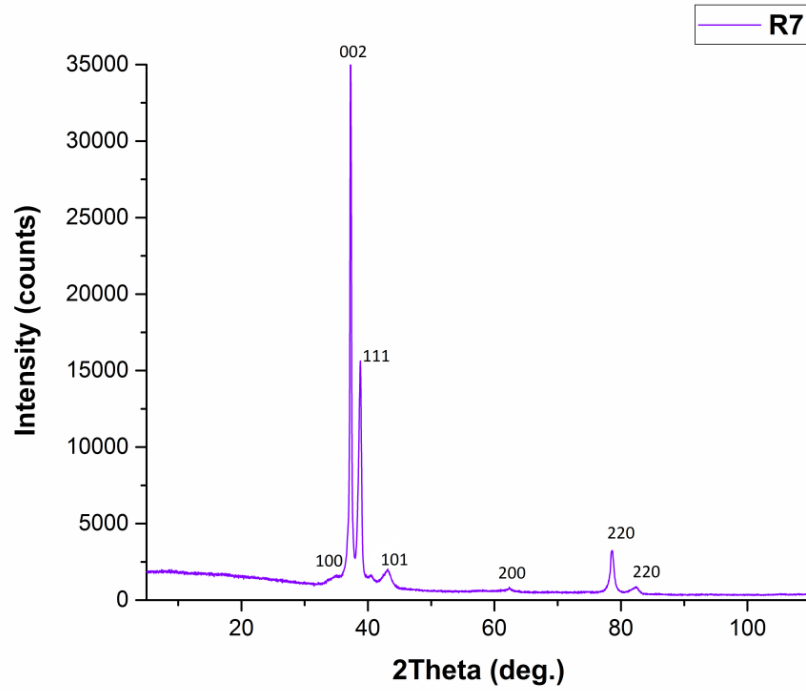
Şekil 38. R4 numunesinin XRD piklerinin görünümü



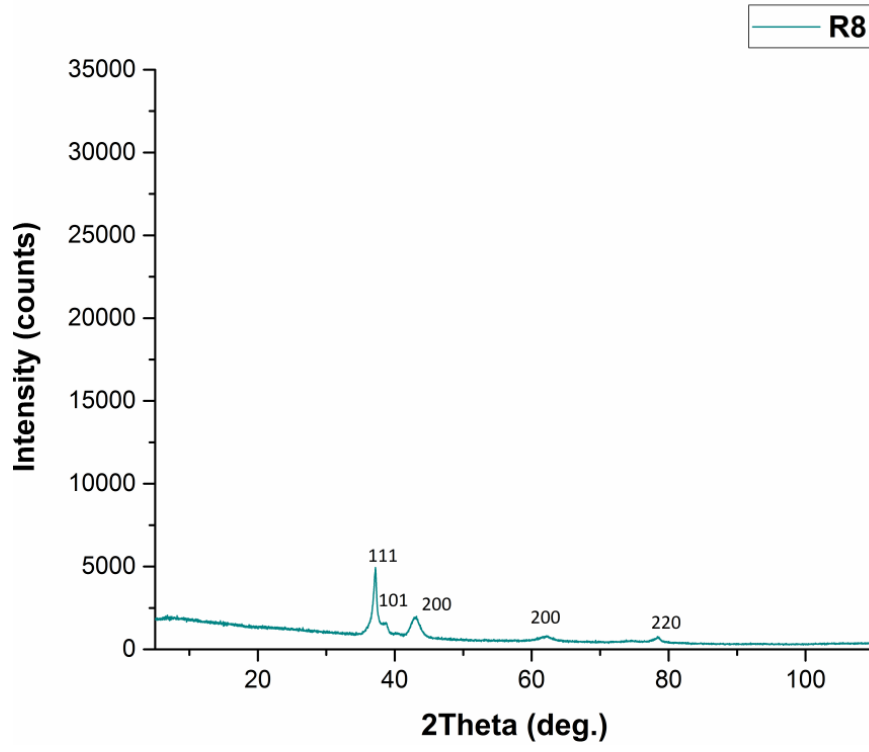
Şekil 39. R5 numunesinin XRD piklerinin görünümü



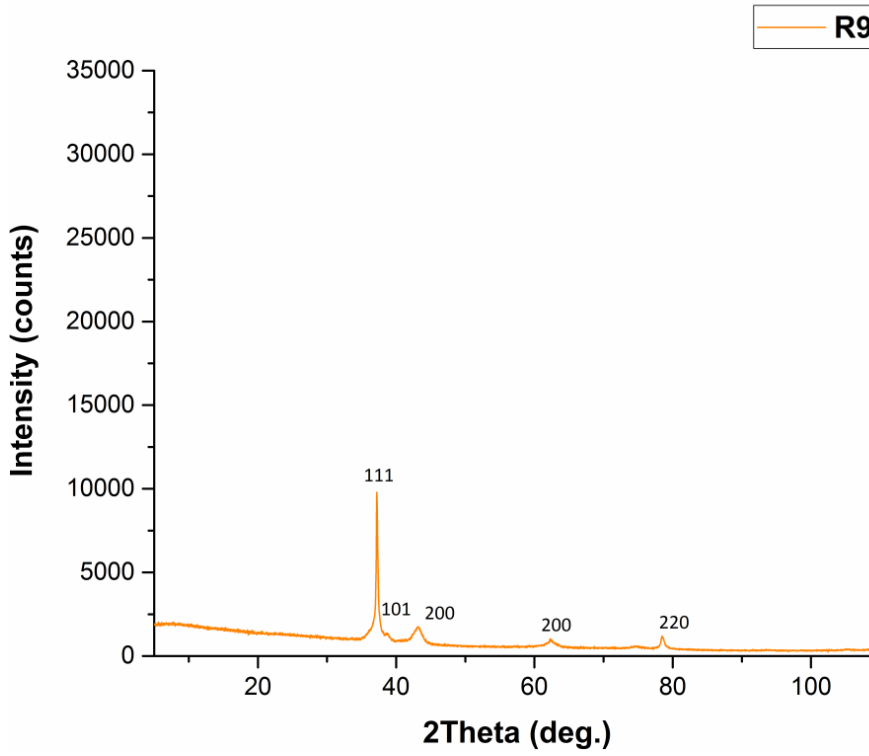
Şekil 40. R6 numunesinin XRD piklerinin görünümü



Şekil 41. R7 numunesinin XRD piklerinin görünümü



Şekil 42. R8 numunesinin XRD piklerinin görünümü



Şekil 43. R9 numunesinin XRD piklerinin görünümü

Bias geriliminin -50V deęerinde sabit tutulduęu R1, R2 ve R3 numuneleri iin yapılan XRD analizi sonucunda Őekil 35-37’de, YMK TiAlN (111), h-AlN (002), YMK AlN (101), YMK TiN (200) ve YMK TiZrN (220) olmak üzere 5 ayrı faz belirlenmiřtir [67,68]. Bu fazlara ek olarak R3 numunesinde, YMK ZrN (200) fazı grlmřtr. Artan Zr akımı ve alıřma basıncı ile birlikte R2 ve R3 numunelerinde belirlenen XRD piklerinin R1’e ait pike gre řiddetlerinin azalmakta olduęu grlmektedir. Bu durum ise artan Zr akımı ile birlikte kaplamanın gl iyon bombardımanının etkisinden kaynaklandıęı dřnlmektedir. Zeng ve alıřma arkadařları bias geriliminin artmasıyla birlikte, filmin bymesi esnasında iyon bombardımanının artması nedeniyle XRD piklerinin řiddetlerinin azaldıęı ifade etmiřtir [69]. Bu alıřmada da, Zr akımının artmasıyla benzer bir etkinin meydana geldięi dřnlmektedir.

Bias geriliminin -75V deęerinde sabit tutulduęu R4, R5 ve R6 numunelerinin elde edilen XRD piklerine bakıldıęında, R1, R2 ve R3 numunelerinde belirlenen fazlara ek olarak R5 numunesinde h-ZrN (100) fazı belirlenmiřtir. Bu durum artan bias gerilimi nedeniyle taban malzeme sıcaklıęının artması ve artan sıcaklıkla birlikte atom hareketlilięinin artması ile tabakalar arasında oluřan difzyonla iliřkili olduęu dřnlmektedir [67,70]. Őekil 38-40’daki XRD piklerine bakıldıęında en dřk alıřma basıncı deęerinde olan R4 numunesinin h-AlN (002) pikinin řiddeti yksek iken, alıřma basıncı en dřk olan R6 numunesi h-AlN (002) pikinin řiddetinin dřk olduęu grlmektedir. Bu durum ise yksek bias gerilimine raęmen alıřma basıncının artmasından dolayı taban malzeme sıcaklıęındaki dřř ile iliřkilendirilebilmektedir.

Bias geriliminin en yksek deęer olan -90V’ta tutulduęu R7, R8 ve R9 numunelerinin XRD piklerine bakıldıęında, en yksek Zr akımı ve en dřk alıřma basıncına sahip olan R7 numunesinde, h-AlN (002), YMK TiAlN (111) ve YMK TiZrN (220) piklerinin řiddetinin R8 ve R9 numunelerinden elde edilen piklere gre daha řiddetli olduęu grlmektedir. Karřılařılan bu duruma, dřk alıřma basıncında, Zr akımının daha yksek olması nedeniyle taban malzeme sıcaklıęında meydana gelen artıřın kaplama tabakasındaki TiAlN ve TiZrN miktarlarını artırmıř olmasından kaynaklandıęı dřnlmektedir. Bu grř, Tablo 7’de grlen kaplama tabakalarına ait EDS analizleri ile de rtřmektedir. Kaplamalardan elde edilen pikler, bias gerilimi deęiřimi aısından incelendięinde, Zr akımı 2A ve 3A deęerlerinde sabit tutulup, bias gerilimi sırasıyla -50V, -75V ve -90V olarak arttırılan R1, R6, R8 ve R2, R4, R9 numune gruplarının XRD piklerine bakıldıęında, bias

geriliminin artması TiAlN pik şiddetinin azalmasına yol açmakta olduğu, literatürdeki benzer çalışmalarda da ifade edilmektedir [70].

### 3.5. Mikrosertlik ve Nanosertlik Analiz Sonuçları

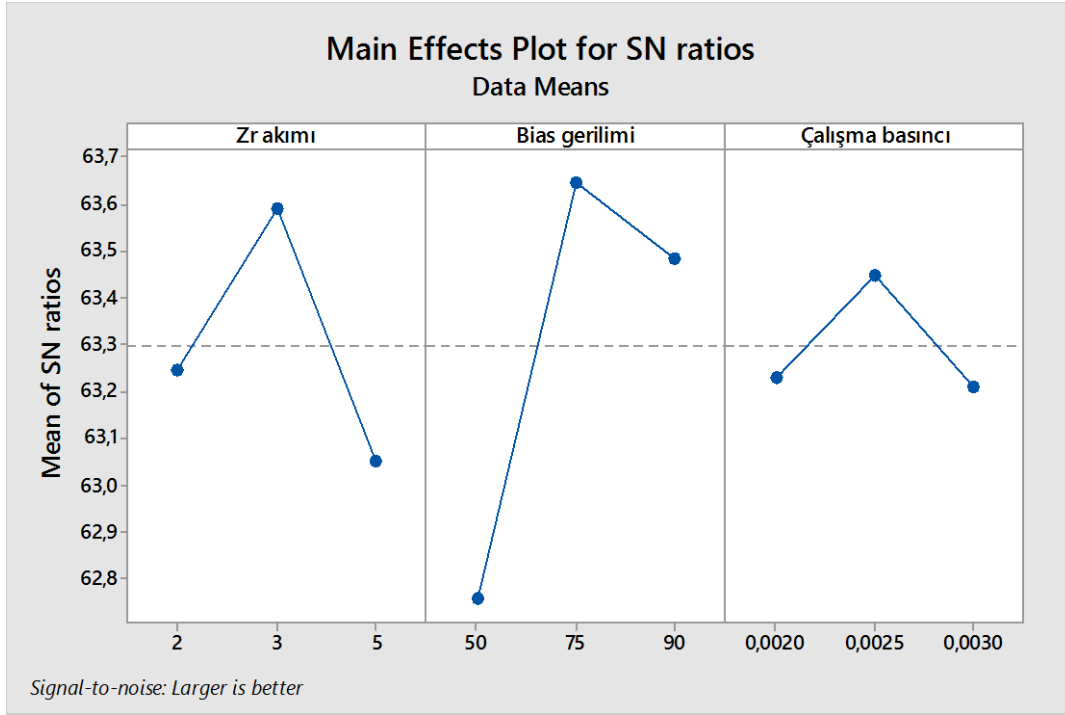
AISI H13 taban malzeme yüzeyine kaplanan TiAlZrN dereceli kaplamaların mikrosertlik ve nanosertlik ortalama değerleri Tablo 8’de verilmiştir. Mikrosertlik ölçümlerinde taban malzemenin etkisini ihmal etmek için, ölçüm parametreleri kaplama kalınlığı dikkate alınarak seçilmiştir. Bu koşulları sağlayabilmek amacıyla, ölçümler 25 gr yük kullanılarak yapılmıştır.

Tablo 8. Kaplamaların hesaplanan ortalama sertlik değerleri

	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9
Kaplama Kalınlığı ( $\mu\text{m}$ )	2,6	2,3	2,7	2,1	2,3	1,9	2,5	2,1	2,4
Mikrosertlik (VSD0,025/10)	1405	1430	1310	1530	1540	1480	1425	1580	1535
Nanosertlik (VSD0,015/10)	3196	3728	3060	3264	4258	5000	4213	5680	4215

Tablo 8’e göre en yüksek sertlik değeri 1580VSD ile 2,1 $\mu\text{m}$ ’lik kaplama kalınlığına sahip olan R8 numunesinden elde edilirken, en düşük sertlik değeri ise 1310VSD ile 2,7 $\mu\text{m}$ ’lik kaplama kalınlığına sahip R3 numunesinden elde edilmiştir. Mikrosertlik değerleri için yapılan istatistiki incelemeler sonucunda elde edilen S/N grafiği Şekil 44’te verilmiştir. Yapılan analiz sonucunda kaplamanın mikrosertlik değerlerine en etkili parametre bias gerilimi, en az etkili olan parametre ise çalışma basıncı olarak elde edilmiştir. Kaplamaların mikrosertlik değerleri ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 9 ve 10’da verilmiştir. Yapılan ANOVA analizi sonucuna göre en etkin parametre olan bias geriliminin kaplamanın sertlik değerlerine katkısı %59,3 olarak belirlenmiştir. Zr akımı katkısı %19,8 ve çalışma basıncının ise katkısı %4,69 olarak belirlenmiştir.





Şekil 44. Kaplama parametrelerinin mikrosertlik değerlerine etkisi

Tablo 9. 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	63,24	63,59	63,05	0,54	2
Bias Gerilimi	62,76	63,64	63,48	0,89	1
Çalışma Basıncı	63,23	63,64	63,21	0,24	3

Tablo 10. Mikrosertlik deęerleri için ANOVA tablosu

Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Deęeri	P Deęeri	Katkı Yüzdesi
Zr Akımı	2	0,4479	0,2239	1,23	0,45	19,8
Bias Gerilimi	2	1,3391	0,6696	3,67	0,214	59,3
Çalışma Basıncı	2	0,1061	0,05304	0,29	0,775	4,69
Residual Error	2	0,3649	0,1825			
Toplam	8	2,2581				

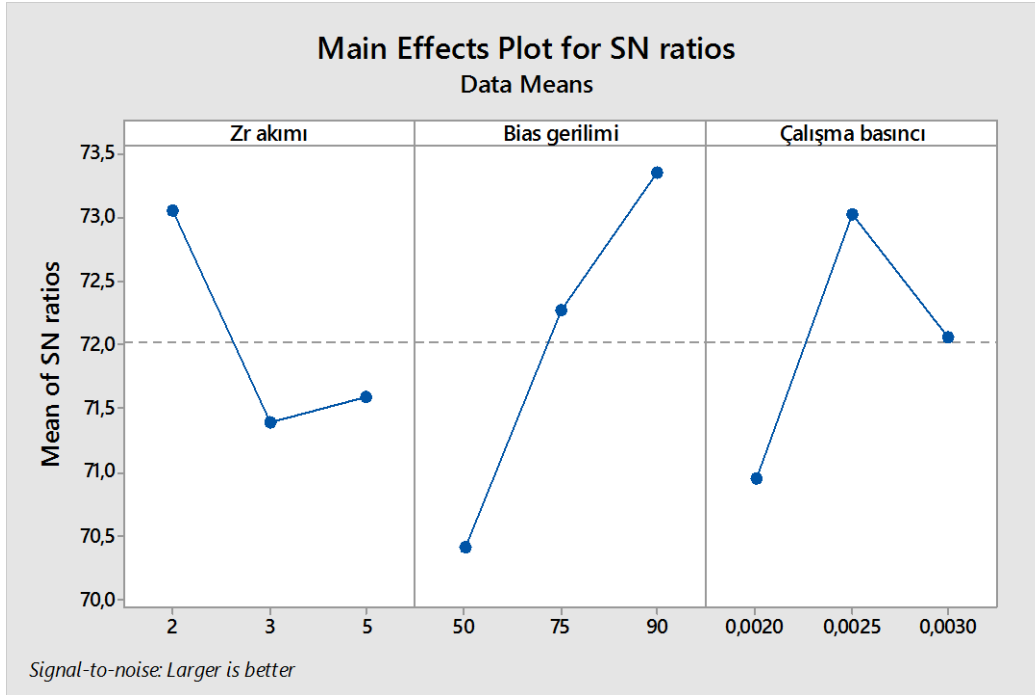
Mikrosertlik ortalama deęerleri, ANOVA analizi kullanılarak incelenmesi sonucunda en etkin parametre olarak belirlenen bias gerilimi açısından deęerlendirilmesinde, bias geriliminin artmasıyla mikrosertlik deęerlerinde de artış olduęu belirlenmiştir. Zr hedef akımı 2A olarak sabit tutulup bias gerilimi sırasıyla -50V, -75V ve -90V olarak artırıldığında R1, R6 ve R8 numunelerinde en yüksek mikrosertlik deęeri R8 numunesinin kaplama parametreleriyle 1580VSD elde edilirken, en düşük mikrosertlik deęeri ise R1 numunesinde 1405VSD olarak elde edilmiştir. Yapılan birçok literatür arařtırmalarında elde edilen veriler, bu sonuca benzer doęrultuda çıkmaktadır. Örneęin, Tillmann ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada, TiAlVN kaplamaların sertlik deęerlerinin bias geriliminin artırılmasıyla birlikte arttıęı rapor edilmiştir [43]. Yapılan dięer çalışmada, farklı bias gerilimlerinde üretilen TiZrN kaplamaların sertlikleri incelendięinde artan bias gerilimi ile birlikte sertlik deęerlerinin artış gösterdięi vurgulanmıştır. Bu artışın nedeni bias geriliminin artmasıyla birlikte film büyürken uygulanan iyon bombardımanının artmasının etkin rol oynadıęı yorumu yapılmıştır [71]. Daha önce, kaplamaların yüzey morfolojileri incelemesi bölümünden Şekil 16-24'e bakıldığında bias geriliminin artmasıyla kaplamaların yoğunluğunun da artmış olduęu görülmüştü. Ayrıca, Şekil 35-43'e bakıldığında XRD piklerinin geniş ve kısa boylu bir görünüme sahip olmaları ince taneli yapıyı ifade ettięini göstermektedir. XRD pikleri incelendięinde, R1 numunesinde pikler daha dar ve keskin bir

görünümüne sahipken, R6 ve R8 numunelerinde piklerin şiddeti giderek azalarak genişlemiştir. Elde edilen bu sonuç, kaplama yapısında tanelerin küçülmesi etkisiyle kaplama tabakası sertliğinin artacağını belirten önemli bir veridir.

Zr hedef akımı 3A olarak 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 1535VSD elde edilirken, en düşük mikrosertlik değeri ise R2 numunesinde 1430VSD olarak elde edilmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda Şekil 24 ve Tablo 3'e bakıldığında en düşük tane boyut değeri R9 numunesinde olduğu görülmektedir. Bu sonuçlar da literatür çalışmalarında elde edilen verilerle tutarlılık göstermektedir [2]. Şekil 36, 38, 43'deki XRD grafiklerine bakıldığında R2 numunesinde elde edilen piklerin dar ve şiddetli olduğu görülmektedir. Bu da tanelerin daha iri olduğunu göstermektedir. Sertlik değerlerinin R2'ye göre daha yüksek olduğu R4 ve R9 numunelerinin XRD grafikleri incelendiğinde piklerin daha düşük şiddette ve geniş olduğu görülmektedir. Bu durumda daha önceden ifade edildiği gibi kaplamaların daha düşük tane boyutuna sahip olmasının nedeni sertlikteki artıştır.

Zr hedef akımı 5A olarak sabit tutulup bias gerilimi sırasıyla -50V, -75V ve -90V olarak artırılan R3, R5 ve R7 numuneleri incelendiğinde, en yüksek mikrosertlik değeri R5 numunesinin kaplama parametreleriyle 1540VSD elde edilirken, en düşük mikrosertlik değeri ise R3 numunesinde 1310VSD olarak elde edilmiştir.

Hesaplanan nanosertlik değerleri için yapılan istatistiki incelemeler sonucunda elde edilen S/N grafiği Şekil 45'te verilmiştir. Yapılan analiz sonucunda Tablo 11'den kaplamanın nanosertlik değerlerine en etkili parametre bias gerilimi olarak elde edilirken, etkisi en az olan parametre çalışma basıncı olarak elde edilmiştir. Nanosertlik değerleri için yapılan ANOVA analizi sonucunda elde değerler Tablo 12 de verilmiştir. ANOVA analizi sonucuna göre en etkin parametre olan bias geriliminin kaplamanın nanosertlik değerlerine katkısı %50, çalışma basıncının ise katkısı %24,6 ve Zr akımının katkısı ise %18,5 olarak belirlenmiştir.



Şekil 45. Kaplama parametrelerinin nanosertlik değerlerine etkisi

Tablo 11. 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	73,05	71,40	71,60	1,65	3
Bias Gerilimi	70,41	72,28	73,36	2,95	1
Çalışma Basıncı	70,95	73,03	72,06	2,08	2

Tablo 12. Nanosertlik deęerleri için ANOVA tablosu

Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Deęeri	P Deęeri	Katkı Yüzdesi
Zr Akımı	2	4,890	2,445	2,85	0,260	18,5
Bias Gerilimi	2	13,331	6,66	7,78	0,114	50
Çalıřma Basıncı	2	6,503	3,2514	3,79	0,209	24,6
Residual Error	2	1,715	0,8573			
Toplam	8	26,439				

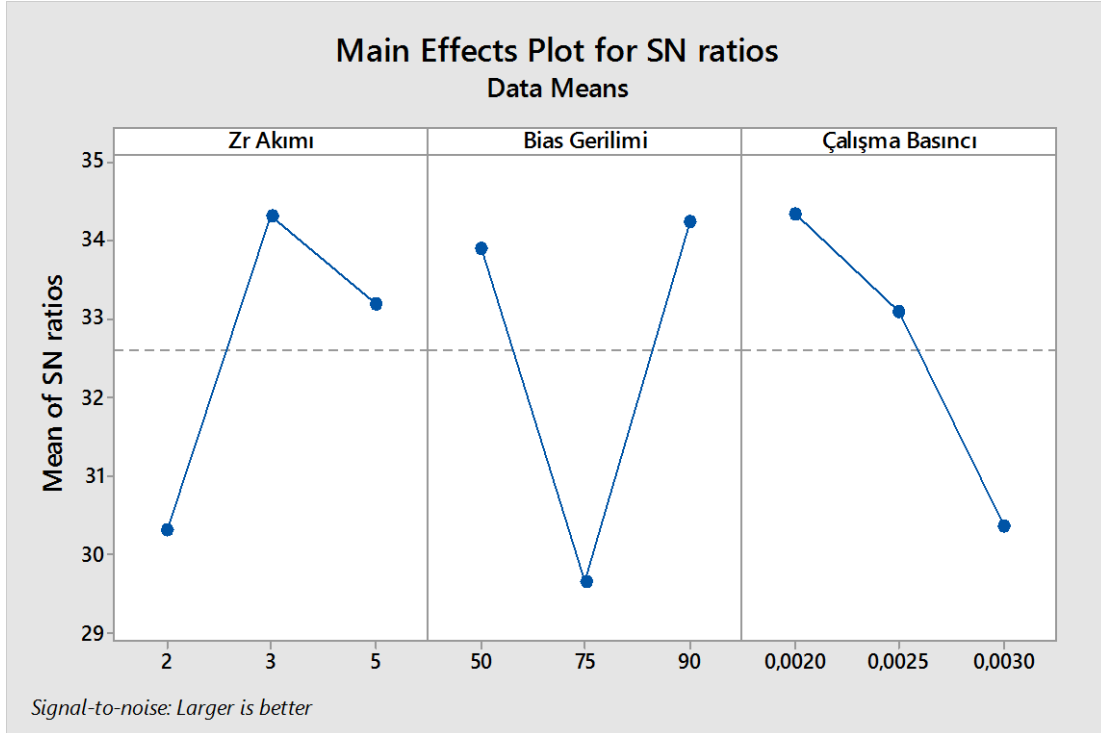
### 3.6. Adezyon Testi Sonuları

Adezyon (izik) testi ince sert kaplamaların karakterizasyonu için kullanılan en önemli yöntemlerdendir [72]. Kaplama parametrelerinin kaplamaların adezyon dayanımına etkileri izik (scratch) testi ile ölçülmüřtür. Kaplamaların adezyon dayanımlarının belirlenmesinde, kaplamalarda hasarın ilk olarak tespit edildięi kritik yük kullanılarak karakterize edilmektedirler. Kaplamada ilk atlak belirtilerinin görölmeye bařlandığı yük deęeri  $Lc_1$  kritik yük olarak tanımlanmaktadır [72]. Kaplamanın taban malzemeden tamamen soyulmaya bařladığı yük ise  $Lc_2$  kritik yük deęeri olarak tanımlanmaktadır [72]. izik testi sonucunda elde edilen  $Lc_2$  kritik yük deęerleri Tablo 13'te verilmektedir. Literatür incelemelerinde, takımların yüzeyindeki kaplamaların adezyon dayanımları ile ilgili yorumlar  $Lc_2$  kritik yük deęeri baz alınarak yapılmıřtır [72]. Benzer olarak bu alıřmada da adezyon dayanımları ile ilgili yorumlar  $Lc_2$  kritik yük deęeri kullanılarak yapılmıřtır. Uygulanan izik testinden, kaplama parametrelerine göre elde edilen adezyon dayanım deęerlerinin S/N oranı ve ANOVA analizi yapılarak, kaplama parametrelerinin kaplama tabakasının yapıřma direncine etki oranları belirlenmiřtir. Yapılan ölçümler sonucunda en yüksek  $Lc_2$  kritik yükü 56 N ile R7 numunesinden elde edilirken, en düşük  $Lc_2$  kritik yükü ise 15 N ile R6 numunesinden ölçülmüřtür.

Tablo 13. Kaplamaların adezyon testi sonuçları

Numune Adı	Lc <sub>2</sub> Adezyon Dayanım Değeri (N)
R1	46
R2	53
R3	50
R4	55
R5	34
R6	15
R7	56
R8	51
R9	48

Adezyon dayanımlarının S/N oranları belirlenirken daha yüksek daha iyi kriterine göre hesaplanmıştır. Elde edilen S/N grafiği Şekil 46'da verilmiştir. Parametrelerin her bir seviyesi için S/N oranlarının ortalama değerleri Tablo 14'te verilmiştir. Elde edilen sonuçlara bakıldığında, kaplamaların adezyon dayanımlarına etki eden en önemli parametrenin bias gerilimi en az etkisi olan parametrenin ise çalışma basıncı olduğu belirlenmiştir.

Şekil 46. Kaplama parametrelerinin Lc<sub>2</sub> değerlerine etkisi

Tablo 14.  $Lc_2$  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	30,31	34,31	33,19	4	2
Bias Gerilimi	33,91	29,65	34,25	4,59	1
Çalışma Basıncı	34,24	33,46	30,38	3,97	3

Kaplamaların  $Lc_2$  kritik yük değerleri için yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 15’de verilmiştir. ANOVA analizine göre en etkin parametre olan bias geriliminin katkısı %37 olarak hesaplanmıştır. Zr akımının ve çalışma basıncı etkisi bir birlerine oldukça yakın olarak, sırasıyla %23,5 ve %23,1 değerlerinde hesaplanmıştır. Bu durum, küçük fark da olsa ikinci sıradaki etkin parametrenin Zr akımı, üçüncü sıradaki etkin parametrenin ise çalışma basıncı olduğunu göstermektedir.

Tablo 15.  $Lc_2$  değerleri için ANOVA tablosu

Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P Değeri	Katkı Yüzdesi
Zr Akımı	2	25,52	12,757	1,54	0,394	23,5
Bias Gerilimi	2	39,31	19,657	2,37	0,297	37
Çalışma Basıncı	2	24,67	12,334	1,49	0,402	23,1
Residual Error	2	16,60	8,30			
Toplam	8	106,10				

Kaplamaların bünyelerinde oluşan iç gerilmeler, kaplama ile taban malzemenin ısı genleşme katsayıları arasındaki farklılardan, atomlar arası boşluklardan (film), yeniden kristalleşmeden (film), mikroskobik boşluklar ve dislokasyon düzenleri (film ve ara yüzey)

ile faz dönüşümleri (film) gibi sebeplerden dolayı kaçınılmaz bir şekilde meydana gelmektedir [73,74]. 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  $2 \times 10^{-3}$  Torr değerinde sabit tutulup bias gerilimleri sırasıyla -50V, -75V ve -90V olarak artırıldığında R1, R4 ve R7 numune grubunun adezyon testi sonuçlarına göre,  $Lc_2$  kritik yükleri sırasıyla 46N, 55N ve 56 N olarak elde edilmiştir. Bias geriliminin arttıkça kaplama yapısının yoğunluğunun da artmakta olduğu Gautier tarafından belirtilmektedir [58]. Yoğunluktaki bu artış adezyon direncini de artırmaktadır. İncelenen literatür çalışmalarının birinde, bias geriliminin artmasıyla yüksek enerjiye sahip iyonların taban malzeme yüzeyine bombardıman edilmesiyle adezyonu artırabileceği yorumu yapılmıştır [76]. Yapılan diğer bir çalışmada, sıçratılarak kuvvetli bir şekilde iyonize edilmiş atomların enerjisine bias geriliminin potansiyel farkından kaynaklanan enerjinin eklenmesi ile taban malzemenin yapısına girebilme kabiliyetini artırması sonucunda kaplama tabakasının adezyon direncini artıracığı yorumu yapılmıştır [77]. Senna ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada, reaktif manyetik alanda sıçratma yöntemiyle TiCN kaplamalar üretilmiş ve taban malzemede bias geriliminin artmasıyla kaplama yapısının daha yoğun bir hal aldığı, bu sayede ise sertlik ve adezyon direncinin arttığı vurgulanmıştır [75].

Yapılan adezyon testi sonucunda SEM görüntülerinden elde edilen izler incelendiğinde R1, R4 ve R7 numunelerinin hepsinde burkulma çatlakları, toparlanma pullanması ve adezif hasarlar meydana geldiği Şekil 47, 50, 53'te gösterilmiştir. Malzeme yüzeyindeki aşınma izlerinin oluşumu sırasında meydana gelen elastik+plastik deformasyonun yükün kalkmasıyla birlikte elastik deformasyonun geri gelmeye zorlanması sonucu, kenar bölgelerde plastik deformasyonun oransal olarak azalması etkisiyle, kenar bölgelerde toparlanma pullanması adı verilen durum ortaya çıkmaktadır [78].

Zr akımı 2A değerinde sabit tutulup bias gerilimleri -50V, -75V ve -90V olarak artış gösteren R1, R6 ve R8 numune grubunun adezyon testi sonuçlarına göre,  $Lc_2$  kritik yükleri sırasıyla 46N, 15N ve 51 N olarak elde edilmiştir. Burada da bias geriliminin artmasıyla enerjisi yüksek iyonlar ve iyonize edilmiş atomların enerjisi birleşerek taban malzeme yapısına girmesi kaplamanın adezyon dayanımını artırmaktadır [58, 76]. R6 numunesinin adezyonunun düşük olması çalışma basıncının en yüksek değerinde olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir ( $3 \times 10^{-3}$  Torr). Kaplamalardan ölçülen sertlik değerleri ile kaplamaların

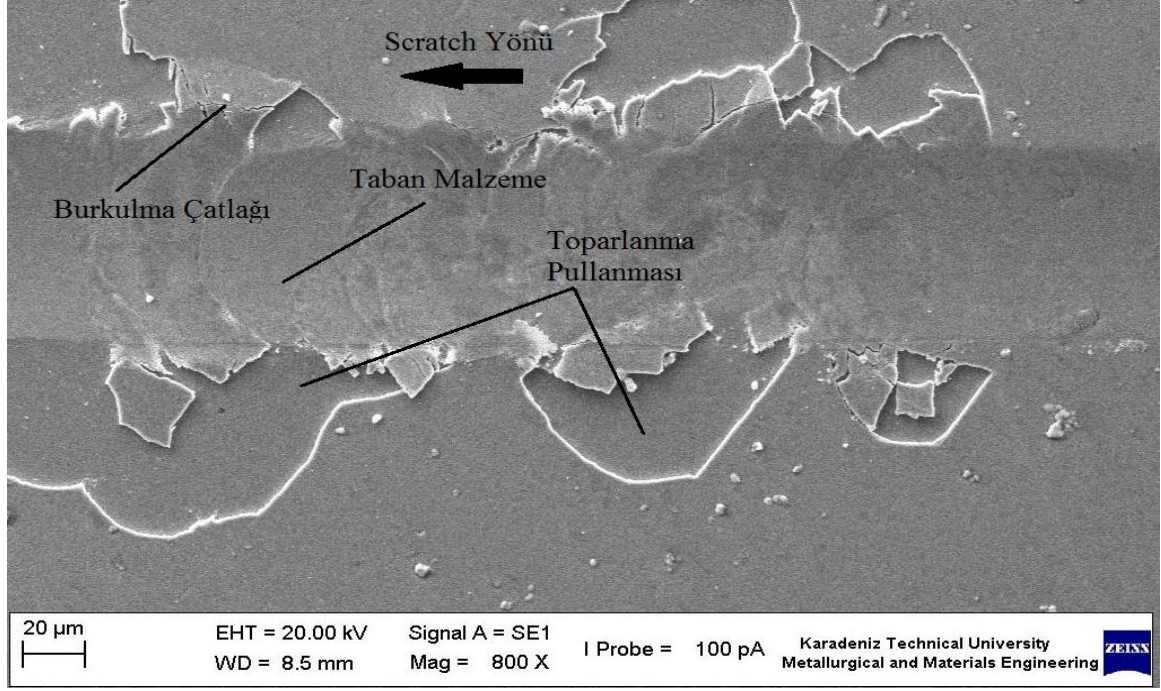


adezyon dayanımları birbirlerine paralellik göstermekte ve R8 numunesinin sertlik değeri ve bias geriliminin en yüksek değerde olması nedeniyle R1 ve R6 numunelerinden daha yüksek olarak ölçülmüştür.

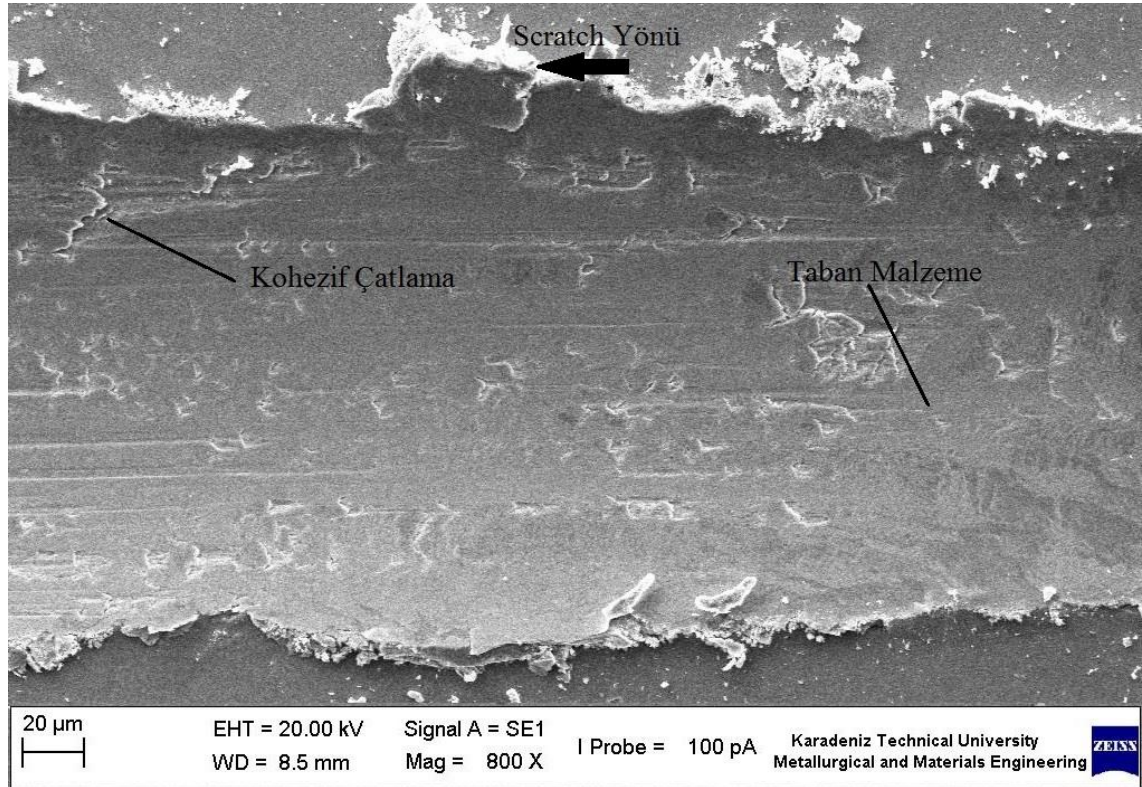
Yapılan adezyon testi sonucunda SEM görüntülerinden elde edilen izler incelendiğinde R1, R6 ve R8 numunelerinin toparlanma pullanması ve ufalanmanın meydana geldiği Şekil 47, 52, 54'ten görülmektedir.

Adezyon testi sonucunda yapılan SEM görüntülerinden elde edilen izler incelendiğinde R3, R6 ve R9 numunelerinin hepsinde toparlanma pullanması mekanizmasının etkin olduğu Şekil 49, 52, 55'te görülmektedir. Ayrıca R3 ve R9 numunelerinde de ufalanma meydana gelmiştir.

Genel olarak adezyon testinden elde edilen sonuçlar incelendiğinde, bias geriliminin yüksek olduğu numunelerde (R7, R8) kritik yük değeri de yüksek olarak elde edilmiştir. Singh tarafından yapılan bir çalışmada, bias geriliminin kademeli olarak 0-75V'a kadar artırılarak gerçekleştirilen kaplamada  $Lc_2$  kritik yük değerlerinin de artış gösterdiği, fakat bias geriliminin -125V gibi daha yüksek bir değere çıkarıldığında  $Lc_2$  kritik yük değerinin aniden düştüğü gözlemlenmiştir. Bu düşüşün sebebi, Singh tarafından çok fazla artan iyon bombardıman enerjisinin, bası gerilmelerini aşırı oranda artırmış olması şeklinde yorumlamıştır [79]. Bu çalışmada da literatürden yapılan incelemelerdeki gibi bias gerilim değeri aniden artırılmamış, kademeli olarak (0-50; 0-75; 0-90 V) artırılarak en yüksek yapışma mukavemeti elde edilmeye çalışılmıştır.

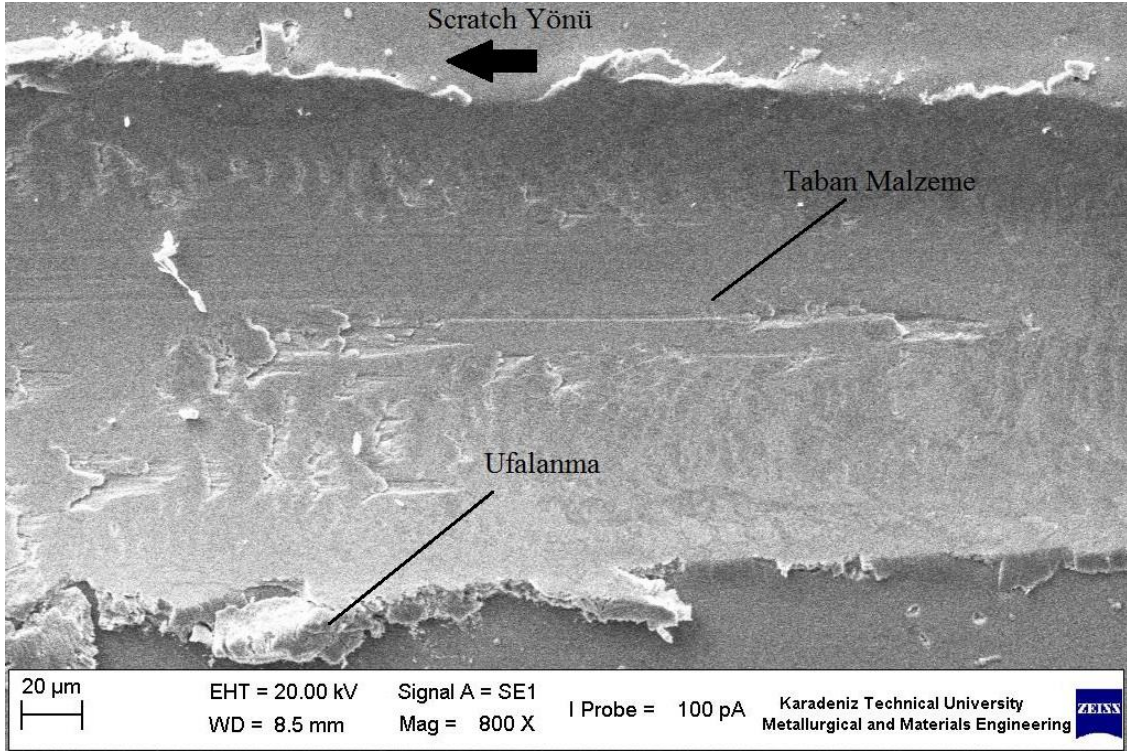


Şekil 47. R1 numunesinin  $L_{c2}$  kritik yük değerindeki scratch izi görünümü

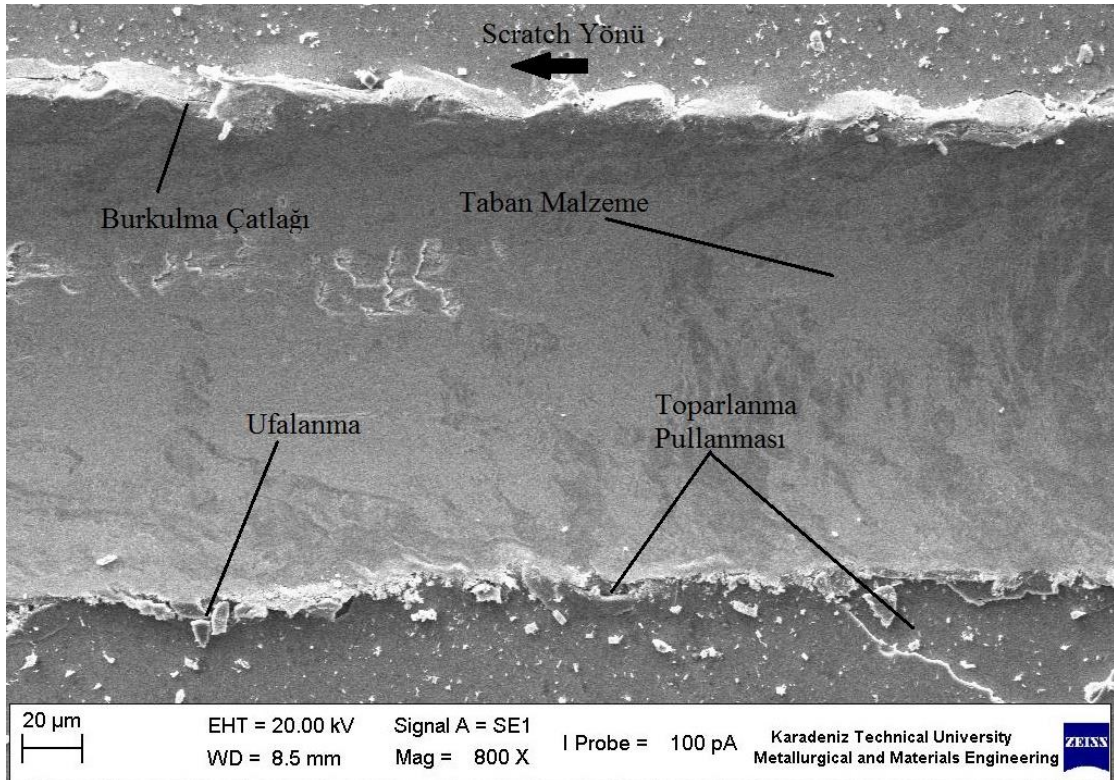


Şekil 48. R2 numunesinin  $L_{c2}$  kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



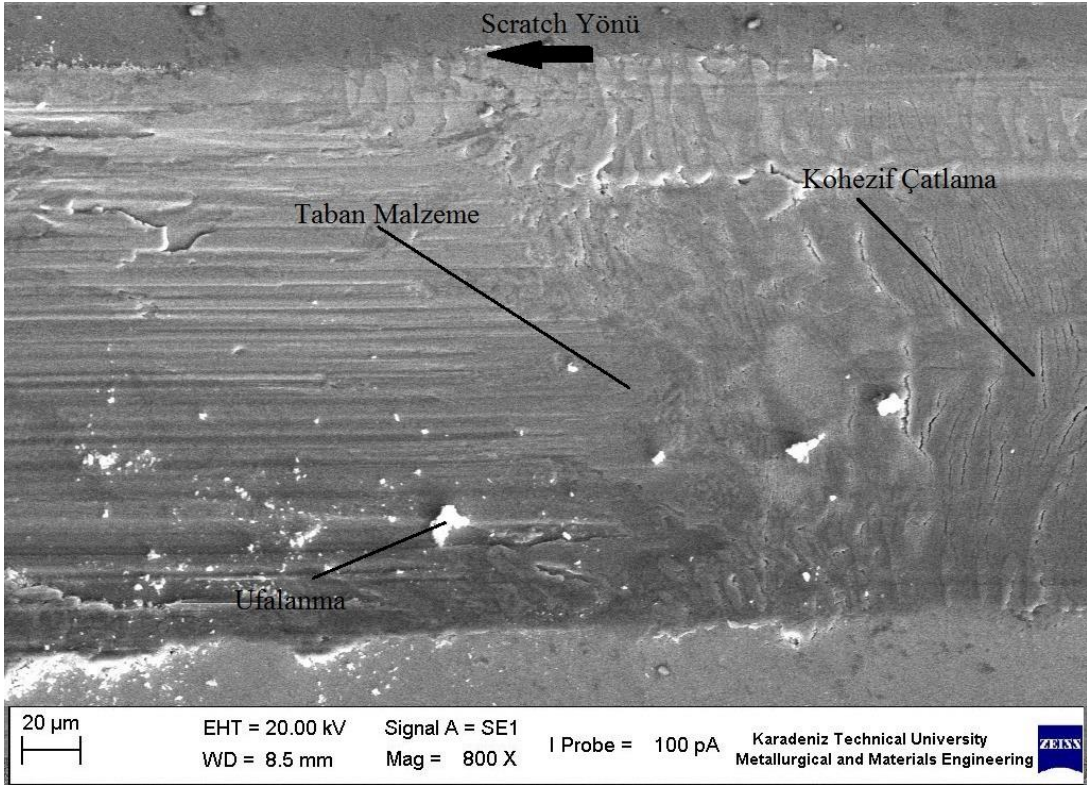


Şekil 49. R3 numunesinin  $L_{c2}$  kritik yük değerindeki scratch izi görünümü

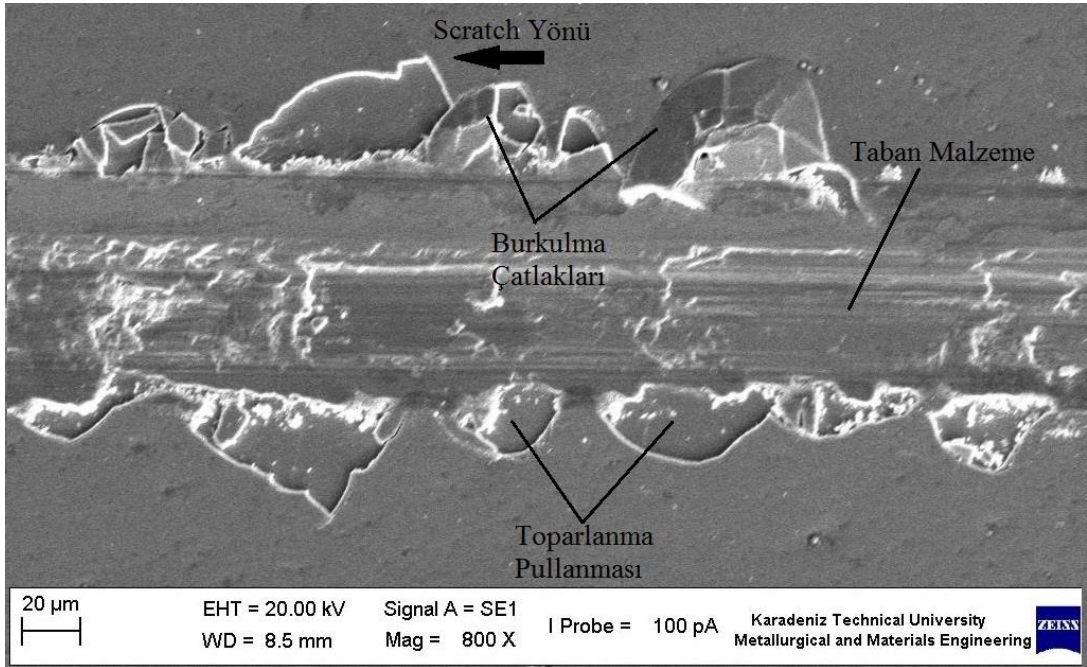


Şekil 50. R4 numunesinin  $L_{c2}$  kritik yük değerindeki scratch izi görünümü

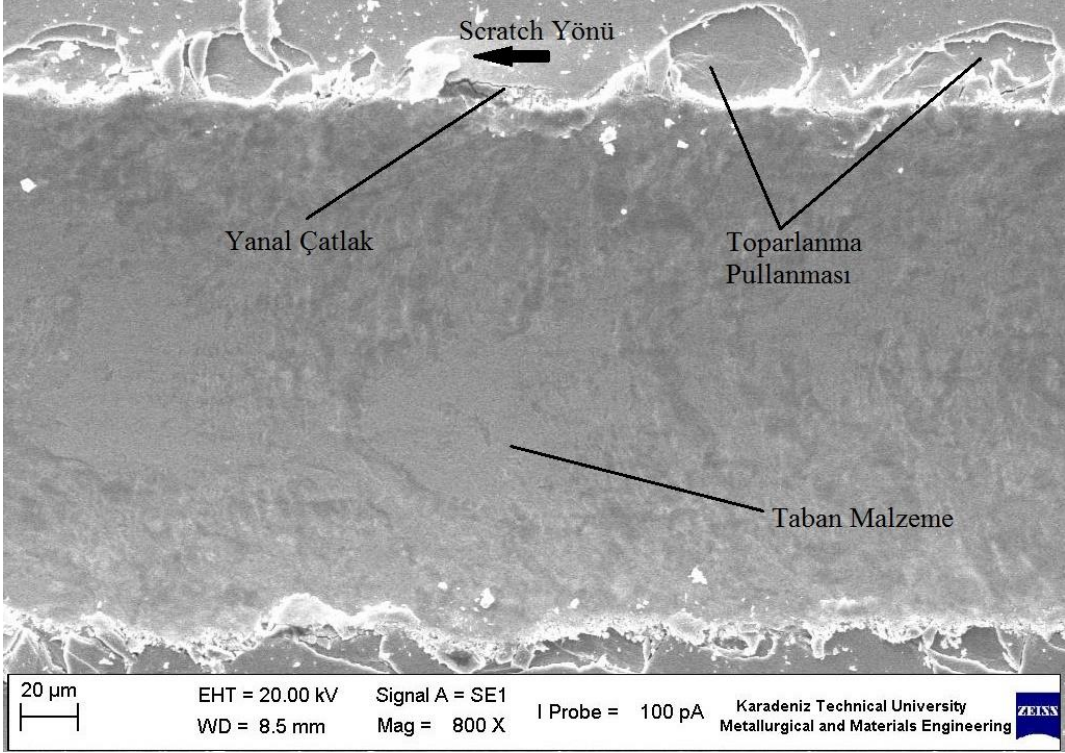




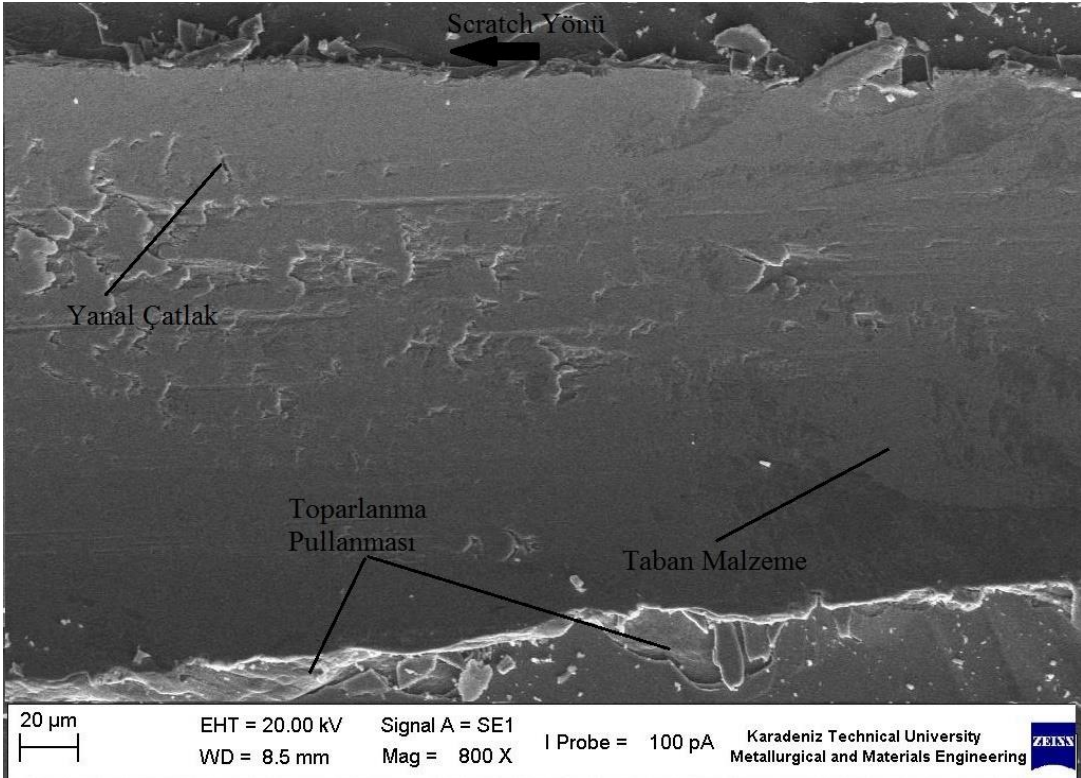
Şekil 51. R5 numunesinin  $L_{c2}$  kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



Şekil 52. R6 numunesinin  $L_{c2}$  kritik yük değerindeki scratch izi görünümü

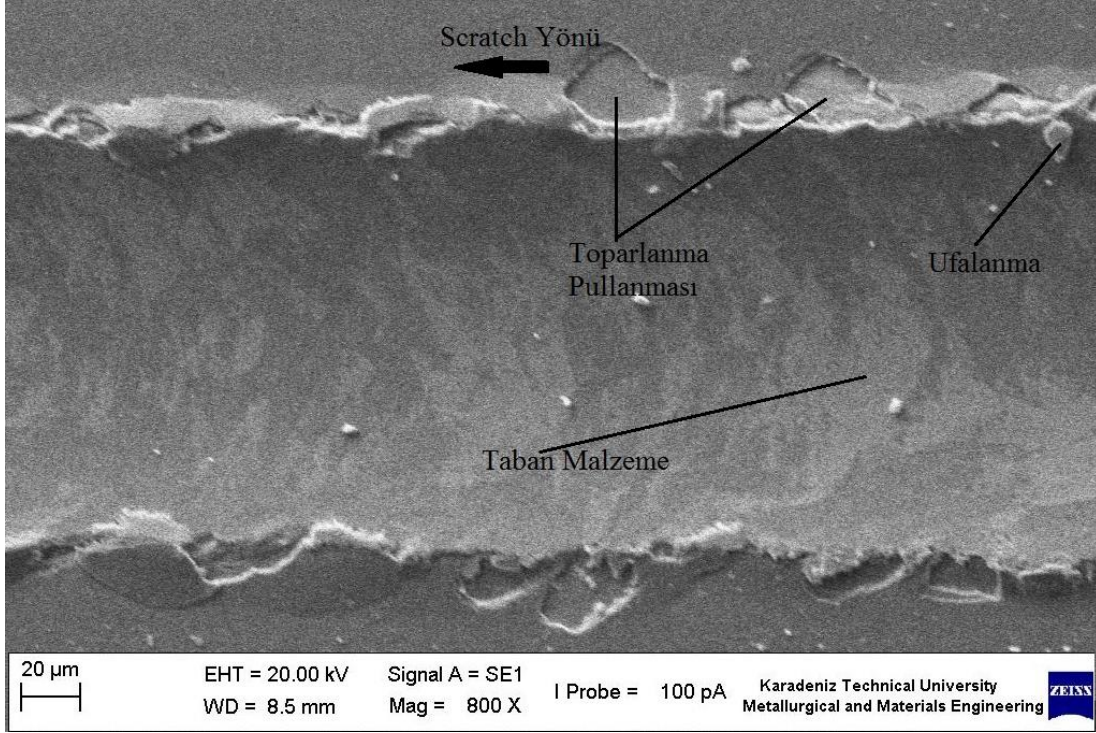


Şekil 53. R7 numunesinin  $L_{c2}$  kritik yük değerindeki scratch izi görünümü



Şekil 54. R8 numunesinin  $L_{c2}$  kritik yük değerindeki scratch izi görünümü





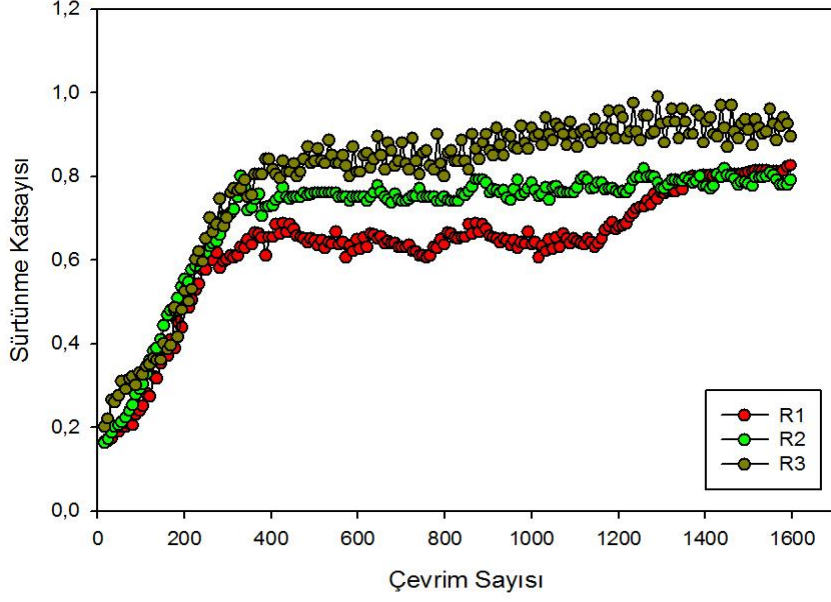
Şekil 55. R9 numunesinin  $L_{c2}$  kritik yük değerindeki scratch izi görünümü

### 3.7. Aşınma Deneyi Sonuçları

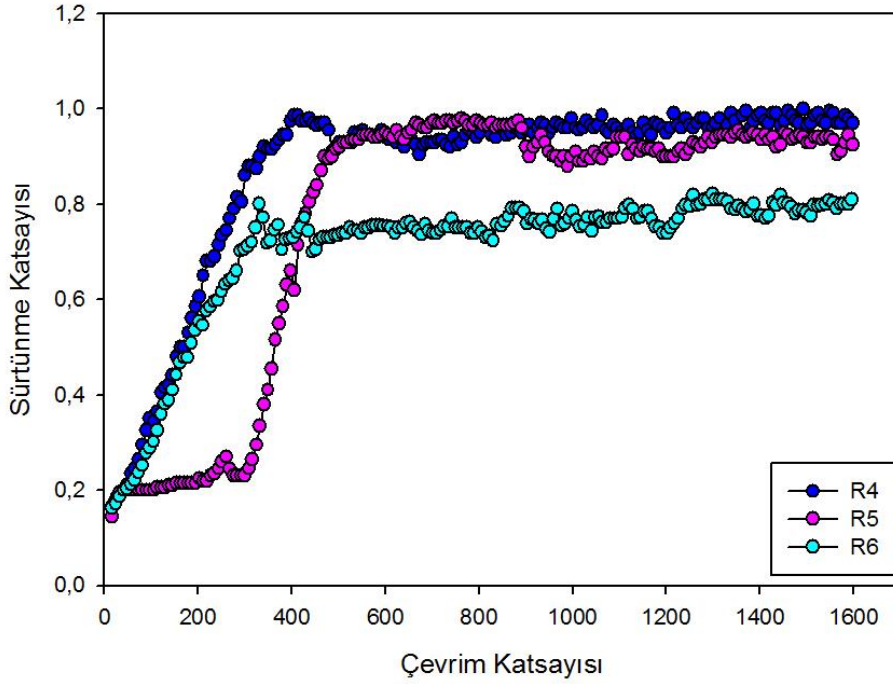
TiAlZrN kaplanmış numunelerinin sürtünme ve aşınma özellikleri, oda sıcaklığında karşı yüzey olarak  $Al_2O_3$  bilye seçilip, ball-on disk triboloji deney düzeneği kullanılarak incelenmiştir. Yapılan deneyler 60 mm/sn çevresel hızda, 2N ve 5N olmak üzere iki farklı yükte, 1600 yük tekrarında (çevrim sayısı-karşı yüzeyin aynı noktadan geçiş sayısı) olarak gerçekleştirilmiştir. 2N için sürtünme katsayısı grafikleri Şekil 56-59'da verilmektedir. Elde edilen sürtünme katsayısı değerleri 2N için Tablo 16, 5N için Tablo 22'de verilmektedir. 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte yapılan aşınma deneylerinde elde edilen sürtünme katsayılarının 0,56 ile 0,98 değerlerinde değiştiği belirlenmiştir. En yüksek sürtünme katsayısı, R4 numunesinde 0,98 olarak elde edilirken, en düşük sürtünme katsayısı ise R7 numunesinde 0,56 olarak elde edilmiştir. Tablo 22'den ise, 5N yükte yapılan aşınma deneylerinde elde edilen sürtünme katsayılarının 0,74 ile 1,08 değerlerinde değiştiği gözlenmiştir. En yüksek sürtünme katsayısı, R4 numunesinde 1,08 olarak elde edilirken, en düşük sürtünme katsayısı R7 numunesinde 0,74 olarak elde edilmiştir. Gerçekleştirilen

sürtünme-aşınma deneylerinden elde edilen numune yüzeylerindeki aşınma yüzeylerinin profilmetre ve SEM görüntüleri Şekil 62-79 ve Şekil 86-103'de verilmiştir.

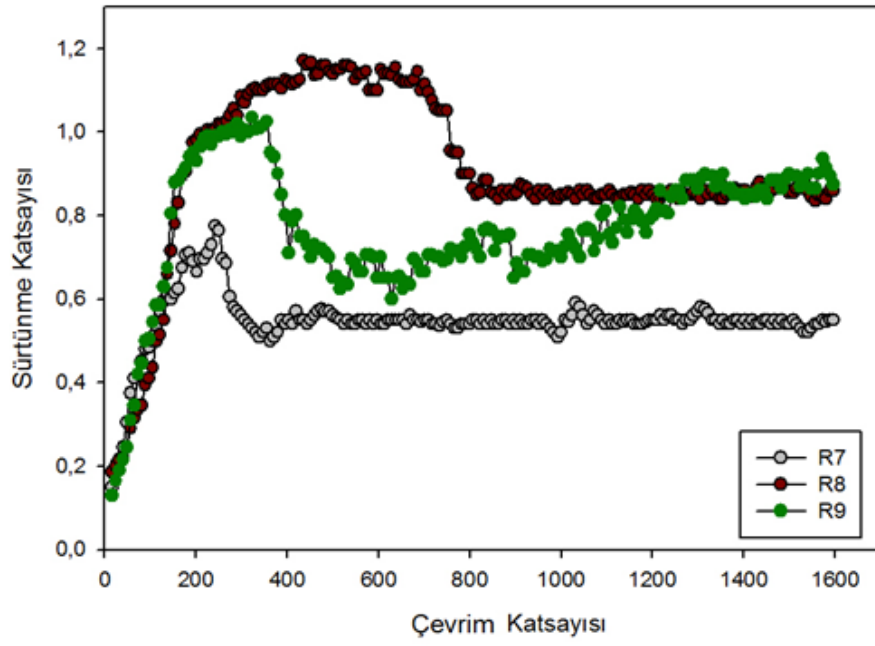
2N yük etkisi altında gerçekleştirilen aşınma deneylerinin sürtünme katsayı grafikleri;



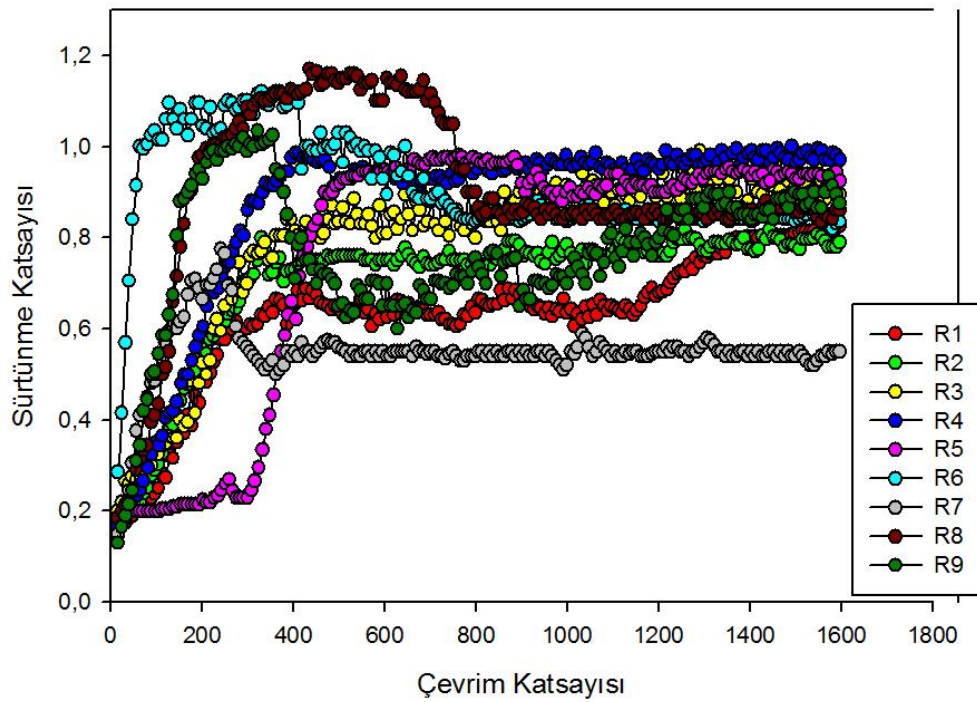
Şekil 56. R1, R2 ve R3 numunelerinin 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 57. R4, R5 ve R6 numunelerinin 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 58. R7, R8 ve R9 numunelerinin 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 59. Bütün numunelerin 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 56-59 incelendiğinde, R8 numunesi yaklaşık 700 çevrime kadar kararsız bir sürtünme katsayısı değeri gösterdiği, diğer numuneler ise yaklaşık 360 çevrimden deney sonlandırılıncaya kadar kararlı bir davranış gösterdiği görülmektedir. R8 numunesindeki sürtünme katsayısındaki dalgalanmanın numunenin kaplama yüzeyinin aşırı sert olması nedeniyle abrazif etki sonucunda kırılarak oluşan küçük aşınma parçacıklarından kaynaklandığı ve rodaj evresinin uzun sürdüğü düşünülmektedir [81]. Bu aşama mühendislik uygulamalarında rodaj olarak tanımlanan bu durum alışma devresi olarak ifade edilmektedir. Bu duruma ek olarak, R1 ve R8 kaplamalarında deneyin ilerleyen bölümlerinde görülen dalgalanmalara, deney esnasında sürtünen yüzeyler arasında oluşan transfer filminin optimum kalınlıkta olmaması ve zaman zaman yırtılmasının neden olduğu düşünülmektedir.

Tablo 16. 2N yük etkisi altında elde edilen sürtünme katsayısı

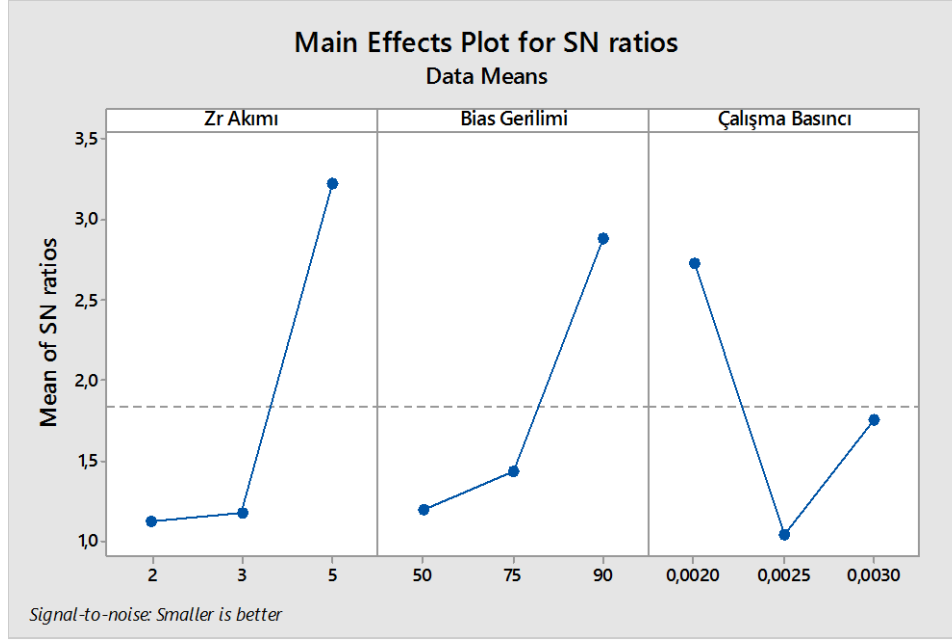
Numune Adı	Sürtünme Katsayısı ( $\mu$ )
R1	0,76
R2	0,80
R3	0,89
R4	0,98
R5	0,94
R6	0,79
R7	0,56
R8	0,81
R9	0,77
Serleştirilmiş H13 (Kaplamasız)	0,65
Serleştirilmiş H13 (Nitrürlü)	0,80

Tablo 16'ya göre bias geriliminin -50V olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numunelerinden elde edilen sürtünme katsayı değerlerine bakıldığında, en düşük sürtünme katsayı değerinin 0,76 ile R1 en büyük değerinin de 0,89 R3 numunesinde olduğu görülmektedir. 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 artıştaki sebep, artan Zr akımı ile birlikte kaplamaların yoğunluğunun artması, tane boyutunun azalması etkisiyle iç gerilmelerin artmasına neden olduğu şeklinde açıklanabilmektedir. Literatür çalışmalarında da elde edilen sonuçlar benzer şekilde ifade edilmektedir [61]. Örneğin, bir çalışmada artan kaplama parametreleriyle birlikte kaplama yüksek iyon bombardımanına maruz kalmakta ve bu sebeple kaplama yapısında kalıntı gerilmeler meydana gelmektedir. Bu kalıntı gerilmeler plastik deformasyona karşı direnci artırarak kaplamalarda sürtünme katsayısı değerlerini artırdığı yorumu yapılmıştır [76]. Pfeiler ve arkadaşları da çalışmalarında elde ettikleri sürtünme katsayısındaki artışın bias gerilimindeki artışa bağlı olduğunu ifade etmiştir [80]. R1, R6 ve R8 numuneleri incelendiğinde Zr akımının 2A olarak sabit olduğu ve bias geriliminin sırasıyla -50V, -75V ve -90V olarak artırıldığı ANOVA analizi sonucunda bias geriliminin de kaplama yüzeyine iyon bombardımanını artırdığı için aynı mekanizmaya katkıda bulunduğu düşünülmektedir. Literatürdeki birçok çalışmada elde edilen sonuçlar bu yorumu doğrular niteliktedir [43, 75]. Yapılan bir literatür çalışmasında 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 iç gerilmeleri artırdığı ifade edilmiştir [75]. Tillmann ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada da bias gerilimin artması, sertlik ve iç gerilmelerinin artmasına neden olup kaplama içerisinde mikro çatlaklar oluşturup sürtünme katsayısını arttırdığı rapor edilmiştir [43].

Elde edilen S/N grafiği Şekil 60'da verilmektedir. Kullanılan parametrelerin her bir seviyesi için elde edilen S/N oranlarının ortalamaları Tablo 17'de verilmektedir. 2N yük için elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerleri için yapılan ANOVA analizi sonuçları Tablo 18'de verilmiştir. ANOVA analizine göre en etkin parametre olan Zr akımının oda sıcaklığında elde edilen ortalama sürtünme katsayılarına etkisi %45,7 olarak hesaplanmıştır. Çalışma basıncının katkısı %22,9 ve bias geriliminin ise %26,5 olarak hesaplanmıştır.

2N yükte gerçekleştirilen aşınma deneylerinin ANOVA hesaplamaları;



Şekil 60. Kaplama parametrelerinin 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etkisi

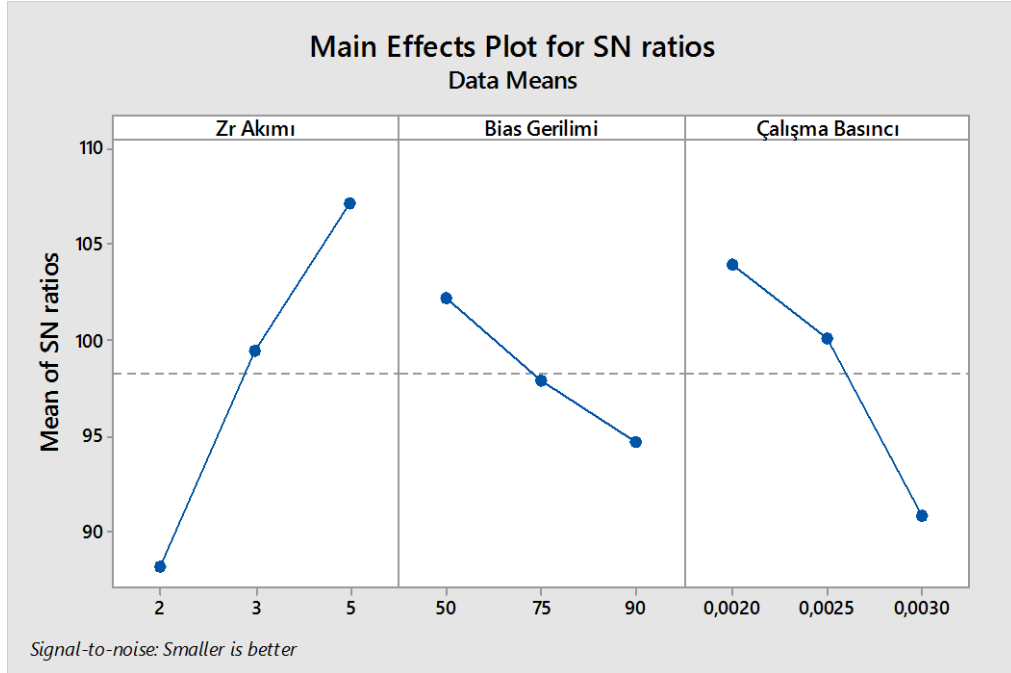
Tablo 17. 2N yükte elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her bir seviye için S/N oranları ve delta istatistiği

Parametreler	Oda sıcaklığı sürtünme katsayısı			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye1	Seviye2	Seviye3		
Zr Akımı	1,118	1,169	3,223	2,106	1
Bias Gerilimi	1,193	1,433	2,884	1,691	3
Çalışma Basıncı	2,727	1,033	1,750	1,694	2

Tablo 18. 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	8,6566	4,3283	9,61	0,094	45,7
Bias Gerilimi	2	5,0198	2,5099	5,57	0,152	26,5
Çalışma Basıncı	2	4,3369	2,1684	4,82	0,172	22,9
Residual Error	2	0,9004	0,4502			
Toplam	8	18,9137				

2N yük altında yapılan 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 61’de verilmektedir. Kullanılan parametrelerin her bir seviyesi için elde edilen S/N oranlarının ortalamaları Tablo 19’da verilmektedir. Aşınma hızlarına etki eden en önemli parametre Zr akımı olarak belirlenmiştir. Etkisi en az olan parametre ise bias gerilimi olarak belirlenmiştir.



Şekil 61.Kaplama parametrelerinin hesaplanan aşınma hızı değerlerine etkisi

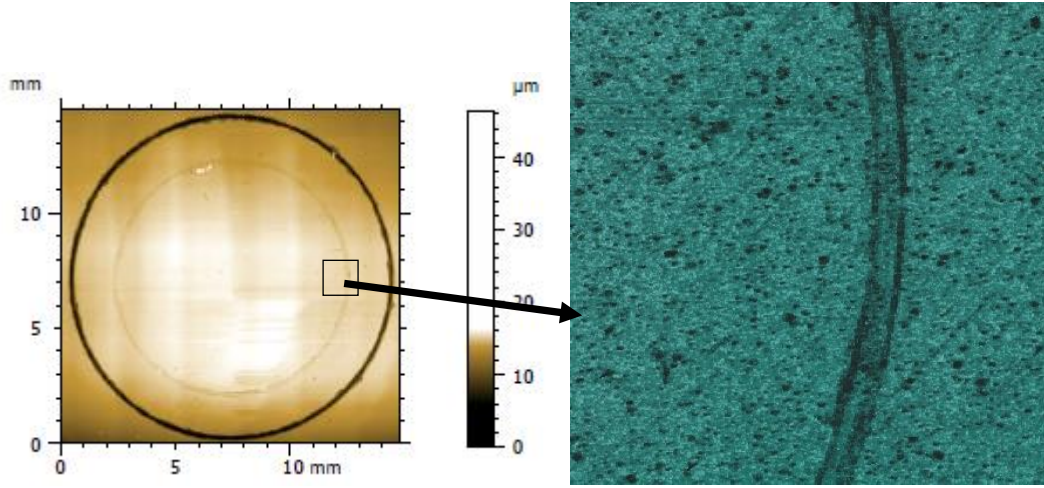
Tablo 19. Aşınma hızı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

Parametreler	Oda sıcaklığı sürtünme katsayısı			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye1	Seviye2	Seviye3		
Zr Akımı	88,21	99,48	107,19	18,98	1
Bias Gerilimi	102,25	97,9	94,7	7,55	3
Çalışma Basıncı	103,98	100,07	90,83	13,15	2

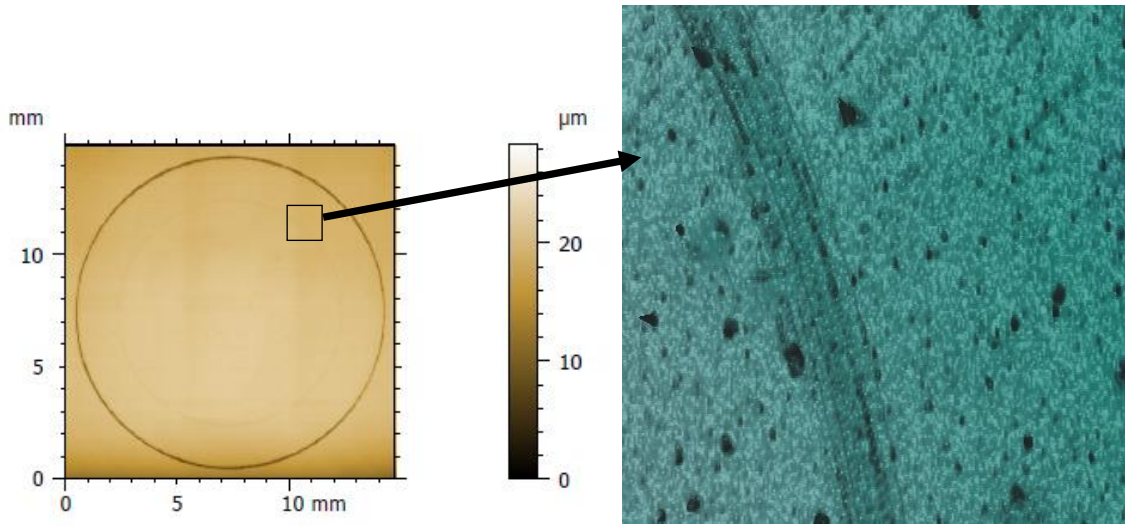
Yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 20’de verilmiştir. ANOVA analiz sonucuna göre en etkin parametre olarak belirlenen Zr akımının, aşınma hızlarına katkısı %55,2 olarak hesaplanmıştır. Çalışma basıncı ve bias geriliminin katkıları sırasıyla %27,6 ve %8,6 olarak hesaplanmıştır.

Tablo 20. Aşınma hızı değerlerinin ANOVA tablosu

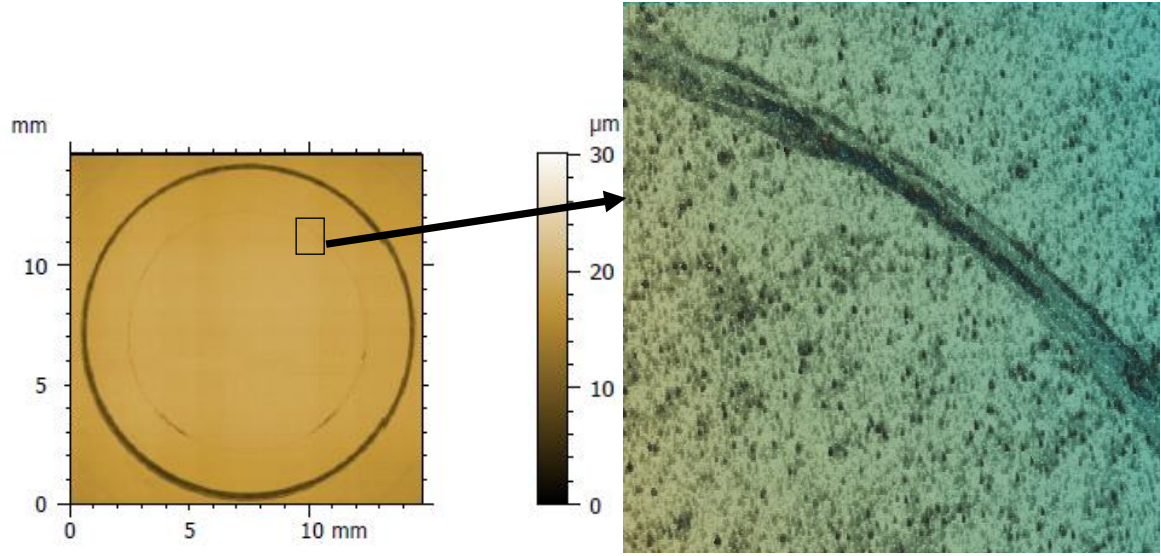
Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P değeri	Katkı Yüzdesi
Zr Akımı	2	546,55	273,28	12,57	0,074	55,2
Bias Gerilimi	2	86,01	43	1,98	0,336	8,6
Çalışma Basıncı	2	273,38	136,69	6,29	0,137	27,6
Residual Error	2	43,48	21,74			
Toplam	8	989,42				



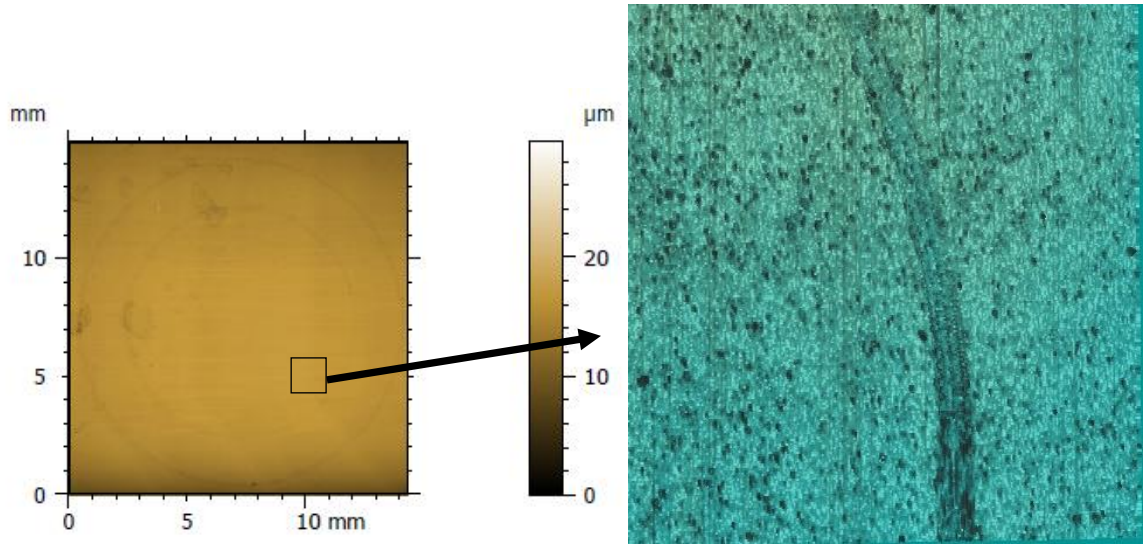
Şekil 62. R1 numunesinden 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü



Şekil 63. R2 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü

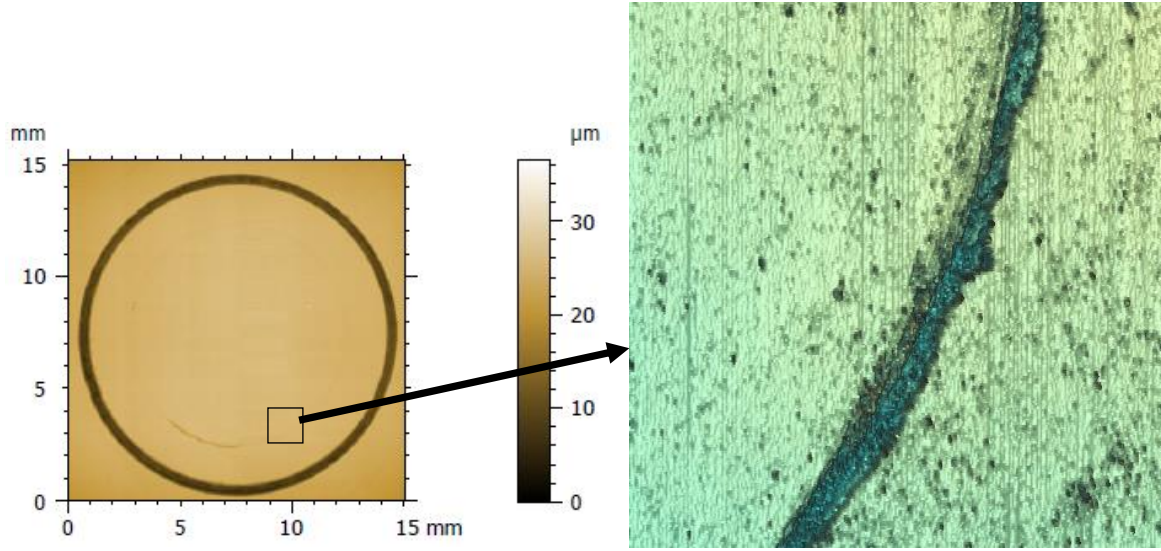


Şekil 64. R3 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü

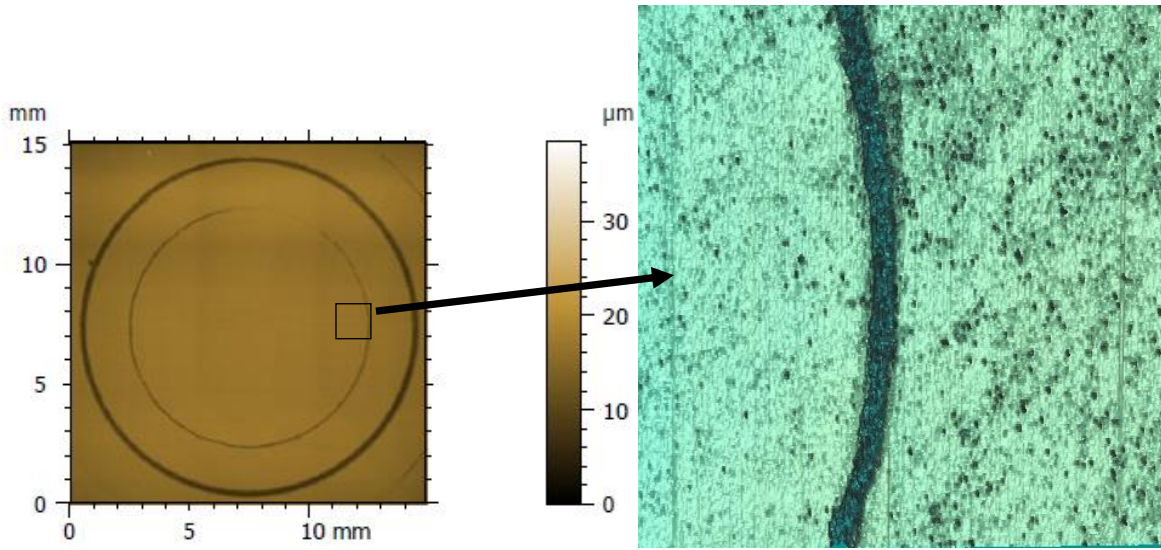


Şekil 65. R4 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü



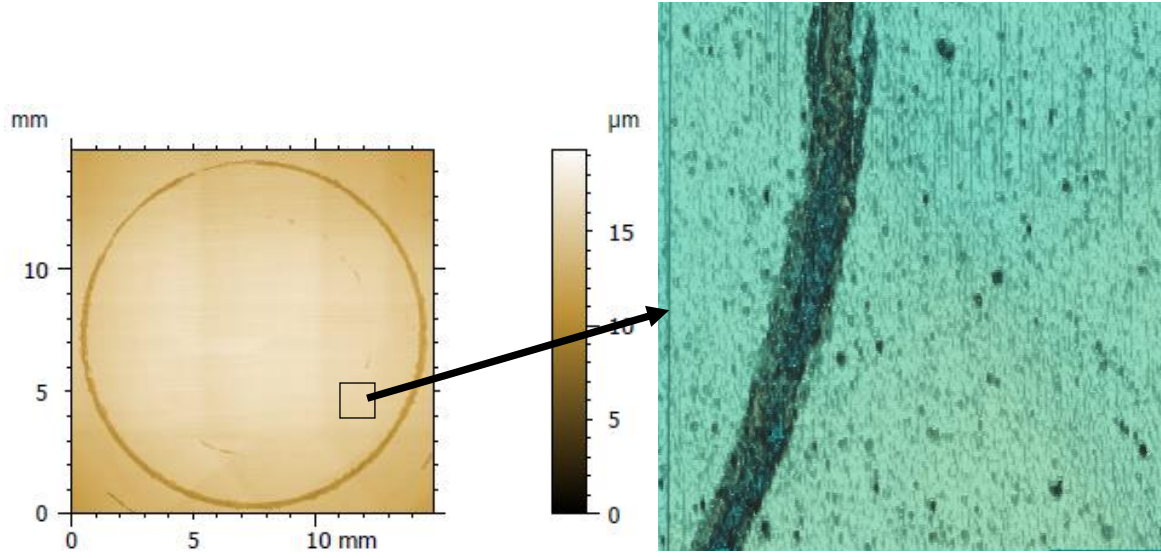


Şekil 66. R5 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü

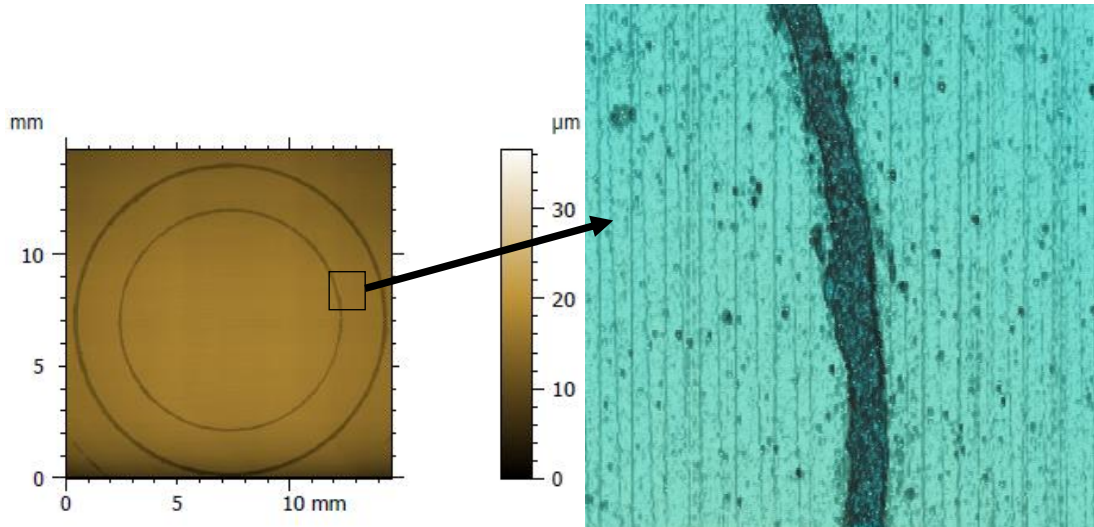


Şekil 67. R6 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü

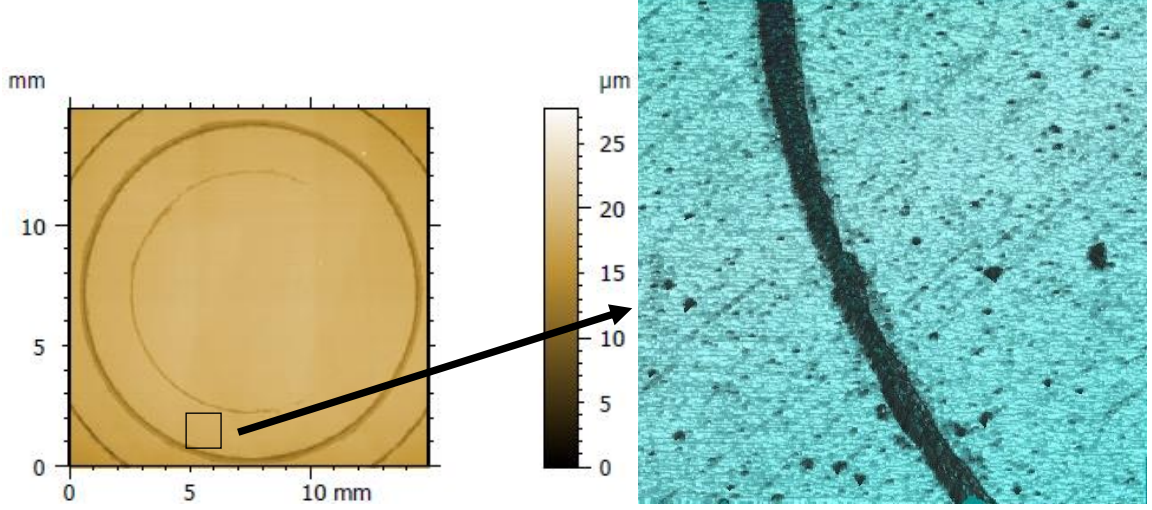




Şekil 68. R7 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü



Şekil 69. R8 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü



Şekil 70. R9 numunesinin 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi optik profilmetre görünümü

TiAlZrN kaplamalara 2N yük altında uygulanan aşınma deneylerinden elde edilen aşınma hızlarının optik profilmetre yardımıyla ölçülen aşınma miktarları denklem 1 kullanılarak hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar Tablo 21’de verilmiştir.

Tablo 21. 2N yük etkisi altında elde edilen aşınma hızı değerleri

Numune Adı	Aşınma Hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)
R1	1,55E-05
R2	3,84E-06
R3	7,72E-06
R4	6,80E-06
R5	4,52E-06
R6	6,69E-05
R7	2,42E-06
R8	5,65E-05
R9	4,59E-05
Sertleştirilmiş H13(Kaplamasız)	4,44E-05
Sertleştirilmiş H13 (Nitrürlü)	2,13E-04

En düşük aşınma hızı en yüksek adezyona sahip 5A Zr akımı,- 90V bias gerilimi ve  $2 \times 10^{-3}$  Torr çalışma basıncı parametrelerinde üretilen R7 numunesinden  $2,42 \times 10^{-6}$  mm<sup>3</sup>/Nm olarak elde edilmiştir. Aşınma hızı en düşük olan R7 numunesi ile kaplama işlemi uygulanmamış sadece sertleştirme işlemi uygulanmış taban malzemenin aşınma hızı kıyaslandığında, söz konusu numuneye oranla yaklaşık 20 kat daha yüksek bir aşınma hızına sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca R7 numunesi aşınma direnci açısından sertleştirilerek nitrülenmiş durumdaki kaplamasız H13 takım çeliği ile kıyaslandığında yaklaşık 80 kat daha yüksek bir aşınma hızına sahip olduğu tespit edilmiştir. Bu durum, H13 çeliğinden imal edilecek bir takımın, sürtünmeli uygulamalarda kullanılmak istenildiğinde, ömür ve maliyet dikkate alınarak ekonomik açıdan değerlendirilmesinin gerekliliğini ortaya koymaktadır.

Adezyon dayanımının kaplamanın aşınma dirençlerine dikkate değer bir şekilde etkilediği pek çok çalışmada ifade edilmiştir [80]. Numunelerin adezyon dirençlerinin verildiği Tablo 13 ve aşınma hızı değerleri verildiği Tablo 21 beraber incelendiğinde genel olarak adezyon dayanımı yüksek olan numunelerin aşınma dayanımlarının da yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum adezyon dayanımının değerinin aşınma hızı üzerindeki etkisini bariz olarak ortaya koymaktadır. Elde edilmiş olan 56 N'luk en yüksek adezyon değerine sahip R7 numunesi en düşük aşınma hızına sahip olurken, en düşük adezyon değerine sahip (15N) sahip olan R6 numunesinde en yüksek aşınma hızı elde edilmiştir.

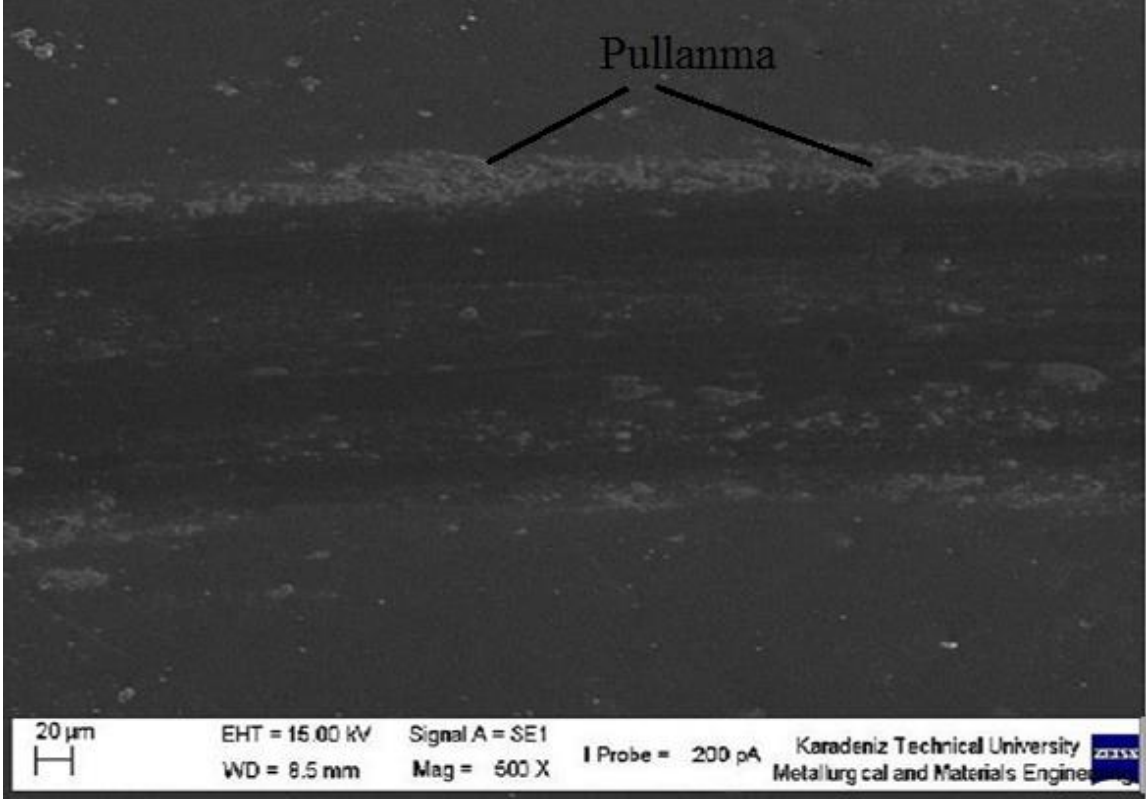
Zr akımı 5A değerinde sabit tutulup bias gerilimleri -50V, -75V ve -90V olarak artış gösteren R3, R5 ve R7 numune grubunun aşınma hızı sonuçları sırasıyla  $7,72 \times 10^{-6}$ ,  $4,52 \times 10^{-6}$  ve  $2,42 \times 10^{-6}$  mm<sup>3</sup>/Nm olarak elde edilmiştir. Burada da bias geriliminin artmasıyla enerjisi yüksek iyonlar ve iyonize edilmiş atomların enerjisi birleşerek taban malzeme bünyesine girebilmesi sayesinde adezyon dayanımı da artmakta ve aşınma hızını azaltmaktadır. Bu bulgu literatür ile de uyumludur [75].

Bias gerilimi -75V değerinde sabit tutulup Zr akımı 2A, 3A ve 5A olarak artış gösteren R6, R4 ve R5 numune grubunun aşınma hızı sonuçları sırasıyla  $6,69 \times 10^{-6}$ ,  $6,80 \times 10^{-6}$  ve  $4,52 \times 10^{-6}$  mm<sup>3</sup>/Nm olarak elde edilmiştir. Burada aşınma oranlarının sırasıyla azalmasının nedeni, artan Zr akımı ile birlikte kaplamaların yoğunluğunun artması, tane boyutunun azalması ve bu artışla beraber kalıntı gerilmelerin artması şeklinde açıklanabilmektedir [61]. Ayrıca R6 numunesinin aşınma hızının yüksek olması çalışma basıncının  $3 \times 10^{-3}$  Torr olarak en yüksek değerde olmasından kaynaklanmaktadır.

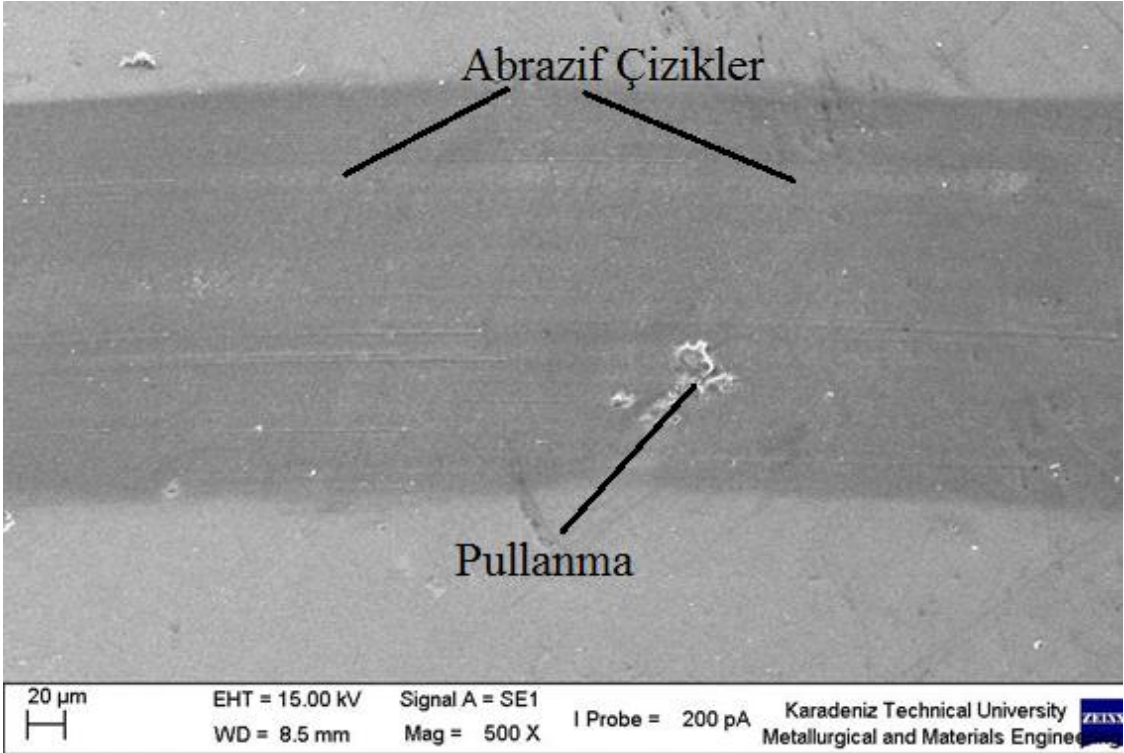
Bias gerilimi -90V değerinde sabit tutulup Zr akımı 2A, 3A ve 5A olarak artış gösteren R8, R9 ve R7 numune grubunun aşınma hızı sonuçları sırasıyla  $5,65 \times 10^{-5}$ ,  $4,59 \times 10^{-5}$  ve

$2,42 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  olarak elde edilmiştir. Bu numune grubunda elde edilen bulgular ve yapılan yorumlarda biasın  $-75\text{V}$  olduğu numunelerle benzer sonuçları göstermektedir.

Sürtünme-aşınma deneylerinden elde edilen numune yüzeylerindeki aşınma izlerinin optik profilmetre kullanılarak elde edilen topografik görüntüleri Şekil 62-70, aşınma yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu fotoğrafları ise Şekil 71-79 arasında verilmiştir. Aşınma yüzeylerinde optik profilmetre ve SEM ile yapılan yüzey incelemeleri sonucunda R5 ve R6 numunelerinin taban malzemedan büyük oranda soyulmuş olduğu görülmüştür (Şekil 75 ve 76). R5 ve R6 numunelerindeki bu durum büyük oranda kaplama bünyesinde bulunan kalıntı gerilmelerin meydana getirdiği mikro çatlakların oluşumundan kaynaklandığı düşünülmektedir. R2, R3, R4, R5 ve R6 numunelerinin aşınma izlerinin SEM görüntülerine bakıldığında abrazif aşınma mekanizmasının etkin olduğu görülmektedir (Şekil 72-76). Luo ve arkadaşları, TiAlCrN ve TiAlN/CrN kaplamaların aşınma mekanizmalarını inceleyen çalışmalarında, bu kaplama türünde karşılaşılan aşınma mekanizmasının ağırlıklı olarak pullanma aşınması şeklinde oluştuğunu rapor etmişlerdir [82]. Aynı şekilde R1 ve R9 numunelerinde de aşınma parçalarının pul (spall) şeklinde oluştuğu görülmektedir (Şekil 71 ve 79). R9 (Şekil 79) numunesinde görülen bu pullanma belirtilerinin daha yoğun miktarda büyük parçalar halinde oluşmakta olduğu gözlenirken, R1 (Şekil 71) numunesinde aşınma yolunun dışına taşmış daha küçük boyutlu pullanma etkisi gözlenmiştir. Şekil 77 ve 78'dan R7 ve R8 numunesinde aşınma parçacıklarının çok küçük boyutta olup aşınma yolu içerisinde biriktiği ve bu aşınma parçacıklarının aşınmayı hızlandıran üçüncü cisim etkisinin oluşumuna neden olduğu düşünülmektedir.

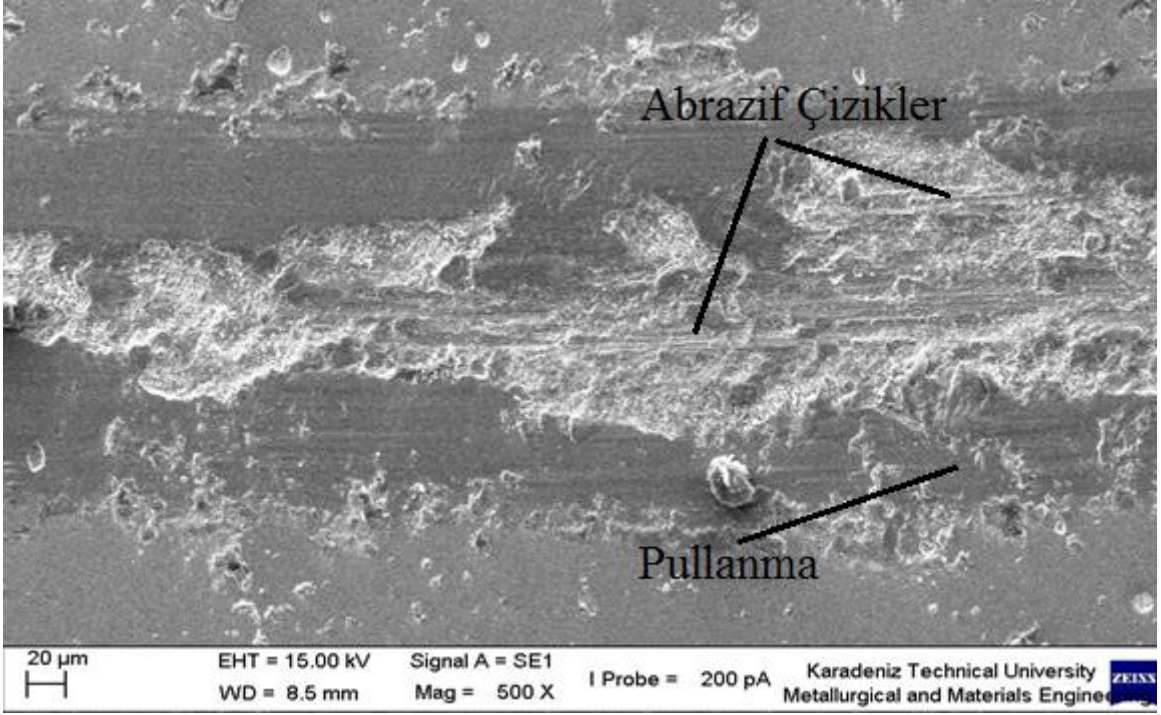


Şekil 71. R1 numunesinin 60mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü

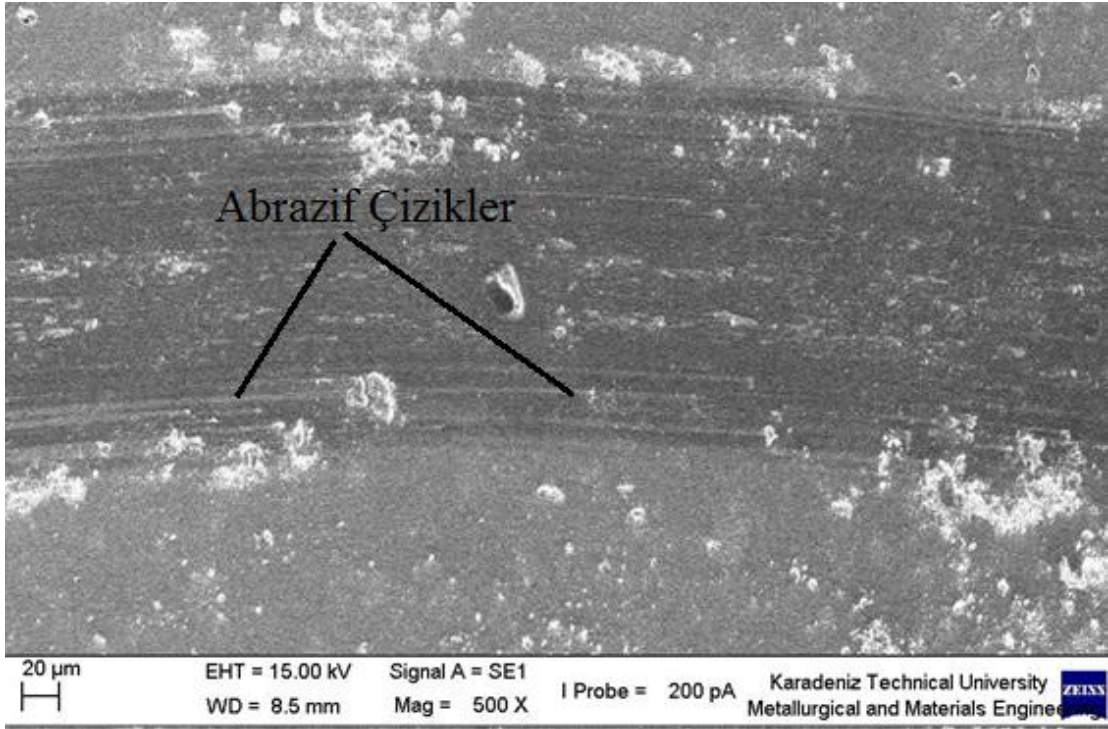


Şekil 72. R2 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü

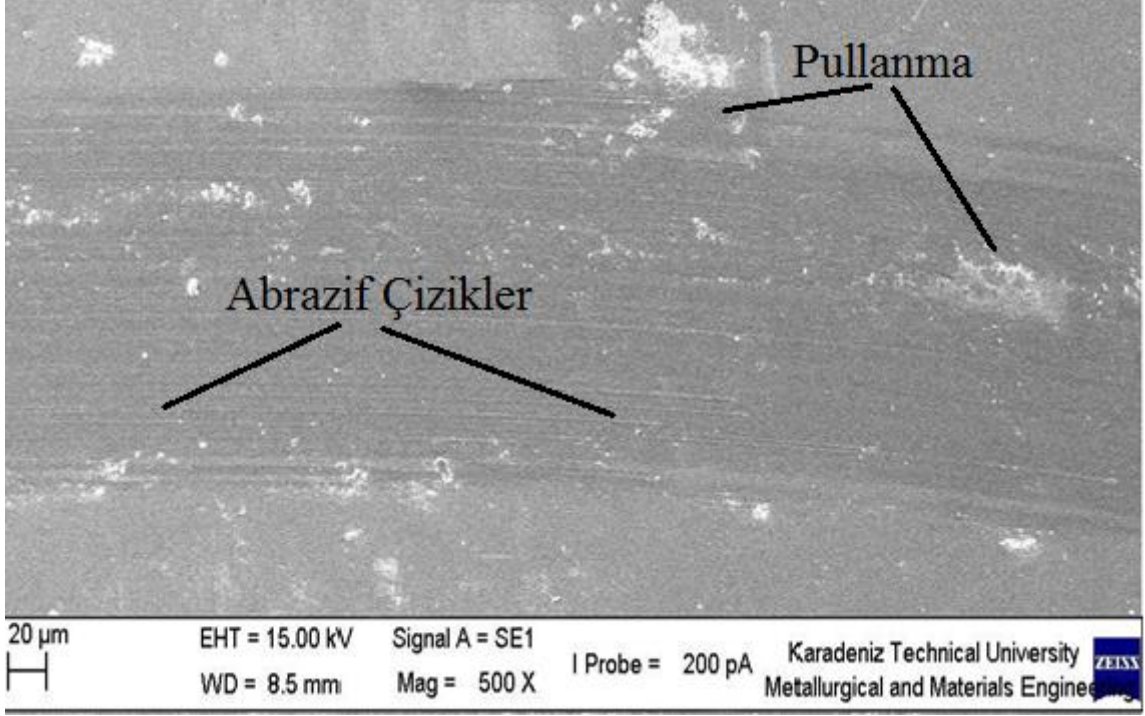




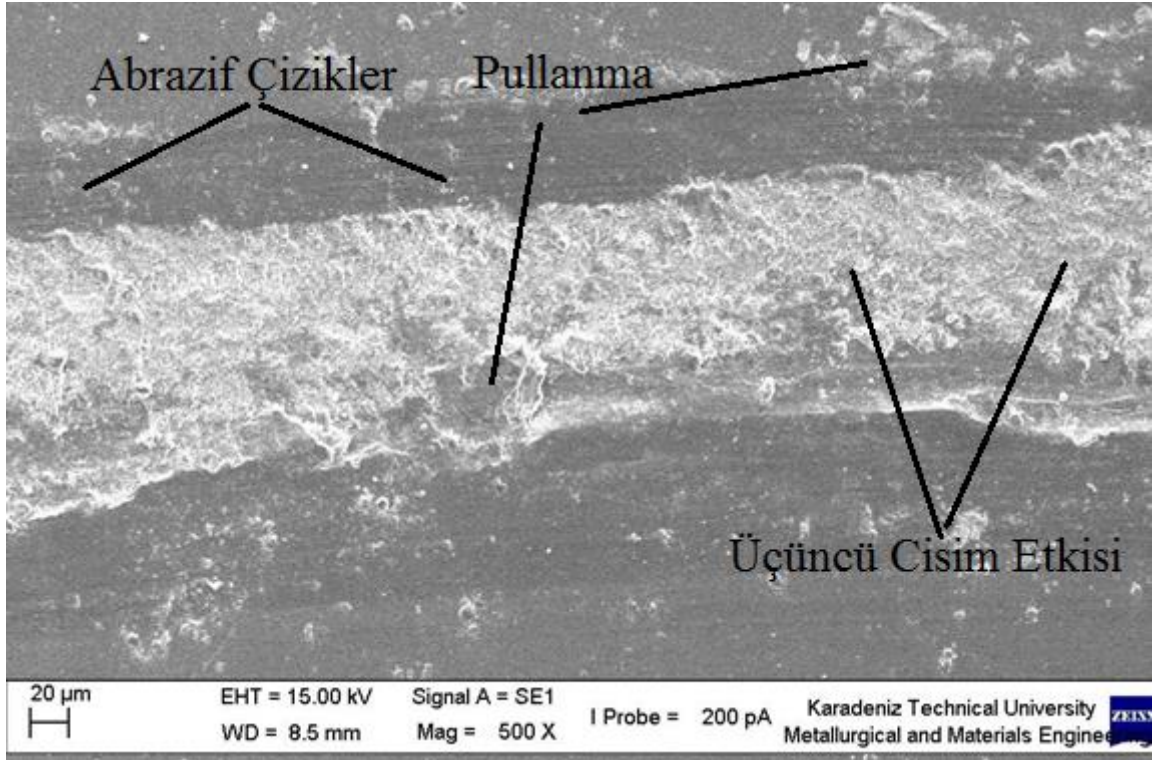
Şekil 73. R3 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



Şekil 74. R4 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü

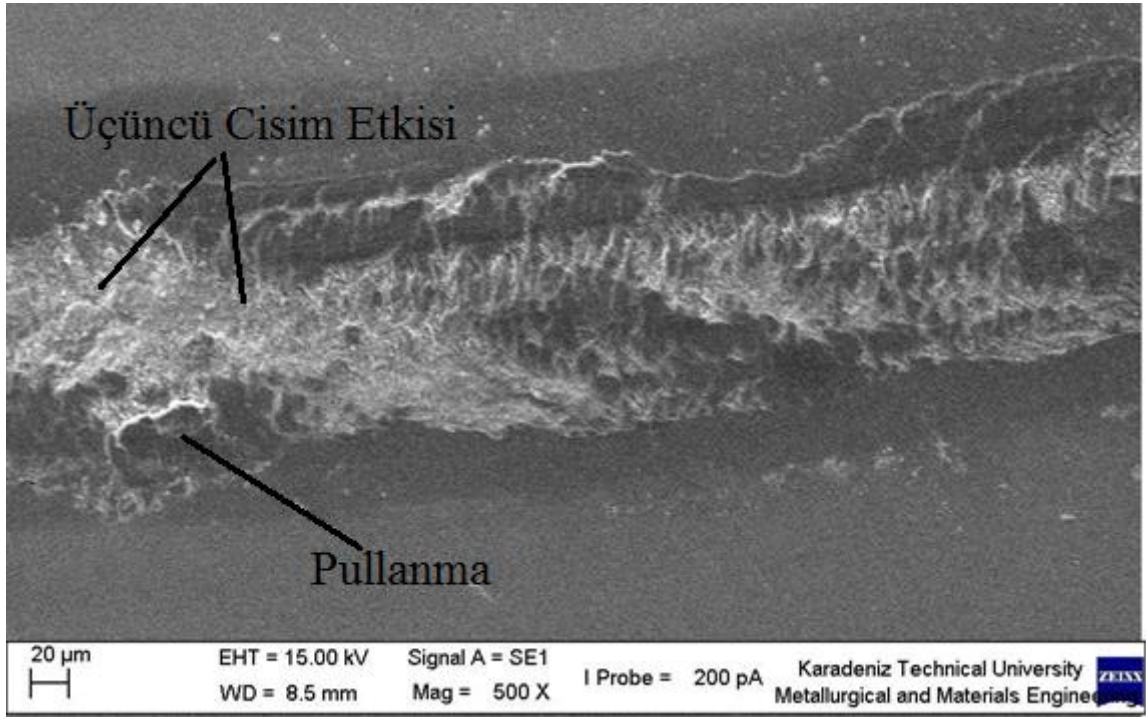


Şekil 75. R5 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü

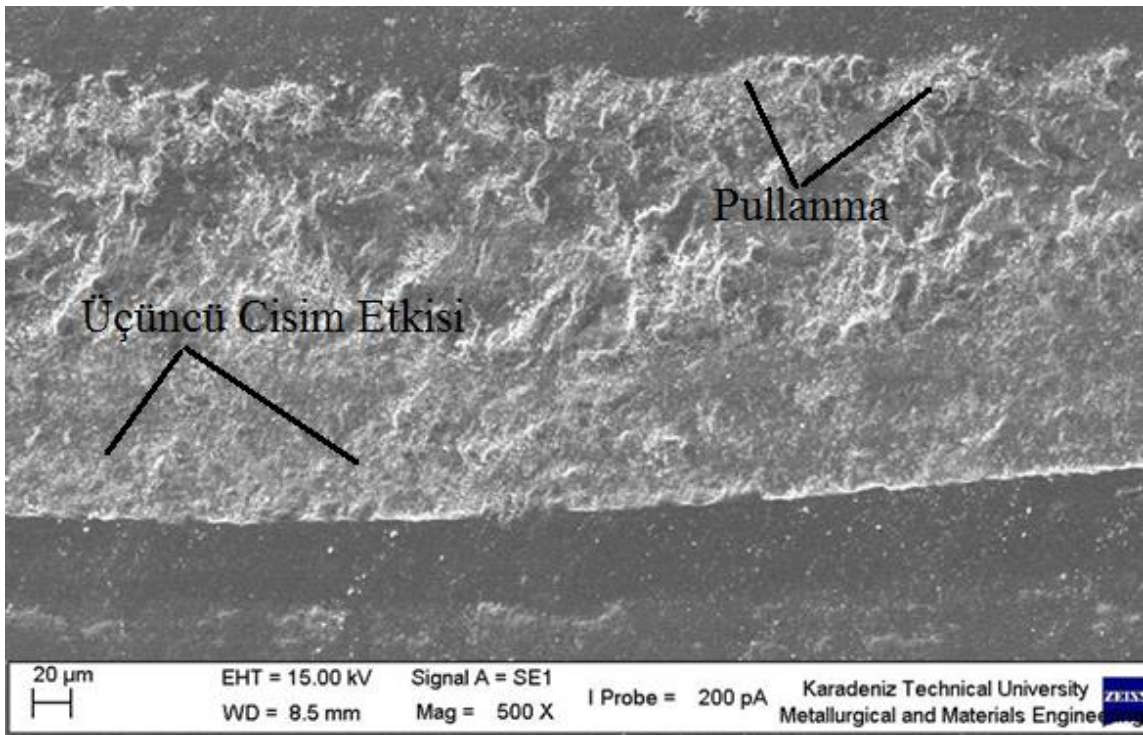


Şekil 76. R6 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



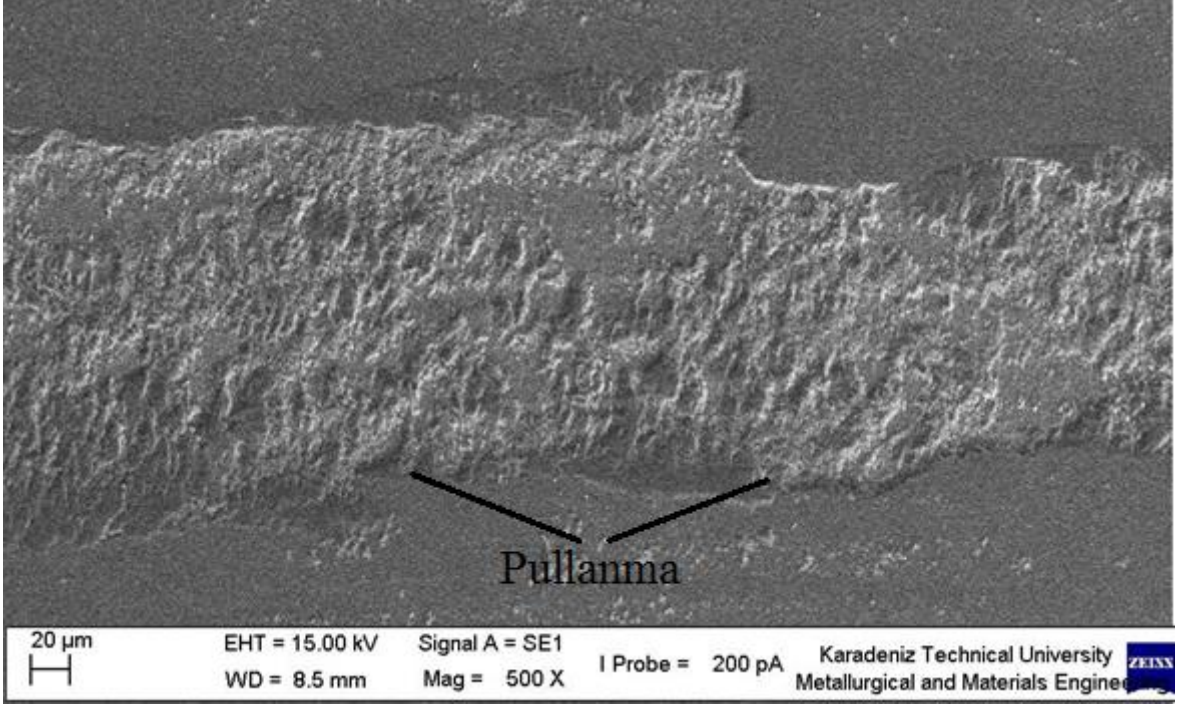


Şekil 77. R7 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



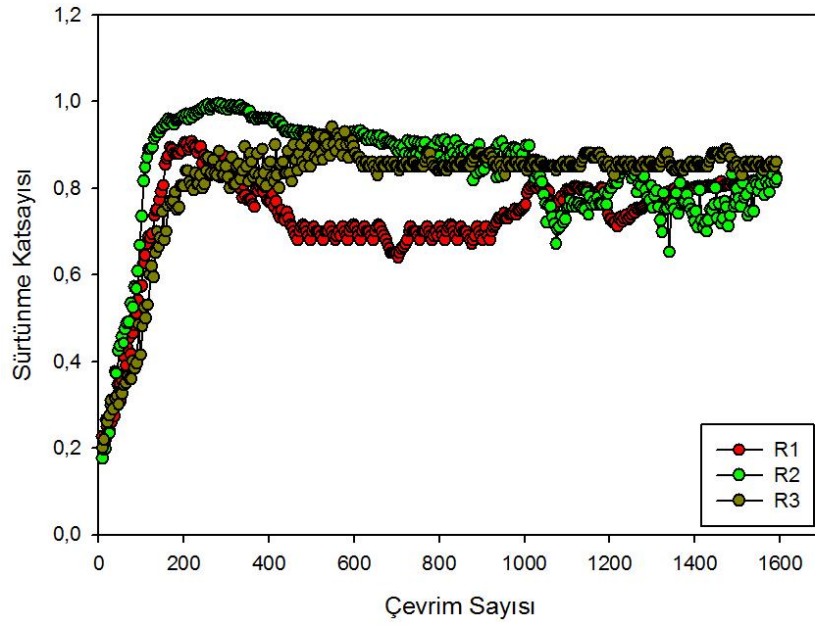
Şekil 78. R8 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



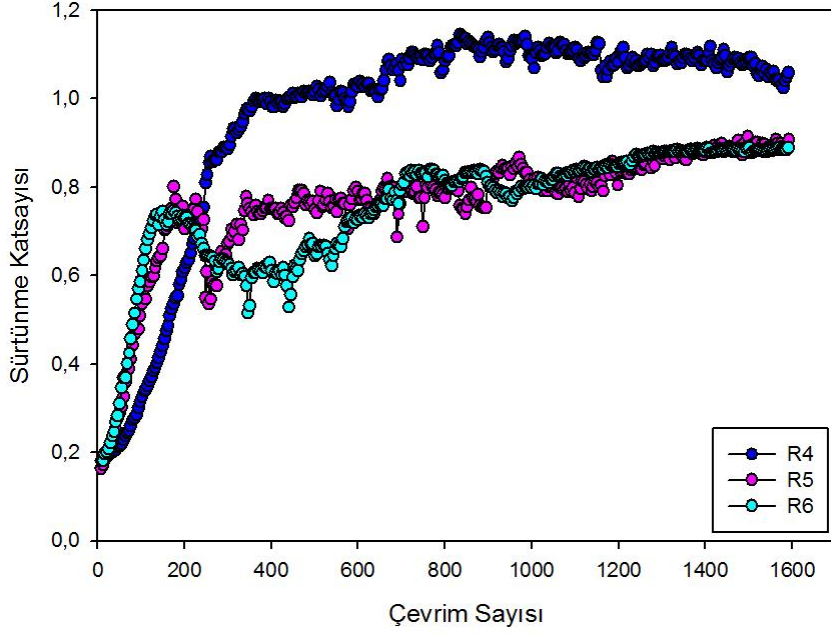


Şekil 79. R9 numunesinin 60 mm/sn çevresel hız ve 2N yükte elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü

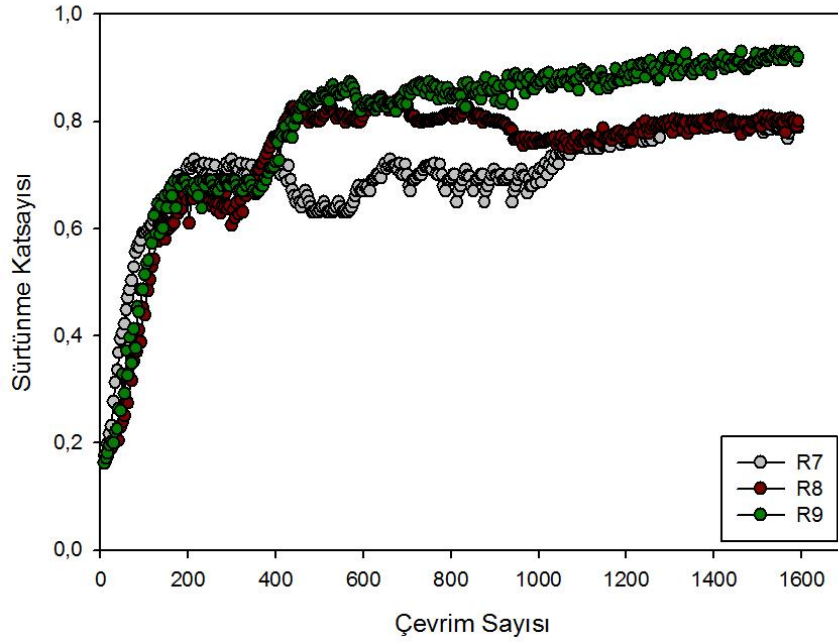
60 mm/sn çevresel hız ve 5N yükte gerçekleştirilen aşınma deneylerinin sürtünme katsayısının çevrim sayısına göre değişimini gösteren grafikler ve sürtünme katsayılarının ANOVA hesaplamaları;



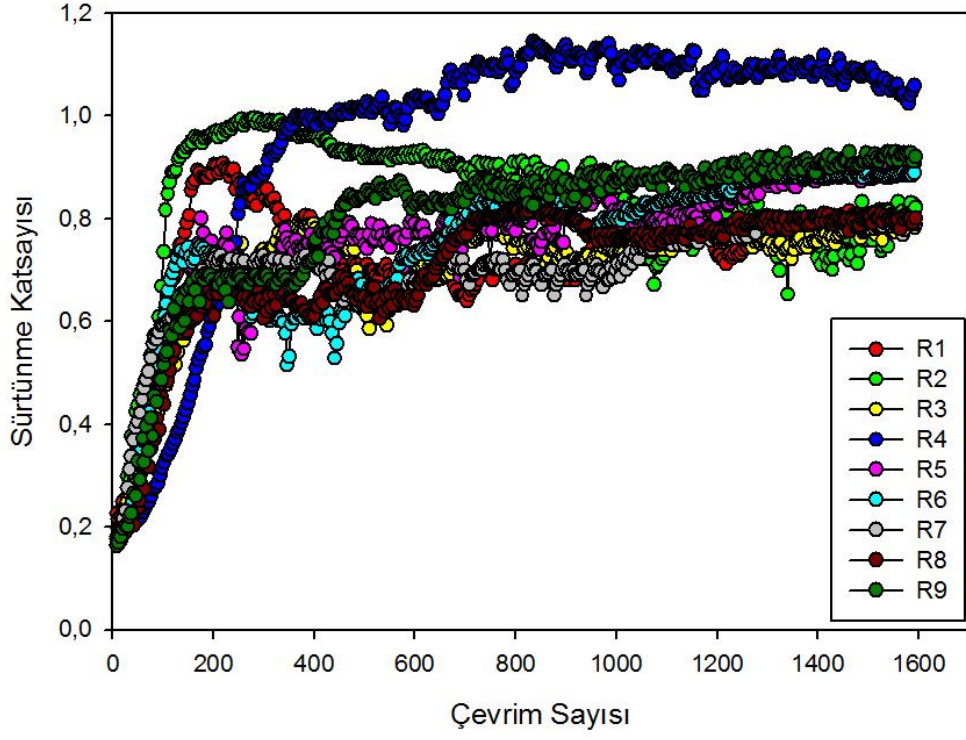
Şekil 80. R1, R2 ve R3 numunelerinin 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 81. R4, R5 ve R6 numunelerinin 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 82. R7, R8 ve R9 numunelerinin 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 83. Bütün numunelerin 5N yükte elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri

Tablo 22. 5N yükleme değerinde elde edilen sürtünme katsayısı

Numune Adı	Sürtünme Katsayısı( $\mu$ )
R1	0,77
R2	0,86
R3	0,88
R4	1,08
R5	0,80
R6	0,78
R7	0,74
R8	0,80
R9	0,85
Sertleştirilmiş H13 (Kaplamaşız)	0,75
Serleştirilmiş H13 (Nitrürlü)	0,73

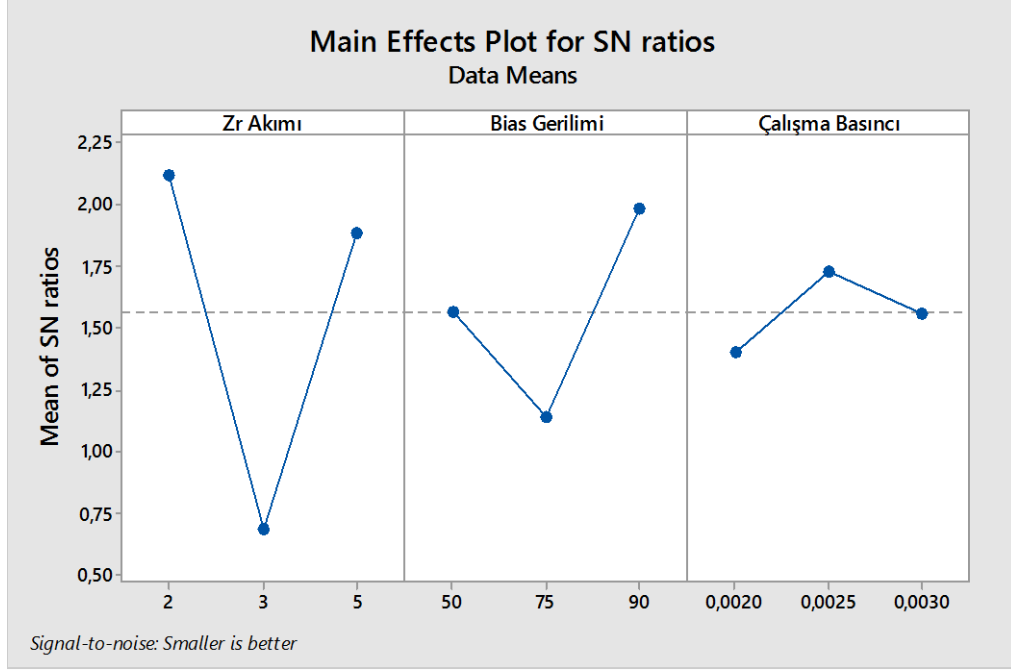
Tablo 22’de oda sıcaklığında gerçekleştirilen deneylerde bias gerilim değerinin -50V olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numunelerinin sürtünme katsayısı değerlerine bakıldığında, en düşük sürtünme katsayısı değerinin 0,77 ile R1 numunesinde olduğu görülmektedir. Bu numune grubunda da bir önceki deneyde olduğu gibi sürtünme katsayısı değerlerinin kaplama parametreleri artmasıyla artmaktadır. Sürtünme aşınma deneyleri sonucunda elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerleri kullanılarak yapılan S/N analizi ve ANOVA analizi sonucunda en etkin parametre olan Zr akımı açısından elde edilen sonuçlar incelendiğinde; artan Zr akımı ile birlikte sürtünme katsayısı değerlerinin artış gösterdiği belirlenmiştir. Bu artışın sebeplerinden biri, artan Zr akımı ile birlikte kaplamaların yoğunluğunun artması, tane boyutunun azalması ve bu artışla beraber iç gerilmelerin artması şeklinde, Wang ve arkadaşlarının yaptıkları çalışma ile uyumlu olarak, açıklanabilmektedir [61]. Bir diğer etki de Zr hedef akım değeri arttıkça hedeften yayılan iyonların argon gazı içerisindeki nötr atomlara çarpmasıyla iyonlaşma miktarının artmasından kaynaklanmakta olduğu, Kara tarafından yapılmış olan çalışmada da benzer sonuçlar ifade edilmektedir. İyon miktarının artmasıyla birlikte de hedef malzemedeki sızdırılan atom sayısının artması sayesinde kaplama filmi kalınlığında artış oluşmaktadır. Bu durumda aşınma sonuçlarını doğrudan etkilemektedir [62].

Aşınma deneylerinde ana aşınma mekanizmasının abrazif aşınma olduğunu ve daha yüksek sertliğe sahip numunelerin abrazif aşınmaya karşı daha yüksek direnç göstermeleri sayesinde daha az aşınacakları yorumu yapılmıştır [83, 84].

Tablo 22’de bias gerilimi açısından sonuçlar incelendiğinde, Zr akımı 2A değerinde sabit tutulup bias gerilimi sırasıyla -50V, -75V ve -90V olarak artmasıyla R1, R6 ve R8 numunelerinin bias gerilimi arttıkça sürtünme değerleri de artmaktadır. Elde edilen bu bulgu da literatürdeki çalışmalarla paralellik göstermektedir. Şekil 35, 40, 42’deki elde edilen XRD pikleri de incelendiğinde, kaplama yapısının daha iri taneli ve nispeten düşük sertlik değerine sahip olduğunu gösteren, R1 numunesinin piklerinin bu numune grubundaki diğer numunelere göre daha şiddetli ve keskin görünümde olduğu görülmektedir.

5N yük altında gerçekleştirilen aşınma deneylerinden elde edilen sürtünme katsayıları S/N oranları Minitab programıyla hesaplanmıştır. Elde edilen S/N grafiği Şekil 84’de verilmiştir. Kullanılan parametrelerin her bir seviyesi için elde edilen S/N oranlarının ortalamaları Tablo 23’te verilmektedir. Yapılan ANOVA analizi sonuçları Tablo 24’de verilmiştir. ANOVA analizine göre en etkin parametre olan Zr akımı oda sıcaklığında elde

edilen ortalama sürtünme katsayılarına etkisi %47 bias geriliminin ve çalışma basıncının ise katkıları sırasıyla %14 ve %2 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 84. Kaplama parametrelerinin 5N yükte elde edilen sürtünme katsayı değerlerinin S/N oranlarına etkisi

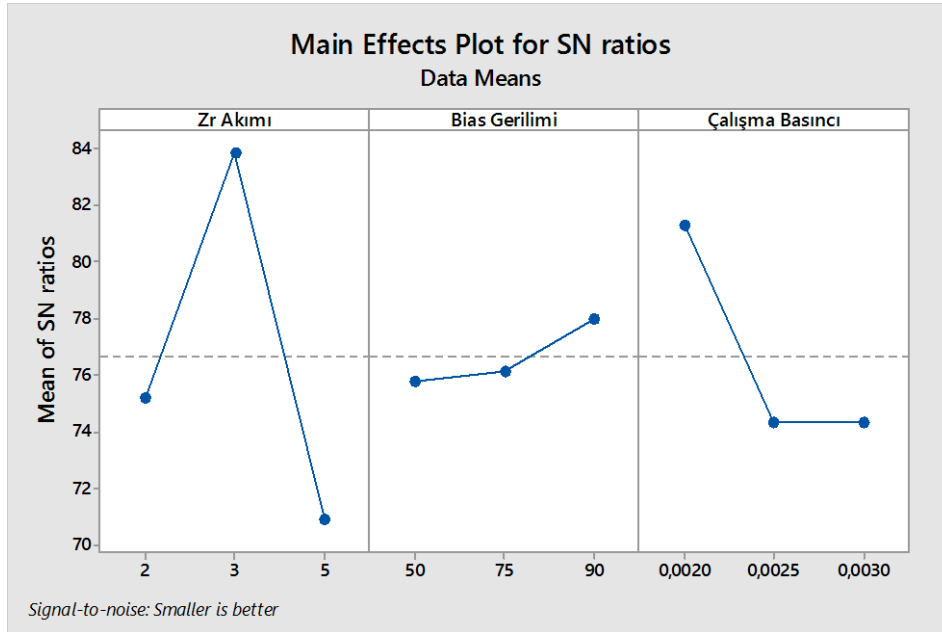
Tablo 23. 5N yükleme değerinde elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

Parametreler	Oda sıcaklığı sürtünme katsayısı			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye1	Seviye2	Seviye3		
Zr Akımı	2,122	0,6844	1,888	1,438	1
Bias Gerilimi	1,563	1,443	1,988	0,846	2
Çalışma Basıncı	1,4057	1,728	1,560	0,323	3

Tablo 24. 5N yükleme değerinde elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu

Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P değeri	Katkı Yüzdesi (%)
Zr Akımı	2	3,5706	1,785	1,32	0,432	47
Bias Gerilimi	2	1,073	0,536	0,40	0,717	14
Çalışma Basıncı	2	0,1567	0,079	0,06	0,945	2
Residual Error	2	2,714	1,357			
Toplam	8	7,5145				

60 mm/sn çevresel hız ve 5N yük altında gerçekleştirilen aşınma deneylerinden elde edilen aşınma hızlarının S/N oranları Minitab programı ile daha düşük aşınma miktarı daha iyi kriterine göre hesaplanmıştır. Elde edilen S/N grafiği Şekil 85’de verilmiştir. Kullanılan parametrelerin her bir seviyesi için elde edilen S/N oranlarının ortalamaları Tablo 25’te verilmektedir. Aşınma hızlarına etki eden en önemli parametre Zr akımı olarak belirlenmiştir. Etkisi en az olan parametre ise bias gerilimi olarak belirlenmiştir.



Şekil 85. Kaplama parametrelerinin aşınma hızı değerlerine etkisi

Tablo 25. Aşınma hızı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

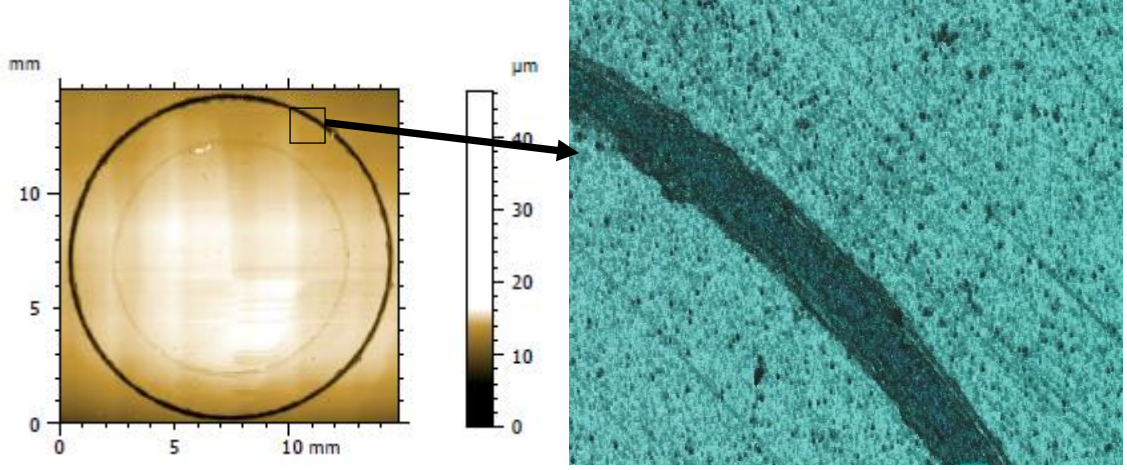
Parametreler	Oda sıcaklığı sürtünme katsayısı			Delta (Maks-Min)	Etki Derecesi
	Seviye1	Seviye2	Seviye3		
Zr Akımı	75,19	83,83	70,9	12,93	1
Bias Gerilimi	75,79	76,15	77,8	2,19	3
Çalışma Basıncı	81,29	74,32	74,32	6,97	2

Yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen analiz değerleri Tablo 26 da verilmiştir. ANOVA analiz sonucuna göre en etkin parametre olarak belirlenen Zr akımının, aşınma hızlarına katkısı %53,2 olarak hesaplanmıştır. Çalışma basıncı ve bias geriliminin katkıları ise sırasıyla %20 ve %2 olarak belirlenmiştir.

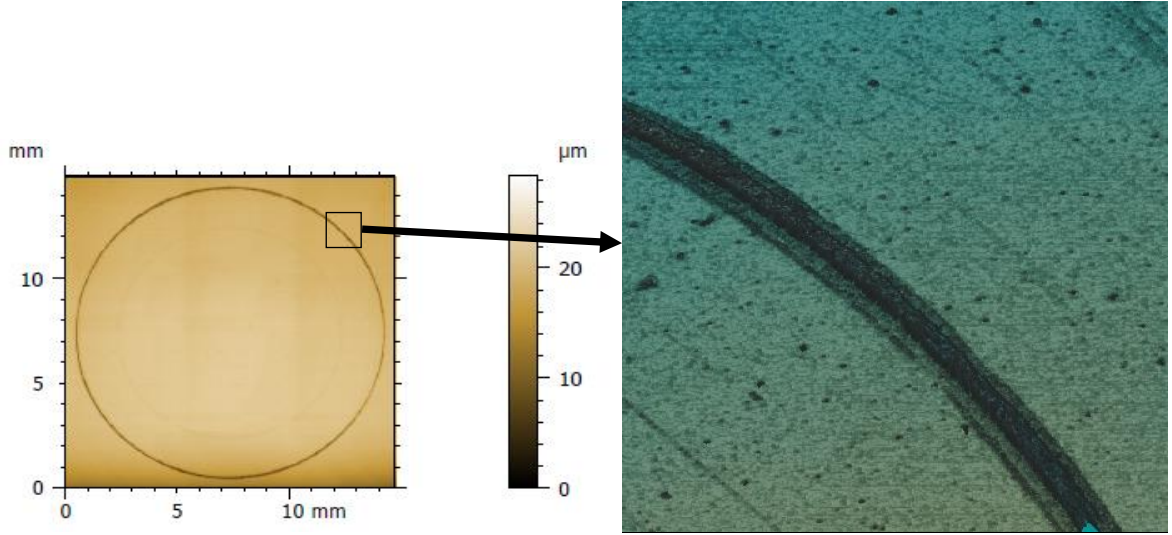
Tablo 26. Aşınma hızı değerlerinin ANOVA tablosu

Parametreler	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Ortalama Kareler	F Değeri	P değeri	Katkı Yüzdesi (%)
Zr Akımı	2	260,2	130,1	2,11	0,321	53,2
Bias Gerilimi	2	8,39	4,34	0,07	0,937	2
Çalışma Basıncı	2	97,27	48,634	0,79	0,559	20
Residual Error	2	123,325	61,662			
Toplam	8	489,17				



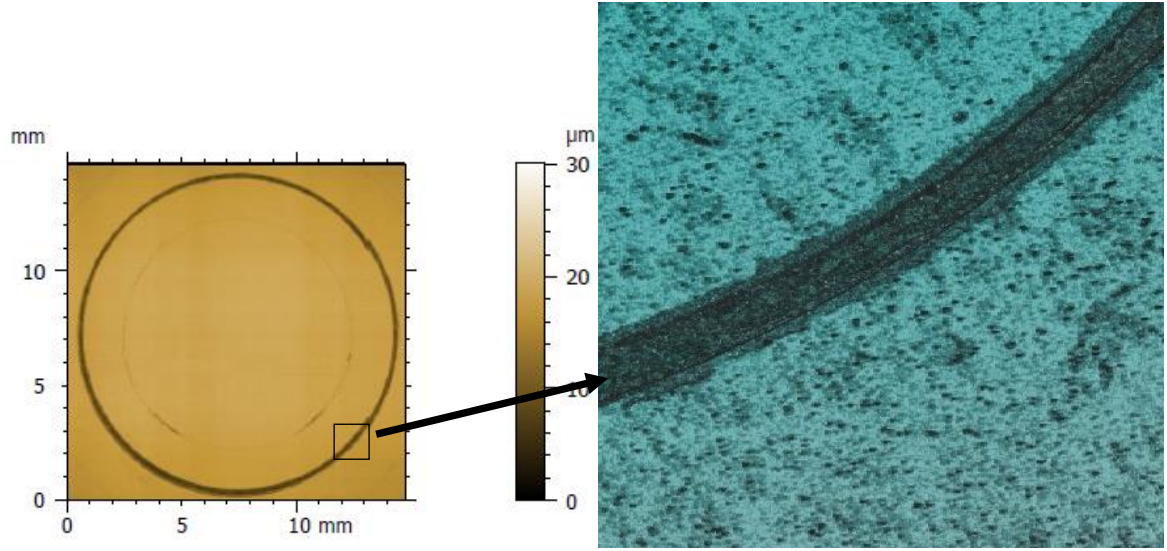


Şekil 86. R1 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü

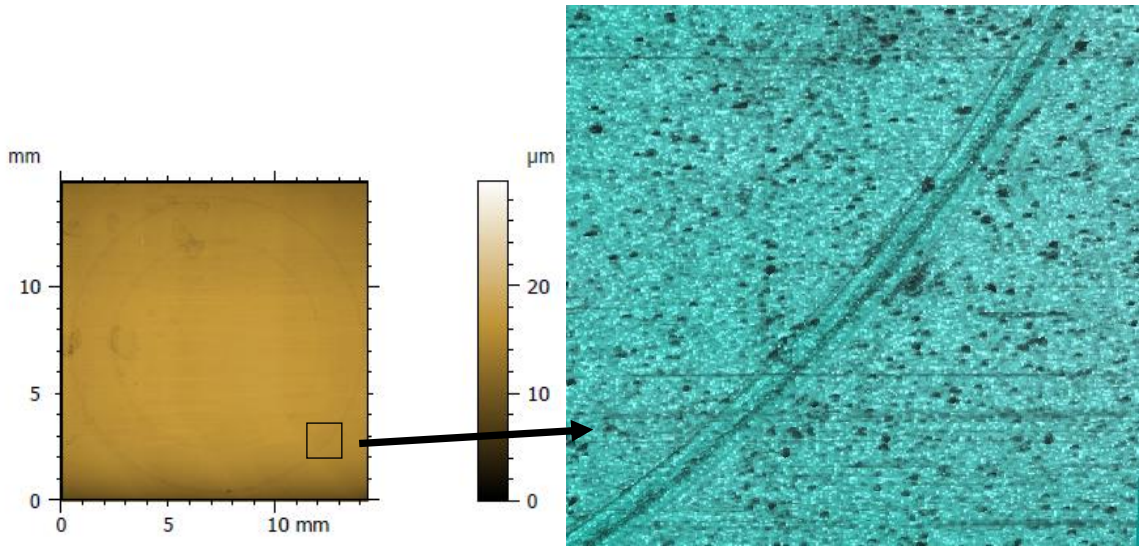


Şekil 87. R2 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü

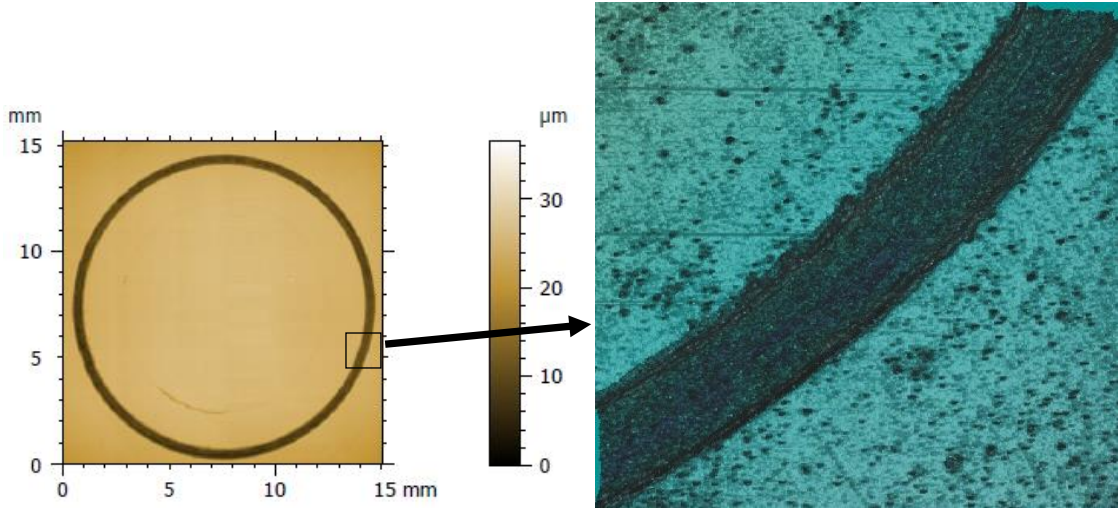




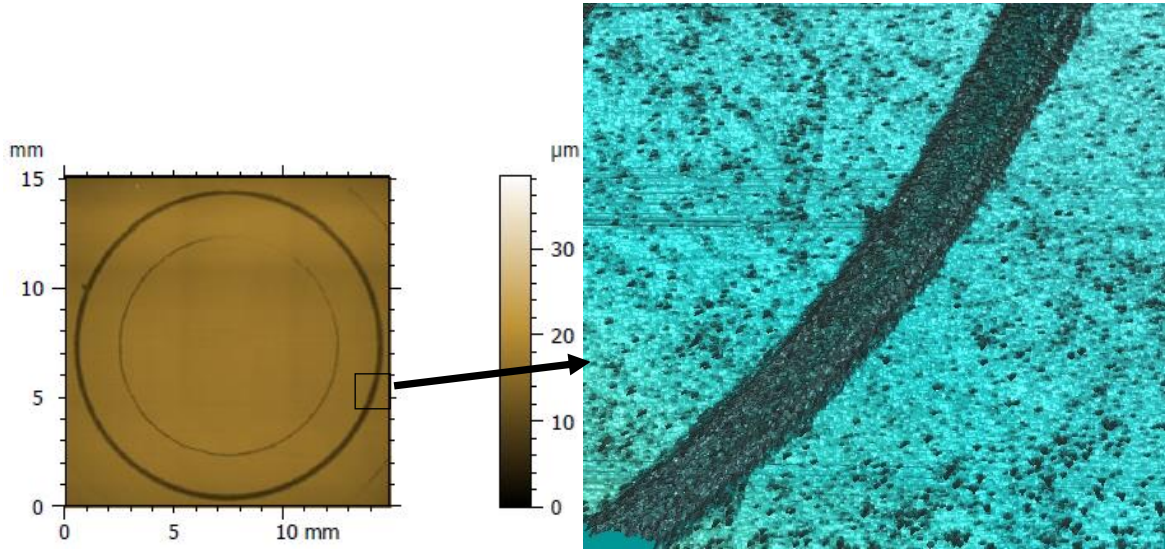
Şekil 88. R3 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü



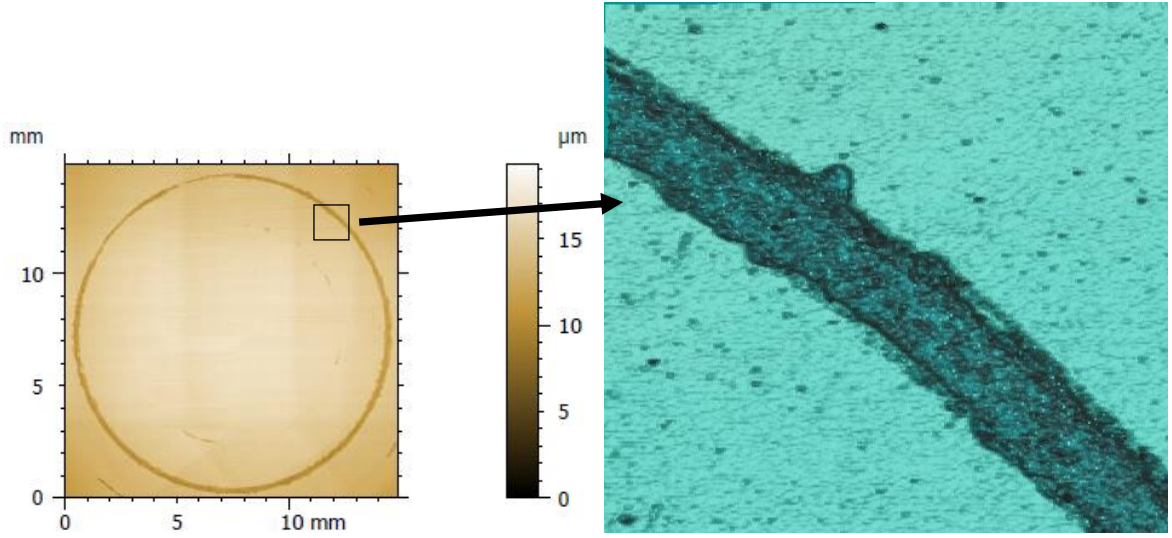
Şekil 89. R4 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü



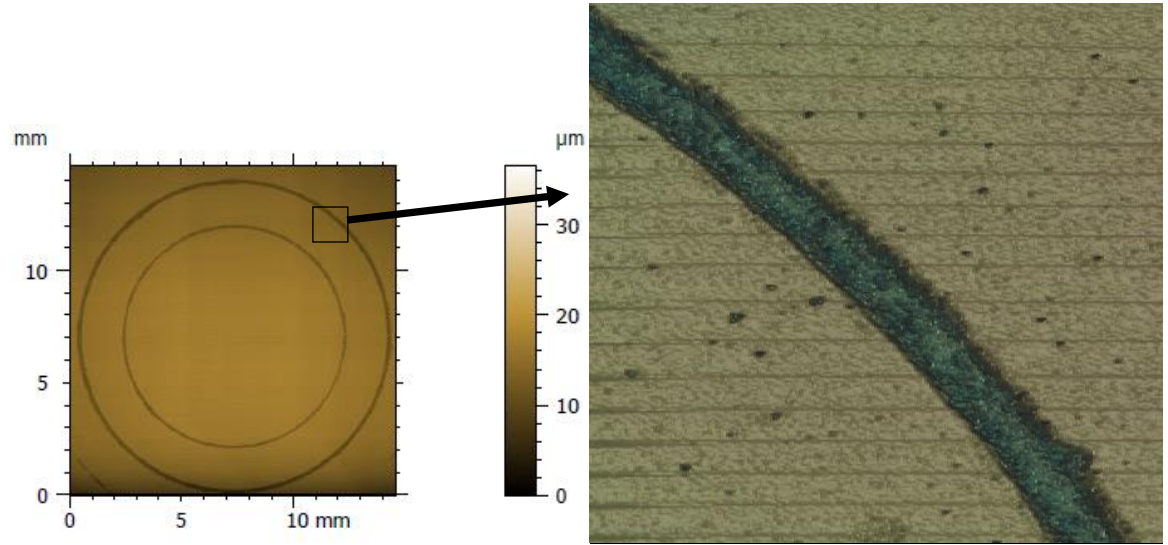
Şekil 90. R5 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü



Şekil 91. R6 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü

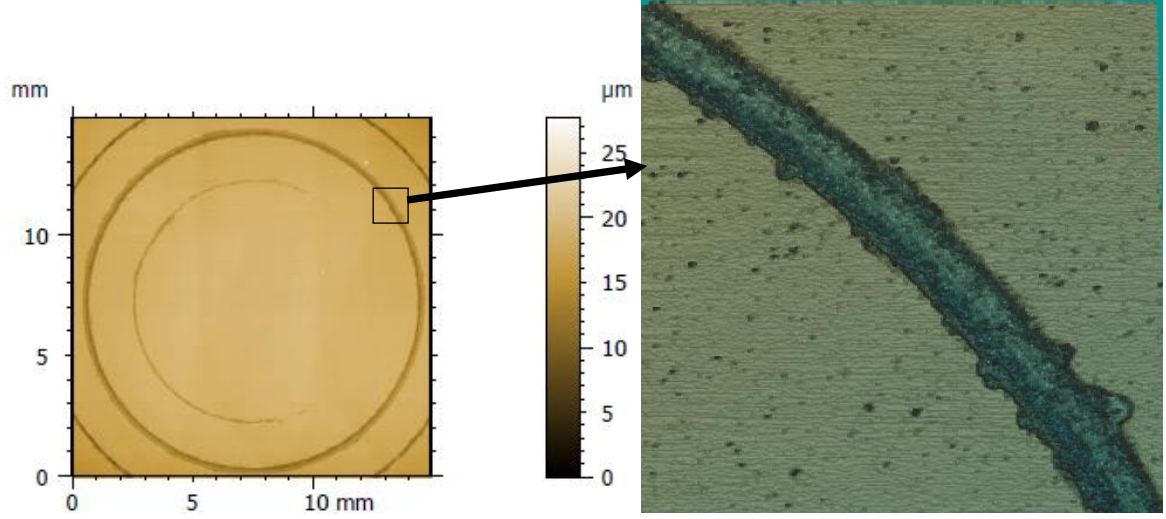


Şekil 92. R7 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü



Şekil 93. R8 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü





Şekil 94. R9 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin optik profilmetre görüntüsü

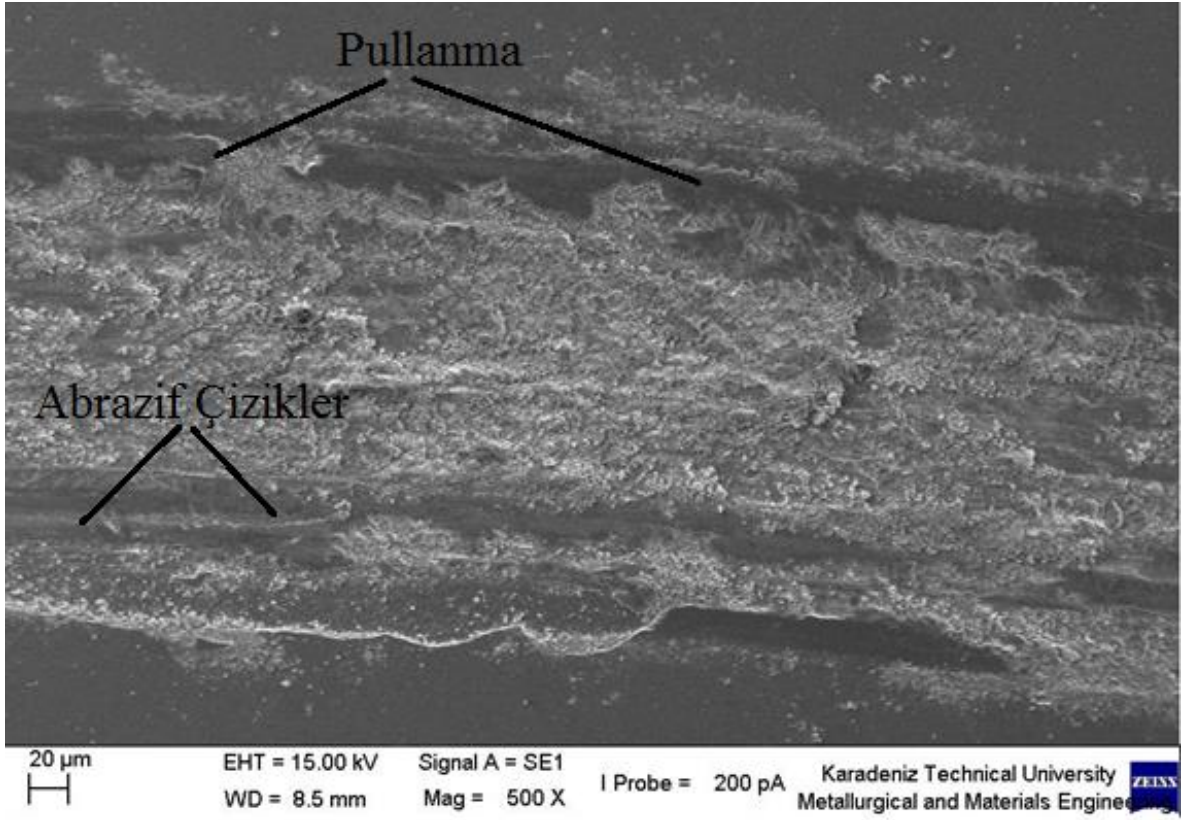
Tablo 27. 5N yükleme değerinde elde edilen aşınma hızı değerleri

Numune Adı	Aşınma Hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)
R1	2,02E-04
R2	7,78E-05
R3	2,72E-04
R4	2,64E-05
R5	7,09E-04
R6	2,02E-04
R7	1,20E-04
R8	1,29E-04
R9	1,30E-04
Sertleştirilmiş H13 (Kaplamasız)	2,06E-04
Sertleştirilmiş H13(Nitrürlü)	3,95E-04

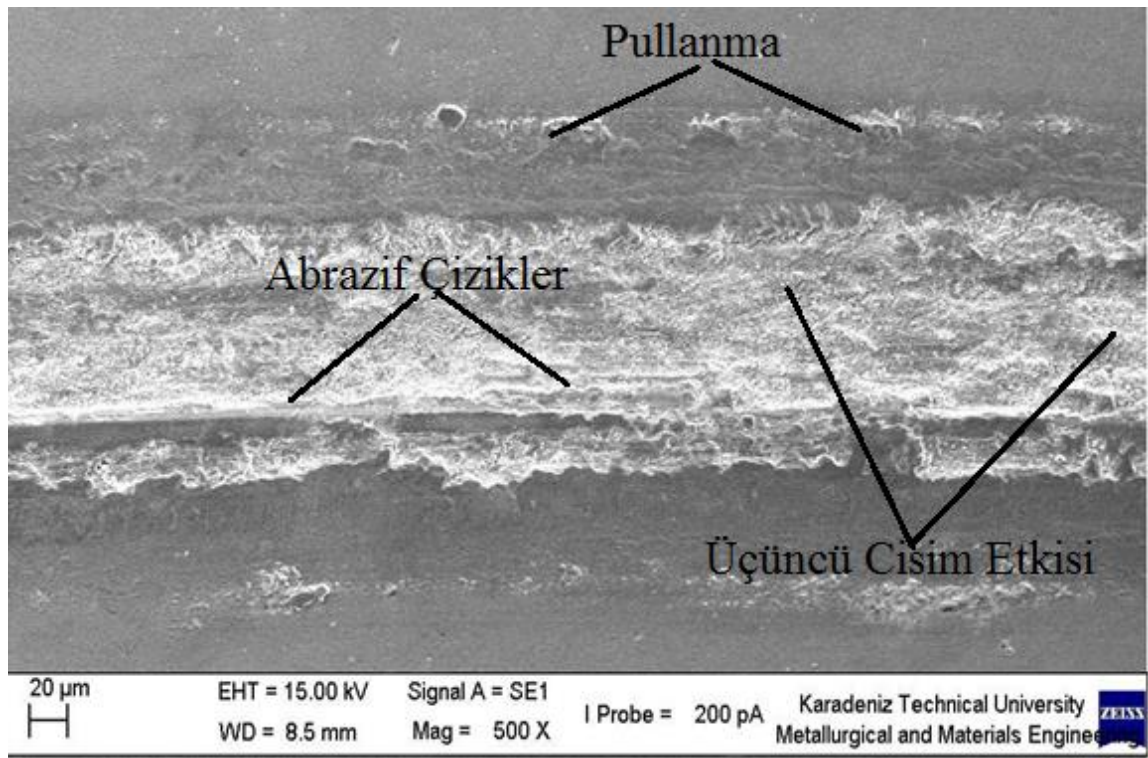
Üretilen TiAlZrN kaplamalara 60 mm/sn çevresel hız ve 5N yük altında uygulanan aşınma deneylerinden elde edilen aşınma hızlarının optik profilmetre yardımıyla ölçülen aşınma miktarları denklem 1 kullanılarak hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar Tablo 27’de

verilmiştir. En düşük aşınma hızı en yüksek adezyon değerlerinden olan 3A Zr akımı, -75V bias gerilimi ve  $2 \times 10^{-3}$  Torr çalışma basıncı parametrelerinde üretilen R4 numunesinden  $2,64 \times 10^{-5}$  mm<sup>3</sup>/Nm olarak elde edilmiştir. Aşınma hızı en düşük olan R4 numunesi ile kaplama işlemi uygulanmamış taban malzeme kıyaslandığında, R4 numunesinin yaklaşık 10 kat daha yüksek aşınma hızına sahip olurken, sadece nitrüleme işlemi yapılmış olan kaplamasız H13 taban malzemede elde edilen aşınma hızı ile kıyaslandığında 14 kat daha yüksek aşınma hızına sahip olduğu belirlenmiştir. İncelenen her bir numunede gözlemlenen aşınma hızlarının, artan yükleme değeri ile orantılı olarak artmakta olduğu tespit edilmiştir. Karşılaşılan bu durum, sürtünmeli uygulamalar için kullanılmak istenilen takımın, ömür ve maliyet değerleri dikkate alınarak, ekonomik açıdan değerlendirilmesini gerekli kılmaktadır.

Sürtünme-aşınma deneylerinden elde edilen numune yüzeylerindeki aşınma izlerinin optik profilmetreyle elde edilen topografik görünümüleri Şekil 86-94, aşınma yüzeylerinin taramalı elektron mikroskopu fotoğrafları ise Şekil 95-103'de verilmiştir. Aşınma yüzeylerinde optik profilmetre ve SEM ile yapılan yüzey incelemeleri sonucunda R1, R2, R3, R5, R6 ve R9 numunelerinin aşınma izlerinin SEM görünümüne bakıldığında abrazyon aşınma mekanizmasının etkin olduğu görülmektedir (Şekil 95, 96, 97, 99, 100 ve 103). R4 ve R7 numunelerinde aşınma parçalarının pul şeklinde oluştuğu görülmektedir (Şekil 98 ve 101). Luo ve arkadaşları aynı pullanma aşınmalarını kendi çalışmalarında da aynı şekilde rapor etmişlerdir [82]. R2, R3, R6, R8 ve R9 (Şekil 96, 97, 100, 102 ve 103) numunelerinde aşınma yollarında çok küçük boyutta sahip parçacıkların oluşup aşınma yolu içerisinde biriktiği ve bu aşınma parçacıklarının aşınmayı olumsuz etkileyen üçüncü cisim etkisini meydana getirdiği düşünülmektedir.

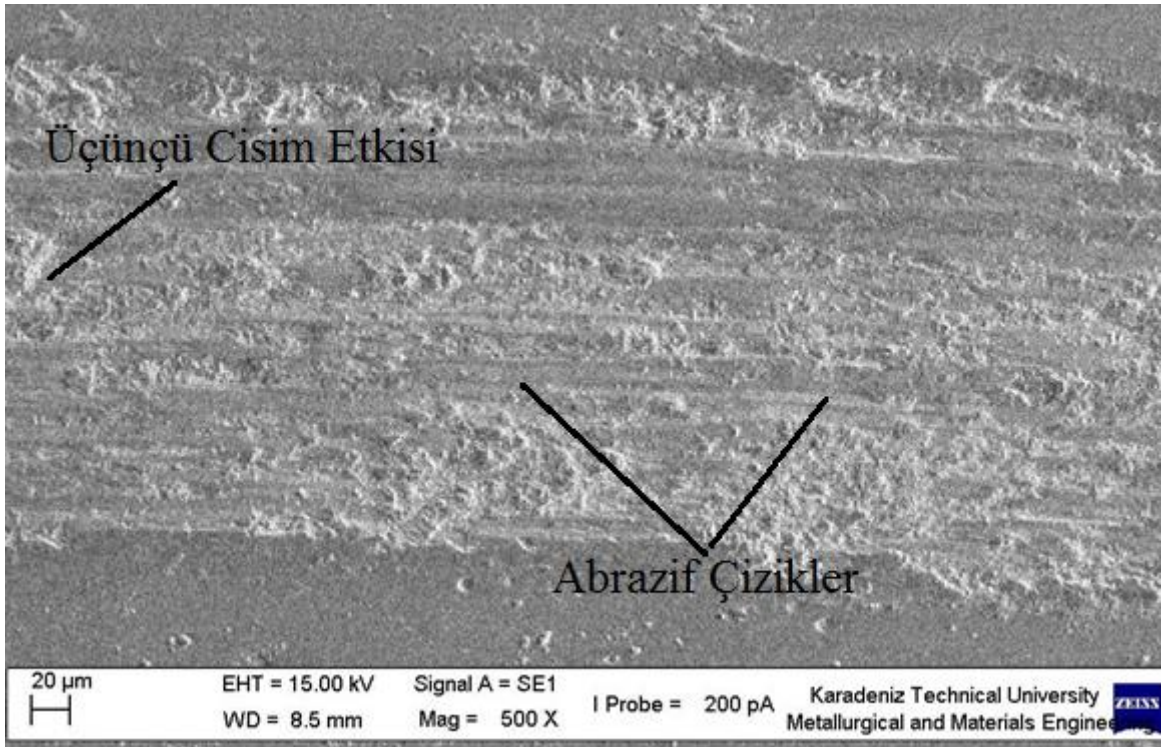


Şekil 95. R1 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü

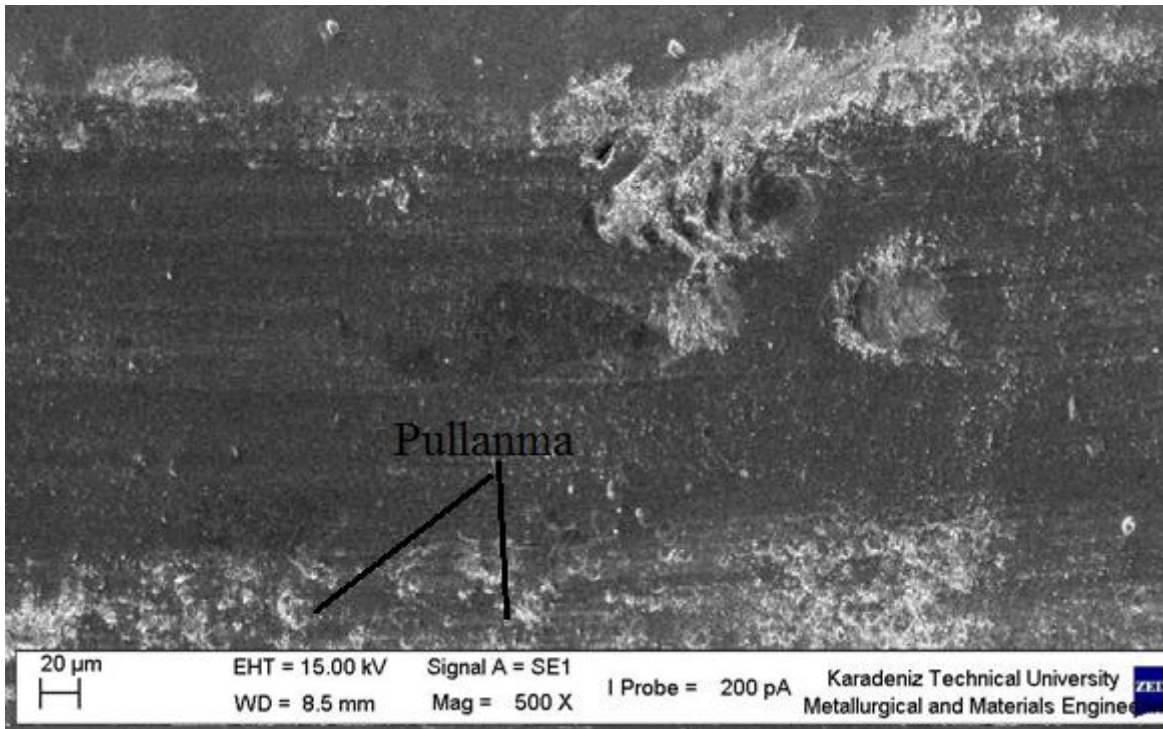


Şekil 96. R2 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü

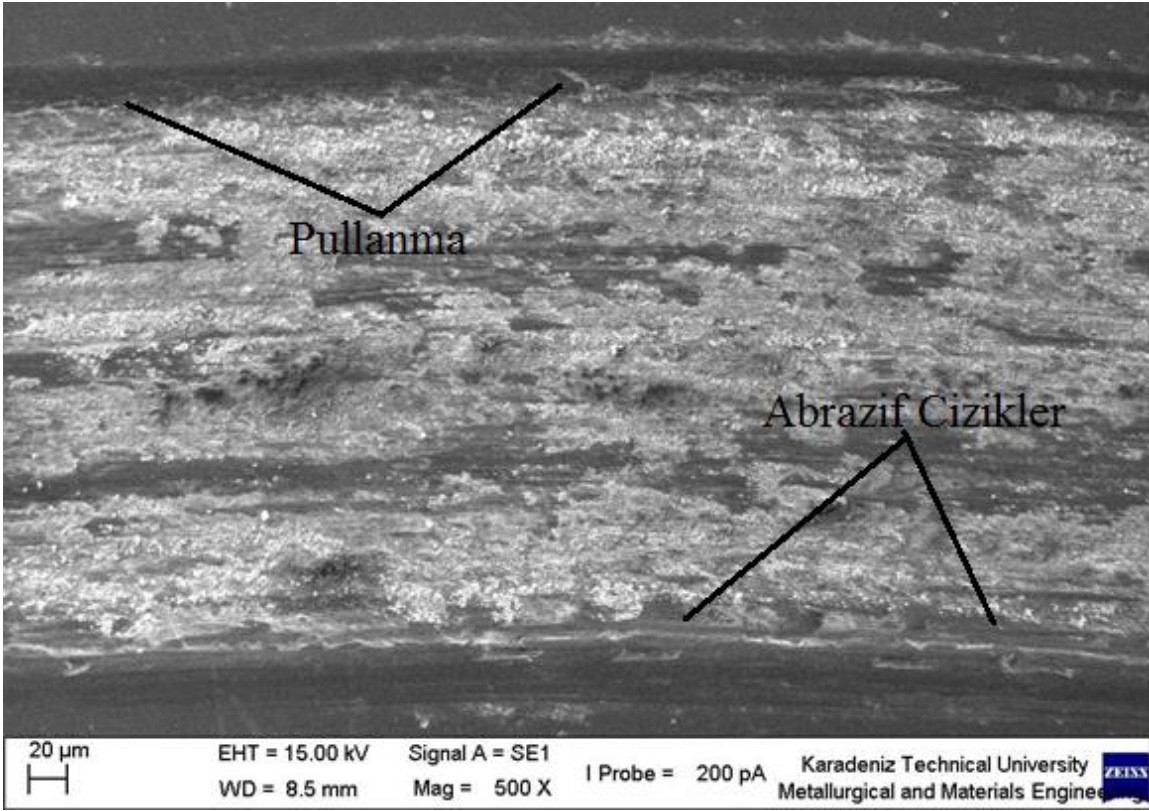




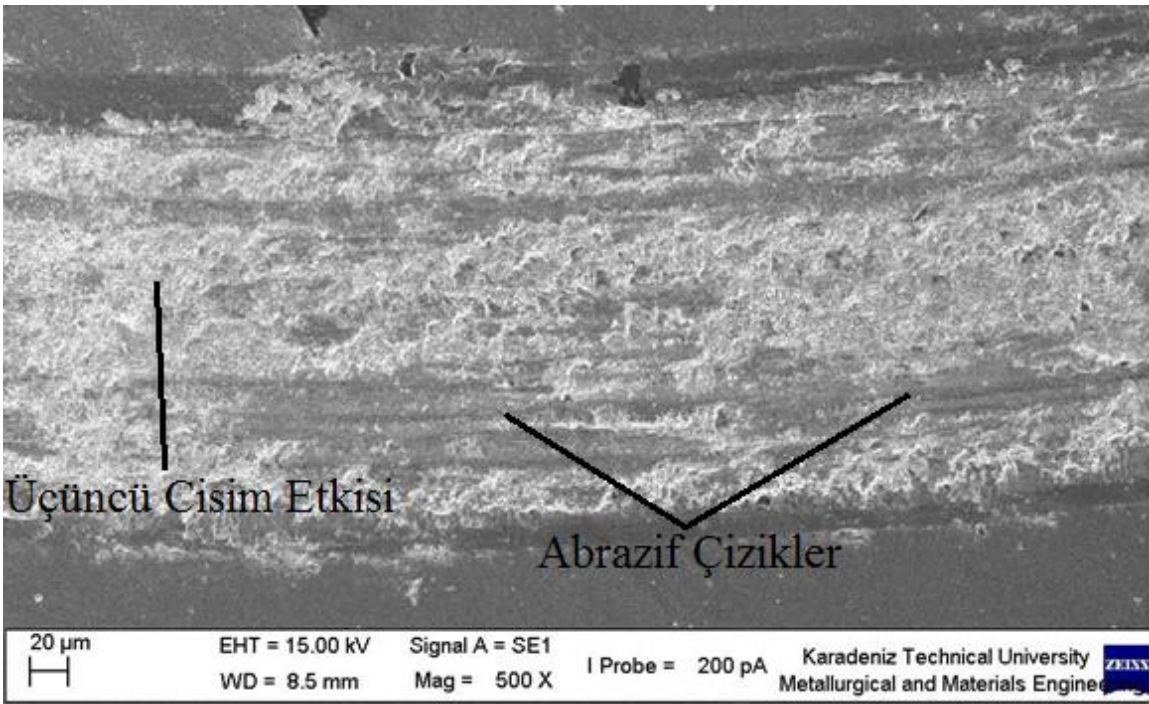
Şekil 97. R3 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü



Şekil 98. R4 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü

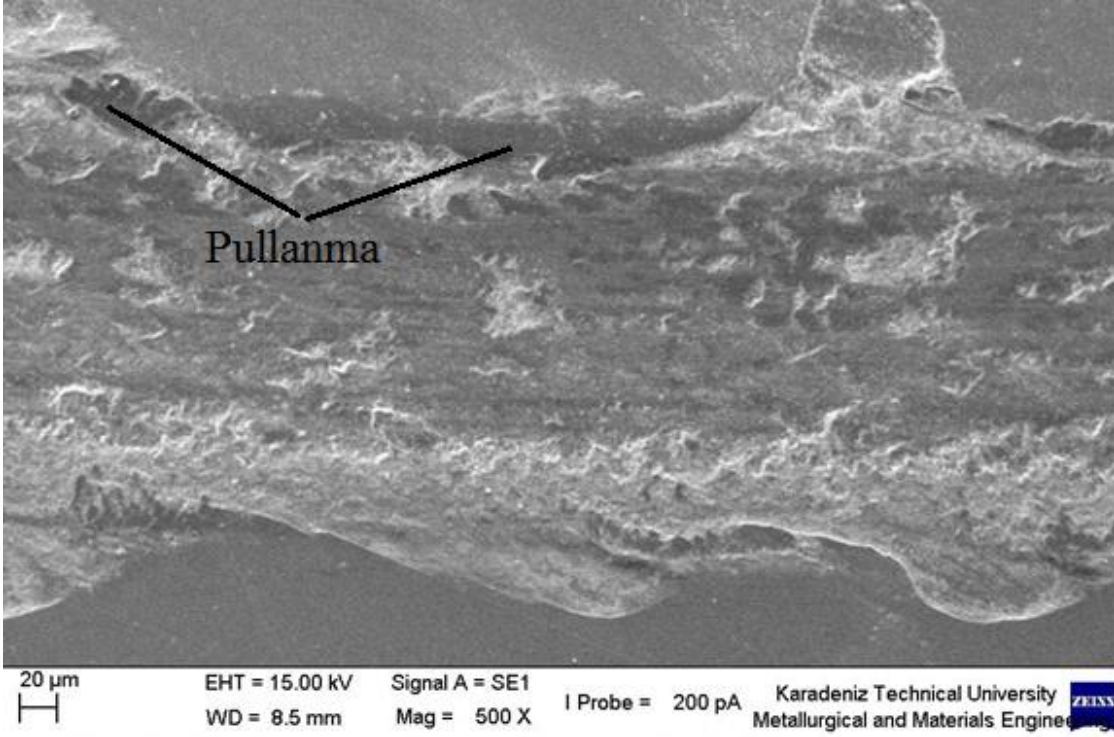


Şekil 99. R5 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü

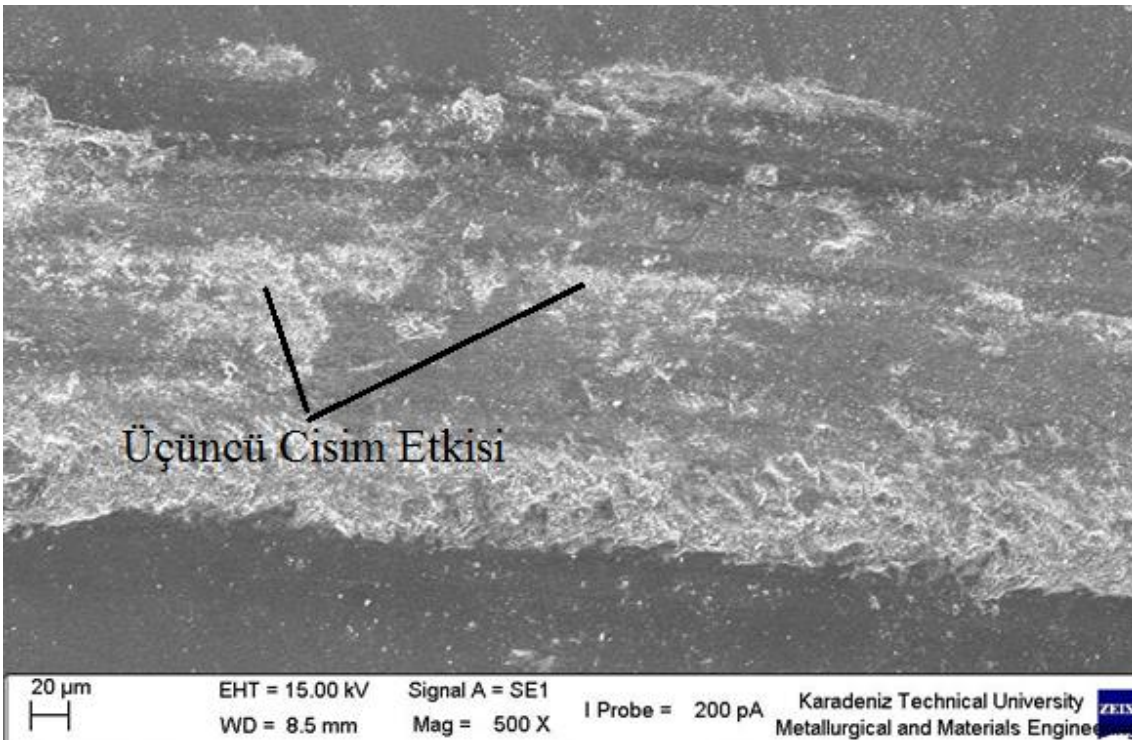


Şekil 100. R6 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü

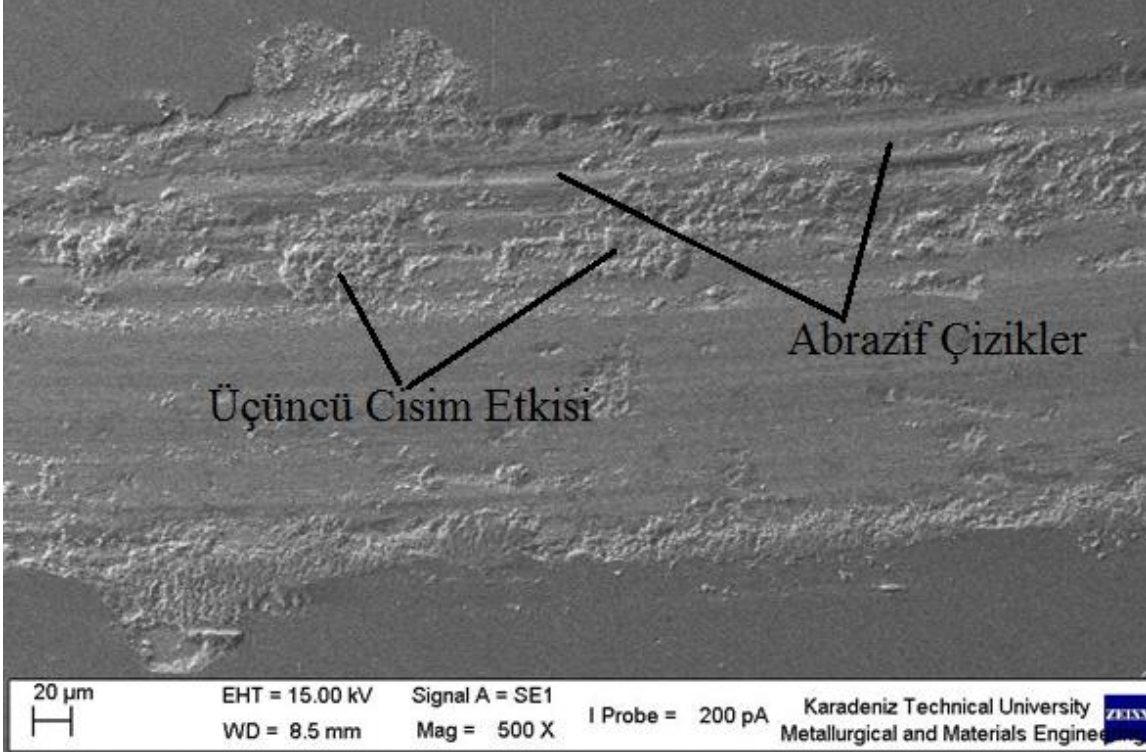




Şekil 101. R7 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü



Şekil 102. R8 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü



Şekil 103. R9 numunesinin 5N yükte elde edilen aşınma yüzeyinin SEM görünümü

Genel olarak TiAlZrN kaplamaların 2N yük altında sürtünme katsayıları 0,56 – 0,98 arasında değişirken kaplamaların 5 N yük altında sürtünme katsayıları ise 0,74 – 1,08 arasında değişmekte olduğu görülmektedir. Teorik olarak tribolojik etkileşimde bulunan yüzeylerde oluşan sürtünme katsayısı değeri yüklemeye büyüklüğünden bağımsızdır. Ancak düşük kalınlığa sahip kaplama uygulamalarında aşırı koşullarda gerçekleştirilen aşınma deneylerinde, kaplamanın daha kısa sürede aşınarak aşındırıcının altlık malzemeye erişmesi nedeniyle deney sırasında ölçülen sürtünme kuvvetinin değişkenlik göstermesinden dolayı hesaplanan sürtünme katsayıları arasında anlamlı farklar ortaya çıkmaktadır. Üretilen kaplamaların 2N ve 5N yük kullanılarak gerçekleştirilen aşınma deneylerinde her ikisinde de en düşük sürtünme katsayısı değeri Zr hedef akımının 5A, bias geriliminin -90V ve çalışma ortamı basıncının  $2 \times 10^{-3}$  Torr koşullarına elde edilmiştir. Hesaplanan aşınma hızları değerlendirildiğinde aşınma direncinin, elde edilen kaplama tabakası kalınlığından çok kaplama tabakasının yüzeye yapışma direncine (Adezyon direnci- $Lc_2$ ) bağlı olduğu tespit edilmiştir. Numunelerdeki aşınmış yüzeylere bakıldığında, kaplama tabakalarında karşılaşılan ana aşınma mekanizmasının abrasif karakterli olduğu belirlenmiştir. Artırılan yüklemeye sonucunda artan yüzey basıncı ve artan aşınma hızı kaplama tabakasının daha kısa

sürede aşınmasına, dolayısıyla erişilen altlığın yeterli yük taşıma kabiliyetine sahip olamaması nedeniyle mevcut olan abrazif etkiyi artırıcı parçacıkların yüzeyden koparak oluşmaları sonucunda, üç elemanlı abrazif aşınma mekanizmasının meydana geldiği görülmüştür.

#### 4. SONUÇLAR

Bu çalışmada AISI 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 ( $2 \times 10^{-3}$ ,  $2,5 \times 10^{-3}$ ,  $3 \times 10^{-3}$  Torr) değişken parametreler olarak belirlenmiştir. Deneyleerin tasarımında taguchi tasarım yöntemi kullanılmıştır. Yapılan morfolojik, yapısal, mekanik ve tribolojik incelemelerin değerlendirilmesinden çıkartılan sonuçlar aşağıda maddeler halinde ifade edilmiştir.

1. TiAlZrN dereceli kaplamaların kalınlıklarına ve bu kaplamanın yapısal yoğunluğuna etki eden en önemli parametre bias gerilimidir. Bias gerilim değeri arttıkça kaplama kalınlığı azalırken ve kaplama tabakasının yapısal yoğunluğu artmaktadır.
2. Kaplama tabakasının sertlik değerini etkileyen en etkin parametre bias gerilimidir. En yüksek mikrosertlik ve nanosertlik değerleri 2A Zr hedef akımı, -90V bias gerilimi ve  $2,5 \times 10^{-3}$  Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir. En düşük mikrosertlik ve nanosertlik değerleri ise 5A Zr hedef akımı, -50V bias gerilimi ve  $3 \times 10^{-3}$  Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir.
3. Kaplamaların adezyon dayanımı üzerine en etkin parametre bias gerilimidir. Etkisi en az olan parametre ise çalışma basıncıdır. Kaplama tabakalarında en yüksek kritik yük değeri 5A Zr hedef akımı, -90V bias gerilimi ve  $2 \times 10^{-3}$  Torr çalışma basıncında elde edilir.
4. Dereceli kompozit yapıda üretilen TiAlZrN kaplamaların 2N yük altında sürtünme katsayıları oda sıcaklığında 0,56 – 0,98 arasında değişir. Kaplamaların 5 N yük altında sürtünme katsayıları ise oda sıcaklığında 0,74 – 1,08 arasında değişir.
5. TiAlZrN kaplamalarının 2N yükte en düşük aşınma hızı 5A Zr hedef akımı, -90V bias gerilimi ve  $2 \times 10^{-3}$  Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir.
6. TiAlZrN kaplamalarının 5N yükte en düşük aşınma hızı 3A Zr hedef akımı, -75V bias gerilimi ve  $2 \times 10^{-3}$  Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir.

edilir. En yüksek aşınma hızı ise 5A Zr hedef akımı, -75V bias gerilimi ve  $2,5 \times 10^{-3}$  Torr çalışma basıncı kaplama parametrelerinde elde edilir.

7. Kaplamaların aşınma dayanımları, kaplamanın adezyon dayanımına doğrudan etkilidir. Yüksek adezyon dayanımına sahip kaplamalar daha az aşınırken, düşük adezyon dayanımına sahip kaplamalar daha fazla aşınır.
8. Dereceli kompozit yapıda kaplanan TiAlZrN kaplamalarının oda sıcaklığındaki baskın aşınma mekanizması abrazif aşınmadır.
9. Sertleştirilmiş durumdaki H13 sıcak iş takım çeliğinden imal edilen takımların, sürtünmeli çalışma koşullarında, TiAlZrN tabakası ile kaplanarak kullanılması durumunda, sadece nitrürlenmiş durumdaki H13 çeliği takımlara göre daha yüksek aşınma direncine sahip olurlar.

## 5. ÖNERİLER

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

## 6. KAYNAKLAR

1. Stachowiak, G. ve Batchelor, A.W., Engineering tribology, Butterworth Heinemann, Australia 2001.
2. Holleck, H., Material Selection for Hard Coatings. Journal of Vacuum Science & Technology A, 4,6 (1986) 2661-2669.
3. 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 (1998) 111-119.
4. Avuncan, G., Talaş Kaldırma Ekonomisi ve Kesici Takımlar, Makine Takım Endüstrisi A.Ş., Gebze, 1998.
5. <http://www.titanit.com.tr/> TiN Kaplamalar. 14 Mart 2016
6. 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.
7. 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.
8. 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.
9. 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.
10. 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.
11. Lopez, G. ve Staia, M., H., High Temperature Tribological Characterization of Zirconium Nitride Coatings, Surface and Coatings Technology, 200, 7 (2004) 2092-2099.
12. 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.
13. 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.



14. 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.
15. 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.
16. Chen, R., Tu, J.P., Liu, D.G., Mai, Y.J. ve Gu, C.D., Microstructure, mechanical and tribological properties of TiCN nanocomposite films deposited by DC magnetron sputtering. Surface and Coatings Technology, 205,21–22 (2011) 5228-5234.
17. 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.
18. 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.
19. Tönshoff, K., Performance of Oxygen-Rich TiAlN Coatings in Dry Cutting Applications, Surface and Coatings Technology, 108-109 (1998) 535-542.
20. 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.
21. 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.
22. Sullivan, J.F., Huang, F., Barnard, J.A. ve Weaver, M.L., Effect of nitrogen pressure on the hardness and chemical states of TiAlCrN coatings. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces and Films, 23,1 (2005) 78-84.
23. Huang, F., Wei, G., Barnard, J.A. ve Weaver, M.L., Microstructure and stress development in magnetron sputtered TiAlCr(N) films. Surface and Coatings Technology, 146-147,0 391-397.
24. Fox-Rabinovich, G.S., Yamamoto, 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.
25. Smith, D.L., Thin Film Deposition – Principles & Practice, 119-215, McGraw-Hill Inc., New York, 1995.
26. Mattox, D., M., Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD), 398-495, 588-624, Noyes Publications, New Jersey, 1998.

27. Ohring, M., *Materials Science of Thin Films – Deposition & Structure*, 357-414, 495-556, 723-750, Academic Press, New Jersey, 2002.
28. 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.
29. Martin, P., M., *Thin Film Nucleation, Growth, and Microstructural Evolution: An Atomic Scale View*, C. 12, William Andrew Publishing, United States, 2010.
30. 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.
31. Savaş, S., *PVD Metodu ile TiN Kaplanmış S 652 Yüksek Hız Çeliğinin Aşınma Davranışlarının İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri, 2004.
32. Bunshah, R., F., *High Rate Physical Vapor Deposition Processes*, *Materials Coating Techniques*, 106 (1980) 21-26.
33. 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.
34. Tracton A., A., *Coatings Technology Handbook Third Edition*, Taylor and Francis Group, USA, 2006.
35. Rossnagel, M., S., Cuomo, J., J. ve Westwood, D., W., *Handbook of Plasma Processing Technology - Fundamentals, Etching, Deposition, and Surface Interactions*, New York, 1990.
36. Wasa, K., Kitabatake, M., ve Adachi H., *Thin Film Materials Technology: Sputtering of Compound Materials*, William Andrew, USA, 2004.
37. Holmberg, K. ve Matthews, A., *Coatings tribology*, Elsevier Tribology Series, 1994.
38. Ohring, M., *The Materials Science of Thin Films*, Academic Press, London, 1992.
39. Martin, P.M., *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings: Science, Applications and Technology*, Elsevier, 2010.
40. Bunshah, F., R., *Handbook of Hard Coatings*, Noyes Publications, William Andrew Publishing, New York, 2001.
41. Seshan, K., *Handbook of Thin-Film Deposition Processes and Techniques*, 2nd edition, Waltham, USA, 2002.

42. Kelly, P.,J. ve Arnell, R., D., Magnetron Sputtering: A Review of Recent Developments and Applications, Vacuum, 56 (2000) 159-172.
43. Cansever, N., Manyetik Alanda Sıçratma Yönteminde Son Gelişmeler, Yıldız Teknik Üniversitesi, Mayıs, 2001.
44. Bunshah, R. F., PVD and CVD Coating, Surface Treatment and Coatings for Friction and Wear Control, Los Angeles, 840-849, 1990.
45. Musil, J. ve Vleek, J., A Perspective of Magnetron Sputtering in Surface Engineering, Surface & Coatings Technology, 112 (1999) 162-169.
46. Kelly, P., J., The Theory and Applications of Unbalanced Magnetron Sputtering, USA 1994.
47. 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.
48. 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.
49. 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.
50. 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<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N Coatings Deposited by R.F. Reactive Magnetron Co-Sputtering Method, Applied Surface Science, 256,8 (2010) 2380-2387.
51. Musil, J., Poláková, H., Šuna, J. ve Vlček, J., Effect of İon Bombardment on Properties of Hard Reactively Sputtered Ti(Fe)N<sub>x</sub> Films, Surface and Coatings Technology, 177–178,0 (2004) 289-298.
52. Gural, G., Gaz altı Kaynağında Proses Parametrelerinin Optimizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 2003.
53. Taylan D., Taguchi Deney Tasarımı Uygulaması” Süleyman Demirel Üniversitesi, 2009.
54. 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.

55. 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.
56. Hörling, A., Hultman, L., Odén, M., Sjölen, J. ve Karlsson, L., Mechanical Properties and Machining Performance of Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N-Coated Cutting Tools, Surface and Coatings Technology, 191,2–3 (2005) 384-392.
57. 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.
58. 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.
59. Dua H., Ji X., H., Z., Wuc Y., Wana W. ve Wangaa L., Applied Surface Science, 2013.
60. 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.
61. 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<sub>x</sub>Cr<sub>1-x</sub>N Coatings Deposited by Reactive Magnetron Co-Sputtering, Journal of Alloys and Compounds, 502,1 (2010) 243-249.
62. Kara, L., Yüzeyi İnce Film Kaplanmış 100Cr6 Çeliğinin Çeşitli Ortamlarda Sürtünme ve Aşınma Davranışlarının İncelenmesi Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, 2009.
63. 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.
64. [www.semicore.com/reference/sputtering-yields-reference](http://www.semicore.com/reference/sputtering-yields-reference). 16 Mayıs 2016.
65. 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<sub>x</sub> Composite Coatings, Vacuum, 84,6 (2010) 843-850.
66. 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.

67. 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.
68. 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.
69. Zeng, X.T., TiN/NbN Superlattice Hard Coatings Deposited by Unbalanced Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 113,1–2 (1999) 75-79.
70. 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.
71. 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.
72. 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.
73. 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.
74. Ohring, M., Materials Science of Thin Films–Deposition & Structure, 357-414, 495-556, 723-750, Academic Press, San Diego, 2002.
75. 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.
76. 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.
77. Sellers, J., Asymmetric bipolar pulsed DC: The Enabling Technology for Reactive PVD, Surface Coating Technology, 98 (1998) 1245.
78. Yetim, A, F, Biyomalzeme Olarak Kullanılan AISI 316L Paslanmaz Çelik ve Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V Alaşımlarının Plazma ile Nitrüleme Davranışı, Ti-DLC İnce Film Kaplama ile Karşılaştırılması, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum, 2009.
79. Singh, K., Krishnamurthy, N. ve Suri, A., K., Adhesion and Wear Studies of Magnetron Sputtered NbN Films, Tribology International, 50,0 (2012) 16-25.

80. 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.
81. 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  $\text{Cr}_{(1-x)}\text{Al}_{(x)}\text{N}$  Coatings Deposited by R.F. Reactive Magnetron Co-Sputtering Method, Applied Surface Science, 256,8 (2010) 2380-2387.
82. Luo, Q., Rainforth, W.M. ve Münz, W.D., TEM observations of wear mechanisms of TiAlCrN and TiAlN/CrN coatings grown by combined steered-arc/unbalanced magnetron deposition. Wear, 225-229, (1999) 74-82.
83. 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.
84. 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.

## ÖZGEÇMİŞ

Emre USTA 1991 yılında Trabzon'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Trabzon'da tamamladı. 2009-2010 öğretim döneminde Karadeniz Teknik Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünü kazandı. Bir yıl hazırlık okuyup 2014 yılında bu bölümden mezun oldu. Aynı yıl KTÜ Fen Bilimleri Makine Mühendisliği Anabilim Dalında yüksek lisans öğrenimine başladı.